

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»




ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

АНАЛИЗАТОРЫ РТУТИ “SIR GALAHAD II” PSA 10.525

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-243-03-2018

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ А.И. Крылов

Руководитель лаборатории
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ И.Б. Максакова

Санкт-Петербург

2018

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	4
3	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
4	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	5
5	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
6	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	6
6.1	Внешний осмотр.....	6
6.2	Проверка соответствия программного обеспечения	6
6.3	Опробование	6
6.4	Определение относительного СКО выходного сигнала и относительной погрешности анализатора	6
7	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное) Форма протокола поверки	11

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ртути “SIR GALAHAD II” PSA 10.525 (далее - анализаторы), и устанавливает методы их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Примечание — Допускается проведение периодической поверки по письменному обращению заявителя только для конкретного объекта анализ (газовая или жидкая среда).

Интервал между поверками - 1 год.

Примечание — При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Содержание и последовательность выполнения работ по поверке анализаторов должны соответствовать пунктам таблицы 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики
Внешний осмотр	6.1
Проверка соответствия программного обеспечения	6.2
Опробование	6.3
Определение СКО выходного сигнала анализатора	6.4
Определение относительной погрешности и диапазона измерений	6.4

При получении отрицательных результатов по одному из пунктов поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться эталоны, СИ, вспомогательные устройства, реактивы и материалы, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение документа, регламентирующего технические требования и/или метрологические и основные технические характеристики средства поверки
4.1	<p>Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0-50)°С, цена деления 0,5 °С</p> <p>Психрометр аспирационный М-34-М, ТУ 52.07(ГРПИ 405.132.001)-92, диапазон измерений относительной влажности 10 - 100 %</p> <p>Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79</p>
6.4	<p>Рабочий эталон 1-го разряда по ГОСТ 8.578-2008 - генератор термодиффузионный ТДГ-01, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (далее ФИФ) 19454-05, с источником микропотока ртути (ИМ-Hg), регистрационный номер в ФИФ 60554-15;</p> <p>или</p> <p>Генератор газовых смесей ГГС, регистрационный номер в ФИФ 45189-10 в комплекте с источником микропотока паров ртути 1-го разряда ИМ-Hg, регистрационный номер в ФИФ 60554-15;</p> <p>или</p> <p>Генератор паров ртути ГПР-2, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 10\%$, регистрационный номер в ФИФ 20695-00;</p> <p>государственный стандартный образец состава раствора ионов ртути ГСО 7263-96 (1 мг/см³), погрешность аттестованного значения $\pm 1\%$</p> <p>или</p> <p>SRM 3133 Mercury (Hg) Standarts Solution, NIST, Lot № 061204</p> <p>Вентиль тонкой регулировки расход газа, например, натекатель Н-12 по ТУ 3742-004-533-73-468-2006;</p> <p>Трубки из фторопласта-4Д длиной от 0,2 до 5,0 м с внутренним диаметром от 2 до 4 мм по ГОСТ 22056;</p> <p>Трубки силиконовые медицинские внутренний диаметр 4 мм – 1м, 10 мм – 0,4 м по ТУ 6-01-1196-79.</p> <p>Зажим для эластичных трубок. ТУ 64-1-2201-76.;</p> <p>Азот с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ГОСТ 9293 или очищенный воздух или</p> <p>Аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157</p> <p>Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 2, 5 см³ по ГОСТ 29227-91</p> <p>Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770-74</p> <p>Весы лабораторные общего назначения среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 или 210 г и ценой деления 0,01, любой марки</p> <p>Мерный цилиндр вместимостью 100 см³ ГОСТ 1770-74</p> <p>Колбы конические термостойкие вместимостью 200 или 250 и 1000 см³</p>

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение документа, регламентирующего технические требования и/или метрологические и основные технические характеристики средства поверки
	по ГОСТ 25336-82 Хлорид олова 2-х водный, ч.д.а. или х.ч. по ТУ 6-09-5384-88 Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72 Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204-77 Азотная кислота, х.ч. по ГОСТ 4461-77 или ос.ч. по ГОСТ 11125-84

