

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»

Н.П. Муравская
«21» марта 2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
**Источники газортутные термодиффузионные
ТИГР-1**

Методика поверки
МП 028.Д4-17

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода
«21» марта 2017 г.

Москва
2017 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на источники газортутные термодиффузионные ТИГР-1 (далее по тексту – источники газортутные), предназначенные для воспроизведения единицы массовой концентрации ртути при получении газо-ртутной смеси и применяется при поверке и калибровке анализаторов ртути, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Наименование операций поверки

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность выполнения операции	
			При первичной поверке	При периодической поверке
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона и расчет относительной погрешности воспроизведения массовой концентрации ртути в газо-ртутной смеси	8.4.1	Да	Да
		8.4.2	Да	Нет
6	Определение стабильности воспроизведения массовой концентрации ртути при непрерывной работе источника газортутного в течение 8 часов			

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.2; 8.4.1 – 8.4.2	Счетчик барабанный с жидким затвором РГ7000	Расход газа: от 0,005 до 0,750 м ³ /час Предел допускаемого значения

	(регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 11229-88)	относительной погрешности расхода газа 1 % Потеря давления в счетчике при максимальном расходе газа не более 118 Па Отклонение потери давления в счетчике при максимальном расходе не более 49 Па Максимальное рабочее избыточное давление газа 5890 Па
	Секундомер механический СОПр (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 11519-11)	Ёмкость секундной шкалы 60 с; цена деления секундной шкалы 0,2 с; предел допускаемой погрешности показаний $\pm 5,4$ с
	Комплекс универсальный ртуте-метрический УКР-1МЦ (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 13455-12)	Диапазон измерения массовой концентрации ртути в воздухе от 0,00001 до 0,05 мг/м ³ Расширенная неопределенность измерений массовой концентрации ртути $\pm 5\%$
8.4.1 – 8.4.2	Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов ртути (ГСО 8004-93)	Аттестованное значение массовой концентрации ионов ртути 1 мг/см ³ границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95 - 1 \%$
7.2	Вспомогательное оборудование: Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299-78	

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых источников газортутных с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации источников газортутных, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда и эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

5.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования руководства по эксплуатации источников газортутных.

5.4 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6 Условия проведения поверки

6.1 Все этапы поверки, за исключением особо оговоренных, проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С от 20 до 30;
- относительная влажность воздуха, %, не выше 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим. В помещении не должно быть кислотных, щелочных и других газов, способных вызвать значительную коррозию металлов, а также газообразных органических растворителей (особенно бензина и разбавителя), способных вызвать коррозию краски.

6.3 Рядом с прибором не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры воздуха в течение поверки – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Подключить источник газортутный к сети переменного тока через адаптер питания, входящий в комплект поставки.

7.2 Убедитесь в чистоте диффузионной камеры и соединительной трубки. В случае загрязнения промойте камеру и соединительную трубку техническим этиловым спиртом.

7.3 Удалить крышку с капсулы. Плотно соединить смесительную камеру с капсулой таким образом, чтобы верхняя часть капсулы находилась на одном уровне с образующей большего диаметра отверстия смесительной камеры.

7.4 Время установки режима термостатирования для выбранной точки для первого включения составляет не менее 2-х часов. Время установления режима термостатирования при изменении температуры – не менее 45 минут

7.5 В соответствии с приложением Б подготовить контрольные растворы из государственного стандартного образца, указанного в таблице 2.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Проверяют соответствие расположения органов управления, надписей и обозначений требованиям технической документации; отсутствие механических повреждений на корпусах источников газортутных, влияющих на их работоспособность; чистоту гнезд, разъемов и клемм.

8.2.2 Источники газортутные считаются прошедшими операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверка объемного расхода газо-ртутной смеси при заданной скорости потока газа разбавителя 1 л/мин

8.2.1.1 Собрать испытательную систему для чего подключить с помощью клапанной системы, входящей в состав источника газортутного термодиффузионного ТИГР-1, источник газортутный к входному штуцеру комплекса универсального ртутеметрического УКР-1МЦ и измеритель объема газа РГ 7000 к выходному штуцеру комплекса. Выбрать в меню комплекса пункт «Режим-ПАР». В режиме «Настройки» комплекса универсального ртутеметрического УКР-1МЦ установить время измерения 60 сек. