

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ

Аналитатор газорутутный переносной АГП-01

Методика поверки

ММ1660-87

Свердловск

1987

**РАЗРАБОТАНЫ** Всесоюзный научно-исследовательский институт  
разведочной геофизики Казахский филиал, г.Алма-  
Ата

**ИСПОЛНИТЕЛИ** Политиков М.И. (руководитель темы), Фибих В.Р.,  
Жеребцов Ю.Д., Коржавина Л.Н., Николаева Л.Ф.

**РАЗРАБОТАНЫ** Свердловский филиал Всесоюзного научно-исследо-  
вательского института метрологии им.Д.И.Менделеева

**ИСПОЛНИТЕЛИ** Носова И.П. (руководитель темы), Свиридова Л.В.

**СОГЛАСОВАНО** НПО "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева" "02" апреля 1987 г

Методические  
указания

МИ 1680-87

Анализатор газортутный  
переносной АГП-01

Методы и средства  
проверки

Настоящие методические указания распространяются на анализатор газортутный переносной АГП-01, предназначенный для определения массовой доли ртути в почвенном и атмосферном воздухе и устанавливают методы и средства его первичной и периодической поверок. Проверка производится с помощью стандартных образцов массовой доли ртути (комплект PT1-PT4) ТУ 41-08-3589-87, в дальнейшем СО.

Периодичность государственной поверки один раз в год.

#### I. Операции и средства поверки

I.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в табл. I.1., и применены средства поверки с характеристиками, указанными в табл. I.2.

I.2. Расчетные данные массы ртути, содержащейся в газовой смеси при возгонке из порошка СО, представлены в табл. I.3.

#### 2. Требования к квалификации поверителей

2.1. К проведению измерений по поверке и обработке результатов измерений допускаются лица, изучившие технические описания и инструкции по эксплуатации поверяемого анализатора и аппаратуры, используемой для поверки, и имеющие опыт поверки приборов.

Таблица I. I

## Перечень операций поверки АП-01

| НАИМЕНОВАНИЕ ОПЕРАЦИЙ                                     | Номер пункта методических указаний | Обязательность проведения операций   |   |
|---|------------------------------------|--------------------------------------|---|
|   |                                    | ПРИ:<br>выпуске из производ-<br>ства | выпуске после ремонта<br>и эксплуатации и хране-<br>ния |
| 1. Внешний осмотр   | 5.1                                | да                                   | да  |
| 2. Проверка комплектности анализатора                     | 5.2                                | да                                   | да  |
| 3. Проверка герметичности газовоздушного тракта           | 5.3                                | да                                   | да  |
| 4. Проверка объема пробы воздуха                          | 5.4                                | да                                   | да  |
| 5. Опробование анализатора                                | 5.5                                | да                                   | да  |
| 6. Определение метрологических характеристик анализатора  | 5.6                                |                                      |   |
| 6.1. Определение систематической составляющей погрешности | 5.6.1                              | да                                   | да  |
| 6.2. Определение случайной составляющей погрешности       | 5.6.2                              | да                                   | да  |

таблица 1.2

## Перечень средств измерений и вспомогательных устройств, применяемых при поверке АП-01

| Номер пункта методических<br>указаний | Наименование образцового средства измерений или вспомогательного<br>средства поверки; номер документа, регламентирующего технические<br>требования к средству; разряд по государственной поверочной схе-<br>ме и (или) метрологические и основные технические характеристики  |
|---------------------------------------|---|
| 5.3                                   | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Счетчик газовый барабанный (с жидкостным затвором) типа ГСБ-400<br/>ТУ 425-04-2261-75, класс точности 1.0; объем измерительной каме-<br/>ры 5 <math>\text{dm}^3</math></li> <li>2. Трубка медицинская силиконовая, тип – для переливания крови<br/>5 x 1.5; ТУ 381 06152-77</li> <li>3. Секундомер типа СІ-2а; ГОСТ 5072-79, емкость шкалы 60 сек.,<br/>класс точности 3.0</li> </ol> |
| 5.4                                   | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Жидкостный мановакуумметр на 600 мм вод.ст.; ГОСТ 9933-75</li> <li>2. Трубка медицинская силиконовая, тип – для переливания крови<br/>5 x 1.5; ТУ 381 06152-77</li> </ol>   |
| 5.6                                   | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Стандартные образцы массовой доли ртути (комплект РТ1-РТ4)<br/>ТУ 41-08-3589-87</li> <li>2. Устройство возгонки ртути УВ-1; ТУ 41-08-030-85</li> <li>3. Хромель-алюминиевая термопара, диапазон температур 100-1000°C</li> <li>4. Вольтметр цифровой В7-10</li> <li>5. Весы аналитические ВЛР-200</li> </ol>  |