2.2 Все применяемые эталоны, средства измерений должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке. Средства измерений могут быть заменены аналогичными, обеспечивающими требуемую точность и пределы измерений, вспомогательное оборудование и материалы – обладающими аналогичными или лучшими техническими характеристиками, химические реактивы - реактивами аналогичной или более высокой квалификации, выпущенными по иным нормативным документам.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки анализаторов необходимо соблюдать требования безопасности при работе в химической лаборатории, а также требования следующих документов:

«Санитарные правила при работе со ртутью и ее соединениями и приборами с ртутным заполнением»: № 4607-88 от 04.04.88;

«Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные приказом Минтруда России от 24 июля 2013 года N 328н в редакции, действующей на момент применения настоящей методики.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 Все операции по поверке монитора должны проводиться в условиях, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование влияющей физической величины	Номинальное значение	Допускаемое отклонение
Температура окружающего воздуха, °С	20	±5
Относительная влажность воздуха, %	не более 80	
Атмосферное давление, кПа	101,3	±4

4.2 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005-88, а паров ртути - не должно превышать 10 нг/м^3 .

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки необходимо изучить Руководство по эксплуатации (РЭ) анализатора и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности.

5.2 Подготавливают анализатор согласно РЭ и средства поверки, перечисленные в разделе 2.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

Устанавливают отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса анализатора, могущих влиять на его метрологические характеристики.

6.2 Проверка соответствия программного обеспечения

6.2.1 Включают анализатор в соответствии с РЭ на ПО. На дисплее анализатора появляется заставка, на которой выводится название модели анализатора и версии программного обеспечения.

6.2.2 Результат проверки считают положительным, если номер версии программного обеспечения соответствует значениям, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений, или выше.

6.3 Опробование

При опробовании проверяют соответствие функционирования анализатора и его программного обеспечения требованиям документации формы изготовителя.

Опробование анализатора проводится в соответствии РЭ.

Анализатор считается выдержавшим опробование, если измеренные значения параметров отображаются на дисплее с пределами нормированных значений управляющие элементы (дисплей, клавиши установки/переключения) работают исправно.

6.4 Определение относительного СКО выходного сигнала, диапазона измерений и относительной погрешности анализаторов для газовых и жидких сред

6.4.1 Определение относительного СКО выходного сигнала, диапазона измерений и относительной погрешности анализаторов для газовых сред

Перед проведением поверки необходимо изучить руководство по эксплуатации анализатора.

Определение относительного СКО выходного сигнала и относительной погреш-

ности анализаторов проводят по генератору паров ртути ГПР-2 или источнику микропотока паров ИМ-Нг в комплексе с термодиффузионным генератором с использованием в качестве носителя азота, аргона или очищенного воздуха. Производительность источников микропотоков и расход газа-носителя (в диапазоне от 2 до 10 дм³/мин) выбирают таким образом, чтобы охватить весь диапазон измерений.

Подготавливают к работе генератор паров ртути ГПР-2 или источники микропотоков и генератор газовых смесей согласно РЭ и выдерживают до момента стабилизации значений массовой концентрации ртути в получаемой парогазовой смеси (далее - ПГС) в течение времени, указанного в эксплуатационной документации на источники микропотоков.

Каждую ПГС (не менее 5 разных концентраций) подают на вход измерительного блока анализатора и регистрируют $n = 5$ раз значение выходного сигнала анализатора (массы или массовой концентрации ртути) в соответствии с РЭ на ПО анализатора.

Вычисляют среднее арифметическое полученных значений D_{cp} , нг/м³ и относительное среднеквадратическое отклонение S_r .

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (D_{cp} - D_i)^2}{4}} \cdot \frac{100}{D_{cp}} \% \quad (1)$$

где: D_{cp} - среднее значение выходного сигнала, вычисляемое по формуле 2;

D_i – выходной сигнал i -го измерения;

$n = 5$ (число измерений).

