

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ВНИИР  
по научной работе

*М.С. Немиров*  
М.С. Немиров

21.08.89

1989 г.

АНАЛИЗАТОР РТУТИ

"ЮЛИЯ-2"

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Д7Р252 Д60

Инв. № подл.	Подпись и дата
Взам. инв. №	Изм. № дубл.
Изм. № дубл.	Подпись и дата

РАЗРАБОТАНА И УТВЕРЖДЕНА

Всесоюзным научно-исследовательским институтом расходо-  
метрии, г.Казань, 1989г.

Имя, № подл.	Подпись и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата

Настоящая методика поверки распространяется на анализатор ртути "Юлия-2", предназначенный для измерения массовой концентрации ртути в водных растворах и устанавливает методику первичной и периодических поверок при выпуске из производства, эксплуатации, ремонте и хранении. Анализатор подлежит государственной поверке.

Межповерочный интервал I год.

**I. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ**

I.1. Внешний осмотр и опробование по п.6.I методики

I.2. Определение относительной погрешности анализатора по п.6.2 методики.

**2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ**

2.1. Государственный стандартный образец состава водного раствора ртути ГСО-РР (3497-86) с массовой концентрацией ртути 1,00 мг/см<sup>3</sup> с относительной погрешностью указанной массовой концентрации 1,0 %

2.2. Пипетки 4-2-1, 4-2-2, 4-2-10, 4-2-50, 5-2-2, 6-2-25, 7-2-5, 7-2-10 ГОСТ 20292-74

2.3. Колбы 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 ГОСТ 1770-74

2.4. Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4, 4Б-2, предел измерения 0-55°С, ГОСТ 215-73

2.5. Гири граммовые 2-го класса точности, набор Г-2-210, ГОСТ 7328-82

2.6. Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72

2.7. Азотная кислота, конц., х.ч., ГОСТ 4461-77

Д7Р252 Д60

Перв. примен.

Справ. №

Подпись и дата

Инв. № дубл.

Взамен инв. №

Подпись и дата

Инв. № подл.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата				
Разраб.					Анализатор ртути "Юлия-2" Методика поверки.	Лит.	Лист	Листов
Прев.						01	3	13
Н. контр.								
Утвер.								

2.8. Бихромат калия, х.ч., ГОСТ 4220-75

2.9. Хлорид олова, ч.д.а., ГОСТ 36-78

2.10. Соляная кислота, конц., х.ч., ГОСТ 3118-77

2.11. Перманганат калия, ч.д.а., ГОСТ 20490-75

Примечание: 1. Допускается применение других средств измерений (мер) с аналогичными метрологическими характеристиками.

2. При поставке анализатора без измерительного блока допускается использование в качестве измерителя иономера ЭВ-74 ТУ 25-05.2147-78

2.12. Все применяемые средства поверки должны иметь действующие свидетельства об аттестации или поверке, стеклянные меры вместимости должны быть поверены в органах Госстандарта.

Имя № подл.	Подпись и дата	Взам. инв. №	Инд. № дубл.	Подпись и дата

### 3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1. К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- 1) знающие основы спектрального анализа и оптических измерений;
- 2) имеющие опыт работы со спектрофотометрическими средствами измерений;
- 3) изучившие техническое описание, инструкцию по эксплуатации и методику поверки поверяемого анализатора;
- 4) обученные в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже I, согласно "Правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором 21.12.84.

### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

корпуса блоков анализатора и используемых средств измерения должны быть заземлены;

необходимо следить, чтобы поток ультрафиолетового излучения лампы анализатора не попадал в глаза;

к выполнению работ по приготовлению реактивов должны допускаться только лица, проинструктированные о мерах предосторожности при работе с конкретными вредными веществами и их соединениями;

помещение, в котором производится поверка, должно иметь вытяжную вентиляцию;

содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-76.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

Д7P252 Д60

### 5. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

5.1. Подготовку анализатора к поверке осуществлять в соответствии с разделом 8 паспорта Д7Р252 ПС

5.2. При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия измерений, приведенные в табл. I

Таблица I

Влияющий фактор		
наименование	номинальное значение	пределы нормальной области
Температура окружающего воздуха, К (°С)	293(20)	от 288 до 298 (от 15 до 25)
Относительная влажность воздуха, %	60	от 30 до 80
Атмосферное давление, мм.рт.ст. (кПа)	760(101,3)	от 630 до 800 (от 84 до 106)
Питание;		
сеть переменного тока напряжением, В	220	от 216 до 224
частотой, Гц	50	от 49 до 51

### 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 6.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

на наружных поверхностях анализатора не должно быть дефектов, влияющих на его работу;

соединительные кабели должны быть исправными;

надписи на панелях анализатора должны быть четкими и соответствовать паспорту;

Имя, № подл.	Подпись и дата
Взам. инв. №	Исп. № дубл.
Подпись и дата	

органы управления должны действовать плавно и обеспечивать надежность фиксации.