Примечание: Образцовые и вспомогательные средства измерений  
должны иметь свидетельства о поверке установлен-  
ного образца

таблица I.3

Расчетная масса ртути, образующаяся при  
возгонке порошка CO

| Массовая доля ртути в порошке CO, % | $C_{CO}$ | $M_{CO}$ | Расчетная масса ртути в газовой смеси, мг |
|-------------------------------------|----------|----------|---|
| 3 . $10^{-6}$                       |          | 50       | $1.5 . 10^{-6}$                           |
| I . $10^{-5}$                       |          | 50       | $5.0 . 10^{-6}$                           |
| 3 . $10^{-5}$                       |          | 50       | $1.5 . 10^{-5}$                           |
| I . $10^{-4}$                       |          | 50       | $5.0 . 10^{-5}$                           |

Примечание: Масса ртути, образующаяся при возгонке порошка CO  
определяется по формуле:

$$C_{Hg} = \frac{C_{CO} \cdot M_{CO}}{100\%}$$

где  $C_{Hg}$  - масса ртути в газовой смеси, мг

$C_{CO}$  - массовая доля ртути в порошке CO, %

$M_{CO}$  - навеска порошка CO, взятая для возгонки, мг

### 3. Требования безопасности

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

1) к работам по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие обучение и проверку знаний по технике безопасности и эксплуатации оборудования, используемого при поверке;

2) градуировку и поверку анализатора АГП-01 производить в специальном шкафу, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией.

### 4. Условия поверки и подготовки к ней

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха,  $^{\circ}\text{C}$   $(20 \pm 5)$

относительная влажность воздуха, % от 30 до 60

атмосферное давление, гПа от 84 до 106

4.2. Поверка анализатора АГП-01 должна производиться в специальном помещении – лаборатории.

4.3. Лица, проводящие поверку, должны быть обеспечены спецодеждой – халатами.

4.4. Воздух в помещении (лаборатории), где проводится поверка, должен быть чистым, то есть не должен содержать пыли, паров щелочей, кислот и т.д.

4.5. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) помещение должно быть тщательно проветрено

2) оборудование, используемое при поверке, должно быть расположено таким образом, чтобы обеспечить удобство проведения измерений при поверке

4.6.1. Провести осмотр и очистку УВ-1 согласно п. 8.2 паспорта АХХ 2.983.000 ЛС.

4.6.2. Определить массу порции ртути СО, загружаемую в нагреватель. Для этого провести 5 взвешиваний массы СО, набираемой в нагреватель, и вычислить среднее значение массы одной навески  $\bar{M}$  по формуле:

$$\bar{M} = \frac{\sum M_i}{5}$$

где  $M_i$  единичное измерение массы навески.

Определить относительный размах  $R$  массы одной навески по формуле:

$$R = \frac{M_{\max} - M_{\min}}{\bar{M}} \cdot 100\%$$

где  $M_{\max}$  и  $M_{\min}$  максимальное и минимальное значение навески.

Значение  $R$  не должно превышать 10% для пяти измерений. Если значение размаха превышает указанное, определение  $\bar{M}$  следует повторить.

4.7. Определить рабочую температуру нагревателя дозатора, время выхода на режим устройства возгонки и время возгонки трути. Для этого подсоединить термопару к милливольтметру, поместить ее внутрь нагревателя устройства возгонки с набранной навеской СО и одновременно с пуском устройства возгонки включить секундомер. Контролируя изменение напряжения на милливольтметре, зафиксировать по секундомеру момент времени, когда напряжение на милливольтметре будет соответствовать температуре нагревателя равной  $(700 \pm 100)^\circ\text{C}$ . Температуру определять по градуировочному графику термопары. Не выключая секундомер отметить время, в течение которого рабочая температура остается в пределах, указанных выше.