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^5 D_i}{5} \quad (2)$$

Результаты считают положительными, если относительное СКО выходного сигнала анализатора не превышает 5 %.

Рассчитывают действительное значение массовой концентрации паров ртути, $C_{Hg,д}$, нг/м³

$$C_{Hg,д} = \frac{П}{Q \cdot 10^{-3}}, \quad (3)$$

где $П$ - производительность ИМ-Нг, нг/мин;

Q – расход газа-носителя, дм³/мин;

10^{-3} - коэффициент согласования размерности единиц объема.

Для каждого измерения (i - номер измерения), проведенного с определенной ПГС, вычисляют относительное отклонение (δ_i , %) измеренного значения $C_{Hg,i}$, нг/м³ от действительного:

$$\delta_i = \frac{C_{Hg,i} - C_{Hg,d}}{C_{Hg,d}} \cdot 100, \quad (4)$$

За относительную погрешность измерений (δ , %) для данной ПГС принимают наибольшее по абсолютной величине значение δ_i .

Результаты определения метрологических характеристик считаются положительными, если в каждой точке поверки $|\delta_i|$ относительная погрешность не превышает 20 %.

6.4.2 Определение относительного СКО выходного сигнала, диапазона измерений и относительной погрешности анализаторов для жидких сред

Перед проведением поверки необходимо изучить руководство по эксплуатации анализатора, руководство по эксплуатации приставки PSA10.225 и подготовить средства поверки, включая вспомогательные и градуировочные растворы.

Для приготовления поверочных растворов должен быть выделен специальный комплект чистой мерной химической посуды, причем каждая мерная колба должна использоваться исключительно для приготовления растворов одной и той же концентрации. Мерные колбы и пробки должны иметь соответствующую маркировку и храниться в закрытом виде в свободном от следов ртути месте отдельно от остальной химической посуды.

6.4.2.1 Приготовление раствора разбавления

50 см³ концентрированной азотной кислоты растворить в небольшом объеме дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 1000 см³, затем довести дистиллированной водой до 1000 см³ и перемешать. Раствор следует хранить в стеклянном сосуде из темного стекла с притертой пробкой или закручивающейся крышкой. Срок хранения – 3 мес.

6.4.2.2 Приготовление восстановительного раствора (раствор дихлорида олова концентрации 100 г/дм³)

В термостойкую колбу вместимостью 200 (250) см³ с нанесенной отметкой 200 см³ поместить 100 см³ дистиллированной воды, осторожно добавить 30 см³ концентрированной серной кислоты, после охлаждения раствора внести 20 г дихлорида олова. Нагреть на плитке до полного растворения дихлорида олова и после охлаждения разбавить дистиллированной водой до 200 см³. Срок хранения в холодильнике – 14 дней.

6.4.2.3 Приготовление поверочных растворов

Для приготовления поверочных растворов используются государственные стандартные образцы состава раствора ионов ртути массовой концентрации ртути $C_1 = 1,00$ г/дм³

Приготовление раствора ртути с массовой концентрацией $C_2 = 10000$ мкг/дм³

Вскрыть ампулу со стандартным образцом. При помощи градуированной пипетки отобрать 2 см³ раствора массовой концентрации ртути 1,00 г/дм³, перенести в мерную колбу вместимостью 200 см³, в которую предварительно внести 50 см³ раствора разбавления. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Срок хранения раствора в холодильнике – 6 мес.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации $C_3 = 1000$ мкг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ поместить 50 см³ раствора разбавления. Отобрать 10 см³ раствора ртути массовой концентрации 10000 мкг/дм³ и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Срок хранения раствора в холодильнике – 2 мес.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации $C_3 = 100$ мкг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ поместить 50 см³ раствора разбавления. Отобрать 1 см³ раствора ртути массовой концентрации 10000 мкг/дм³ и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Раствор использовать свежеприготовленным.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации $C_4 = 10$ мкг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ поместить 50 см³ раствора разбавления. Отобрать 10 см³ раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм³ и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Раствор использовать свежеприготовленным.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации $C_5 = 1,0$ мкг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ поместить 50 см³ раствора разбавления. Отобрать 1,0 см³ раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм³ и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Раствор использовать свежеприготовленным.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации $C_6 = 0,1$ мкг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ поместить 50 см³ раствора разбавления. Отобрать 10,0 см³ раствора ртути массовой концентрации 1,0 мкг/дм³ и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Раствор использовать свежеприготовленным.