Анализаторы, имеющие дефекты, подлежат ремонту

6.2.Опробование

Опробование работы анализатора производится для оценки его исправности в последовательности, соответствующей разделу 8 паспорта. Во время опробования необходимо проверить действие всех органов управления, регулирования и настройки

6.3.Определение относительной погрешности измерения анализатора

6.3.1.Подготовить анализатор к работе

6.3.2.Приготовить поверочные растворы ртути с массовыми концентрациями 0,0015, 0,003 и 0,005 мкг/см<sup>3</sup> для первого поддиапазона и 0,005, 0,01, 0,015 мкг/см<sup>3</sup> для второго поддиапазона согласно приложению I.

6.3.3.В соответствии с разделом 9 паспорта Д7Р252 ПС провести три измерения  $J_{0i}$  для холостого опыта (раствор для разбавления) и определить среднее арифметическое результата измерения для холостого опыта

6.3.4.В соответствии с разделом 9 паспорта Д7Р252 ПС выполнить по три измерения  $J_{ij}$  для каждого из растворов, указанных в п.6.3.2 методики, при этом для первого поддиапазона измерения проводить для растворов с массовой концентрацией 0,0015, 0,003 и 0,005 мкг/см<sup>3</sup>, для второго поддиапазона измерения проводить для растворов с массовой концентрацией 0,005, 0,01 и 0,015 мкг/см<sup>3</sup>

6.3.5.Определить действительный результат каждого измерения поглощения  $T_{ijg}$  в относительных единицах шкалы для указанных поверочных растворов с учетом результата измерения для холостого опыта по формуле:

Исп. № подл.	Подпись и дата
Взам. инв. №	Исп. № дубл.
Подпись и дата	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата	Д7Р252 Д60	Лист
						7

$$T_{ijg} = \bar{J}_0 - J_{ij} ;$$

где  $J_{ij}$  - результат  $i$ -го измерения для  $j$ -го поверочного раствора в относительных единицах;  
 $\bar{J}_0$  - среднее арифметическое результата измерения для холостого опыта в относительных единицах.

6.3.6. Для каждого из результатов измерения  $T_{ijg}$  найти по градуировочному графику  $T=f(C)$  значение массовой концентрации ртути  $C_{ij}$ .

6.3.7. Относительную погрешность анализатора определять по каждому из трех измерений для каждого из поверочных растворов по формуле:

$$S_{ij} = \frac{C_{ij} - C_{п.р. j}}{C_{п.р. j}} \cdot 100 \% ;$$

где  $C_{ij}$  - значение концентрации при  $i$ -ом измерений для  $j$ -го поверочного раствора (найденное по градуировочному графику), мкг/см<sup>3</sup>

$C_{п.р. j}$  - значение концентрации в  $j$ -ом поверочном растворе, мкг/см<sup>3</sup>

6.3.8. Анализатор считается выдержавшим испытание, если максимальная погрешность анализатора при любом из трех измерений для каждого из поверочных растворов не будет превышать предела допускаемого значения относительной погрешности, равного  $\pm 20 \%$

### 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки вносят в протокол, рекомендуемая форма которого приведена в приложении 2

7.2. При положительных результатах Государственной поверки анализатор подвергнуть клеймению на задней панели и в паспорт Д7Р252 ПС внести отметку с нанесением оттиска поверительного клейма, удостоверенного подписью поверителя

7.3. В случае отрицательных результатов поверки необходимо

Мин. № повер.	Подпись и дата
Взам. инв. №	Интв. № дубл.
Подпись и дата	



выдать извещение о непригодности и изъятии из обращения и эксплуатации поверяемых анализаторов, не подлежащих ремонту, или о проведении повторной поверки после ремонта.

Инв. № подл.	Подпись и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата
Д7Р252 Д60				Лист
				9

## ПРИЛОЖЕНИЕ I

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ  
ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ

1. Все растворы готовить при температуре  $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ . После разбавления растворы тщательно перемешивать.