4.7.1. Величина рабочей температуры должна превышать  $(700 \pm 100)^\circ\text{C}$ . Время выхода на режим устройства возгонки не более 10 секунд. Время возгонки ртути не более 40 секунд.

## 5. Проведение поверки

### 5.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие анализатора АГП-О1 следующим требованиям:

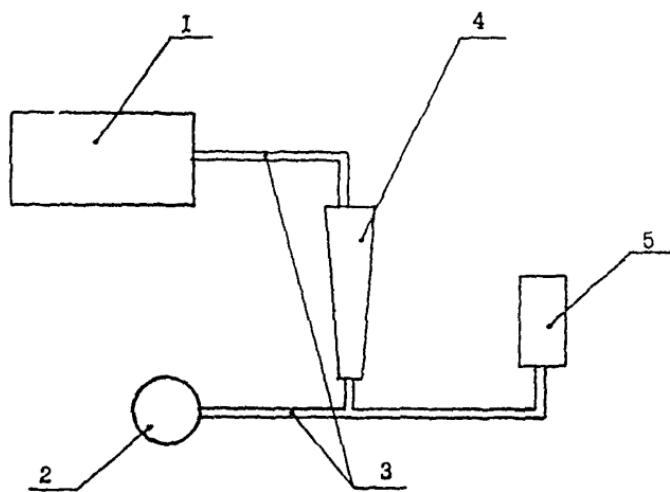
- 1) окраска корпуса анализатора должна быть равномерной без пропусков, подтеков и отслоений
- 2) на металлических частях должны отсутствовать трещины, вмятины, коррозии и др. дефекты
- 3) соединительные шланги не должны иметь повреждений
- 4) в период эксплуатации, при выпуске после ремонта к проведению поверки не допускаются приборы, имеющие дефекты по пунктам 2), 3), препятствующие эксплуатации прибора.

### 5.2. Проверка комплектности анализатора АГП-О1

При проведении проверки комплектности анализатора устанавливается соответствие его состава требованиям технической документации.

### 5.3. Проверка герметичности газово воздушного тракта

При проверке анализатора на герметичность производят подключение жидкостного манометра с зондом и блоком анализа и индикации в соответствии с нижеприведенным рис. I. В блоке анализа и индикации анализатора зажимом пережимают патрубок, соединяющий ротаметр с микронасосом. Создают разрежение в системе до  $(150 \pm 50)$  мм вод.ст. резиновой груши. При зажиме соединительного шланга между манометром и зондом включают секундомер. Наблюдают изменение разрежения через 5 мин. Результат проверки считать положительным, если изменение давления в системе не превышает 50 мм вод.ст.



- 1 - анализатор;  
2 - резиновая груша;  
3 - соединительные трубы;  
4 - воздухосборник;  
5 - мановакуумметр.

рис. I

#### 5.4. Проверка объема пробы воздуха

При проверке объема анализируемой пробы воздуха к входу блока анализа и индикации подключают газовый барабанный счетчик; типа ГСБ-400. Устанавливают переключатель ОБЪЕМ, расположенный на лицевой панели анализатора АПИ-01: последовательно в положения 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 л. При каждом из указанных положений производят пуск анализатора путем кратковременного нажатия кнопки ПУСК, одновременно с отпусканьем кнопки ПУСК включают секундомер. Снимают показания газосчетчика по истечении соответственно 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 мин.

Результат проверки считать положительным, если значения объема пробы воздуха, прошедшего через газосчетчик, будут соответствовать требованиям ТО и ИЭ.

#### 5.5. Опробование анализатора

При опробовании АПИ-01 устанавливается:

- 1) наличие и чистота фильтра Петрянова .
- 2) начальные показания
- 3) контрольное число анализатора

Результат опробования анализатора считать удовлетворительным, если установлена работоспособность средства измерения и соответствие его требованиям технического описания (ТО) и инструкции по эксплуатации (ИЭ).

#### 5.6. определение метрологических характеристик анализатора

При определении метрологических характеристик АПИ-01 используют стандартные образцы массовой доли ртути в комплексе с устройством для их возгонки. Подготовка к использованию устройства возгонки, а также само измерение массы ртути, содержащейся в газовой смеси, при возгонке СО производится согласно приложения I.