6.4.2.4 Проведение измерений

Провести измерения согласно РЭ.

Каждый поверочный раствор (концентрациями: 0,1; 1,0; 10,0; 100; 1000; 10000 мкг/дм³) подают на вход измерительного блока приставки анализатора и регистрируют $n = 5$ раз значение выходного сигнала анализатора в соответствии с РЭ.

Вычисляют среднее арифметическое выходных сигналов $D_{ср}$, нг/м³ и относи-

тельное среднеквадратическое отклонение S_r .

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (D_{cp} - D_i)^2}{4}} \cdot \frac{100}{D_{cp}} \% \quad (5)$$

где: D_{cp} - среднее значение выходного сигнала, вычисляемое по формуле 2;

D_i – выходной сигнал i -го измерения;

$n = 5$ (число измерений).

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^5 D_i}{5} \quad (6)$$

Результаты считают положительными, если относительное СКО выходного сигнала анализатора не превышает 5 %.

Для каждого измерения (i - номер измерения), проведенного для поверочного раствора с определенной массовой концентрацией согласно п. 6.4.2.3, вычисляют относительное отклонение (δ_i , %) измеренного значения $C_{Hg,i}$, мкг/дм³ от действительного:

$$\delta_i = \frac{C_{Hg,i} - C_{Hg,д}}{C_{Hg,д}} \cdot 100, \quad (7)$$

За относительную погрешность измерений (δ , %) для i -того поверочного раствора принимают наибольшее по абсолютной величине значение δ_i .

Результаты определения метрологических характеристик считаются положительными, если в каждой точке поверки $|\delta_i|$ относительная погрешность не превышает 20 %.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты, полученные при первичной или периодической поверке анализатора, заносят в протокол (Приложение А).

7.2 На анализаторы, признанные годными по результатам первичной (периодической) поверки, выдают Свидетельство о поверке по форме, установленной приказом Госстандарта России от 2 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

7.3 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, к применению не допускаются, и на них выдается Извещение о непригодности установленного образца.

7.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (во избежание повреждения знака поверки).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Средство измерений - Анализатор ртути "SIR GALAHAD II" PSA 10.525

Приставка _____

Зав. номер _____

Дата поверки _____

Место проведения поверки _____

Условия поверки:

температура окружающей среды, °С _____

атмосферное давление, кПа _____

относительная влажность, % _____

Средства поверки: _____

Методика поверки: _____

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования _____

3. Результаты проверки соответствия программного обеспечения

Наименование и версия ПО _____

4. Результаты определения метрологических характеристик

Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала

№ изм.	Проверяемый параметр	Допускаемое значение, %	Значение, полученное при поверке
	Среднее квадратическое отклонение выходного сигнала	5	
.....			

Определение диапазона измерений и относительной погрешности (для анализа газовых сред)

Наименование метрологической характеристики	Действительное значение массовой концентрации ртути, (по паспорту на ИМ-Hg), или по паспорту ГПР-2, нг/м ³	Значение, полученное при поверке, нг/м ³	Относительная погрешность измерений, %	Допускаемое значение, %
Относительная погрешность				±20
				±20
				±20

Определение диапазона измерений и относительной погрешности (для анализа жидких сред)

Наименование метрологической характеристики	Действительное значение массовой концентрации ртути в поверочном растворе, мкг/дм ³	Значение, полученное при поверке, мкг/дм ³	Относительная погрешность измерений, %	Допускаемое значение, %
Относительная погрешность				±20
				±20
				±20

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверитель: _____