2. Первый поверочный раствор (I) с массовой концентрацией ртути  $0,1 \text{ мг/см}^3$  готовят из раствора ГСО 3497-86, находящегося в ампуле вместимостью  $6 \text{ см}^3$ . Вскрывают одну ампулу, отбирают сухой пипеткой  $5 \text{ см}^3$  раствора в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$  и доводят до метки раствором для разбавления. Оставшийся ГСО раствор в ампуле хранению не подлежит. Поверочный раствор хранят в стеклянной емкости с притертой пробкой. Устойчив в течение трех месяцев

3. Второй поверочный раствор (II) с массовой концентрацией ртути  $1 \text{ мкг/см}^3$  готовят из первого поверочного раствора,  $10 \text{ см}^3$  которого наливают в колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и затем доводят до метки раствором для разбавления.

4. Третий поверочный раствор (III) с массовой концентрацией ртути  $0,0015 \text{ мкг/см}^3$  готовят из второго поверочного раствора,  $1,5 \text{ см}^3$  которого наливают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и затем доводят до метки раствором для разбавления

5. Четвертый поверочный раствор (IV) с массовой концентрацией ртути  $0,003 \text{ мкг/см}^3$  готовят из второго поверочного раствора,  $3 \text{ см}^3$  которого наливают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и доводят затем до метки раствором для разбавления

6. Пятый поверочный раствор (V) с массовой концентрацией ртути  $0,005 \text{ мкг/см}^3$  готовят из второго поверочного раствора,  $5 \text{ см}^3$  которого наливают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и затем доводят до метки раствором для разбавления

7. Шестой поверочный раствор (VI) с массовой концентрацией

Метр. № подл.	Подпись и дата
	Изм. № дубл.
	Взам. инв. №
	Подпись и дата
	Изм. № подл.
	Подпись и дата

27/252 160

Лист  
10

ртути 0,01 мкг/см<sup>3</sup> готовят из второго поверочного раствора, 10 см<sup>3</sup> которого наливают в колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и затем доводят до метки раствором до разбавления

8. Седьмой поверочный раствор (УП) с массовой концентрацией ртути 0,015 мкг/см<sup>3</sup> готовят из второго поверочного раствора, 15 см<sup>3</sup> которого наливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят затем до метки раствором для разбавления.

9. Раствор для разбавления поверочных растворов готовят, наливая в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> 50 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора бихромата калия с массовой концентрацией 40 г/дм<sup>3</sup> и затем доводят в колбе до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в день применения

10. Для приготовления раствора хлорида олова 1,5 г хлорида олова растворяют в 3-5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 25 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и затем доводят до метки в колбе дистиллированной водой. Раствор продувают микрокомпрессором на анализаторе ртути "Юлия-2" до отрицательной реакции на ртуть по существующей методике.

Имя, № подл.	Подпись и дата
Взам. инв. №	Иин. № дубл.
Подпись и дата	Подпись и дата

№ п/п	Лист	№ докум.	Подпись	Дата	Д7Р252 Д60	Лист
						II

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Рекомендуемое

ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_

Государственной поверки анализатора ртути типа "Юлия-2", заводской № \_\_\_\_\_, изготовленного (отремонтированного) \_\_\_\_\_, принадлежащего \_\_\_\_\_

Средства поверки:

1. ГСО РР 3497-86

2. Пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 20292-74

3. Колбы наливные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74

Условия поверки:

\_\_\_\_\_ °С, влажность \_\_\_\_\_ %, давление \_\_\_\_\_ мм.рт.ст.

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр - годен (брак)

2. Опробование - годен (брак)

3. Определение относительной погрешности

Значение концентрации в поверочном растворе, мкг/см <sup>3</sup>	Измеренное значение концентрации, мкг/см <sup>3</sup>			Относительная погрешность измерения, %		
	I измерение	II измерение	III измерение	I измер.	II измер.	III измер.
0,0015						
0,003						
0,005						
0,01						
0,015						

Максимальная погрешность \_\_\_\_\_ %

Допускаемая погрешность \_\_\_\_\_ %

Анализатор признан годным (непригодным) к применению \_\_\_\_\_

(указать причины)

Поверил \_\_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 19 \_\_\_\_ г.

Подпись и дата

Изм. № дубл.

Взам. инв. №

Подпись и дата

Изм. № подл.

# Лист регистрации изменений

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докум.	№ докум.	Входящий № сопроводительного докум. и дата	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	аннулированных					

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата	Взам. инв. №	Инд. № дубл.	Подпись и дата

Д7Р252 Д60

Лист

13