5.6.1. При определении систематической составляющей погрешности анализатора производят измерение массы ртути в газовой смеси при возгонке CO следующих числовых значений:  $3 \cdot 10^{-6}$ ;  $3 \cdot 10^{-5}$ ;  $1 \cdot 10^{-4}$ . Измерение проводят не менее 5 раз для каждой концентрации CO. Вычисляют систематическую составляющую погрешности ( $\tilde{\Delta}_{Cj}$ ) анализатора для каждого полученного  $i$ -го измерения составляющей концентрации CO по формуле:

$$\tilde{\Delta}_{Cj} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta_{ij} \quad (5.1)$$

$$\Delta_{ij} = \frac{A_{ij} - A_{nj}}{A_{nj}} \cdot 100\% \quad (5.2)$$

где  $\Delta_{ij}$  -  $i$ -я реализация погрешности анализатора для каждой концентрации CO

$A_{ij}$  - единичное показание анализатора, мг;

$n$  - число измерений для данной концентрации CO;

$j$  - числовое значение массовой доли ртути в CO, %  
 $30 \cdot 10^{-6}$ ;  $1 \cdot 10^{-5}$ ;  $3 \cdot 10^{-5}$ ;  $1 \cdot 10^{-4}$ ;

$A_{nj}$  - расчетная масса ртути в газовой смеси для каждого CO при его возгонке (в соответствии с табл. 1.3)

Результат поверки считать положительным, если оценка  $\tilde{\Delta}_{Cj}$  в каждой контролируемой точке диапазона измерений не превышает предела допускаемого значения систематической составляющей погрешности ( $\Delta_{CD}$ ), указанного в НТД на анализатор.

5.6.2. При определении случайной составляющей погрешности  $\sigma$  ( $\Delta_j$ ) анализатора используют результаты из-

мерений п.5.6.1. Оценку среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности проводят по формуле:

$$\sigma(\Delta) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_{nj} - \bar{A}_j)^2}{n}} \cdot 100\% \quad (5.3)$$

$$\text{де } \bar{A}_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n A_{ij}$$

Результат поверки считать положительным, если оценка в каждой контролируемой точке диапазона измерений анализатора не превышает предела допускаемого значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности  $\sigma(\Delta)$ , указанного в НТД на анализатор.

## 6. Оформление результата поверки

6.1. Результаты поверки анализатора вносят в протокол.

Рекомендуемая форма протокола дана в приложении 2.

6.2. При положительном результате поверки анализатор подвергают клеймению и в формуляр прибора АХЖ 2.840.000 Ф вносят заключение о государственной поверке.

6.3. Анализатор АП-01, не удовлетворяющий предъявляемым требованиям, к применению не допускают и на него выдают извещение о непригодности.

Форма извещения о непригодности дана в приложении 3

## Приложение I

## 1. Подготовка к работе

1.1. Произвести подготовку к работе устройства возгонки (УВ-1) в соответствии с требованиями паспорта АХЖ 2.983.000 ПС

1.2. Подготовить к измерению анализатор согласно инструкции по эксплуатации АХЖ 2.840.000 20, установив переключатель ОБЪЕМ в положение "1 л" и соединив с помощью шланга вход блока анализа и индикации с выходом устройства возгонки ртути.

1.3. Определить фон газовых трактов устройства возгонки и анализатора. Для этого произвести измерение массы ртути в воздухе, поступившей в анализатор из устройства возгонки, при отсутствии в последнем СО.

Измерения повторять до установления устойчивых минимальных начальных показаний анализатора.

Среднее значение результатов измерений не должно превышать  $5 \cdot 10^{-6}$  мг.

## 2. Порядок работы

2.1. Определение метрологических характеристик анализатора АГП-01 с использованием устройства возгонки и СО производить после установления фона газовых трактов устройства возгонки и анализатора.

2.2. Для измерения массы ртути в порошке СО необходимо набрать порцию СО с заданной массовой долей ртути в нагреватель (дозатор) устройства возгонки. Установить переключатель ОБЪЕМ анализатора в положение "1 л". Произвести пуск устройства возгонки и одновременно, кратковременным нажатием кнопки ПУСК анализатора, произвести измерение массовой доли ртути в газовой смеси, поступившей в анализатор из устройства возгонки.

2.3. По окончании измерения необходимо очистить нагреватель (дозатор) от оставшегося порошка.

2.4. Измерение массы ртути необходимо начинать с порошка СО, имеющего наименьшее значение массовой доли ртути.

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование \_\_\_\_\_  
 (проверяемого СИ)

Заводской № \_\_\_\_\_

Изготовленного \_\_\_\_\_  
 (наименование предприятия-изготовителя)

Принадлежащего \_\_\_\_\_  
 (наименование предприятия)

## РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Внешний вид \_\_\_\_\_  
 (удовлетворительный, неудовлетворительный)
2. Комплектность прибора \_\_\_\_\_  
 (соответствует, не соответствует)  
 требованиям технического описания и инструкции по эксплуатации
3. Герметичность системы \_\_\_\_\_  
 (удовлетворительная, неудовлетворительная)  
 изменение давления составляет \_\_\_\_\_ мм вод.ст.
4. Опробование анализатора
- 4.1. Фильтр Петранова \_\_\_\_\_  
 (чистый, грязный)
- 4.2. Начальные показания \_\_\_\_\_  
 (соответствуют, не соответствуют)
- 4.3. Контрольное число \_\_\_\_\_  
 (соответствует, не соответствует)  
 требованиям ТО и ИЭ анализатора
5. Объем пробы воздуха \_\_\_\_\_  
 (соответствует, не соответствует)  
 требованиям ТО. Результаты измерений представлены в табл.П.4.1

## Таблица П.4.2

## Определение метрологических характеристик анализатора АП-01

зав. № \_\_\_\_\_

| Массовая доля<br>ртути в CO, % | Показания анализатора АП-01, мг |                |                |                |                | Среднее значен.<br>измерений<br>A | Расчетная масса<br>ртути при воз-<br>гонке CO, мг |
|--------------------------------|---------------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------------------------|---|
|                                | A <sub>1</sub>                  | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> |                                   |   |
|                                |                                 |                |                |                |                |                                   |   |

Исполнители

Ф.И.О.

Должность

Подпись

## Определение объема пробы воздуха анализатора АПИ-01

зав. № \_\_\_\_\_

| Положение переключателя<br>ОБЪЕМ, л | Показания газосчетчика,<br>л/мин |     |     |      |
|-------------------------------------|----------------------------------|-----|-----|------|
|                                     | 0.5                              | 1.0 | 5.0 | 10.0 |
| 0.5                                 |                                  |     |     |      |
| 1.0                                 |                                  |     |     |      |
| 5.0                                 |                                  |     |     |      |
| 10.0                                |                                  |     |     |      |

Исполнители

Ф.И.О.

Должность

6. Определение метрологических характеристик анализатора  
Результаты определения метрологических характеристик  
представлены в табл.П.4.2 и П.4.3

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

Анализатор АП-01 \_\_\_\_\_  
(соответствует, не соответствует)

предъявляемым требованиям ТО и ИЭ.

Прибор \_\_\_\_\_ к эксплуатации  
(годен, не годен)

Срок годности установлен до \_\_\_\_\_

Подпись поверителя

Дата

Таблица П.4.3

Определение метрологических характеристик анализатора АП-01, зав № -----

| Массовая доля ртути<br>в $\omega$ , % | Систематическая составляющая погрешности | Случайная составляющая погрешности |
|---------------------------------------|--|------------------------------------|
| -----                                 | -----                                    | -----                              |

## Приложение 3

учреждение

лаборатория, отдел, группа

## ИЗВЕЩЕНИЕ № \_\_\_\_\_

о непригодности средства измерения к дальнейшей эксплуатации

"\_\_\_" 19 г.

Представленное в поверку средство измерения \_\_\_\_\_  
наименование,\_\_\_\_\_ зав. № \_\_\_\_\_  
типпринадлежащее \_\_\_\_\_  
название предприятияпроверено и признано непригодным к эксплуатации \_\_\_\_\_  
причина

непригодности

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Начальник лаборатории

М.П.

Поверитель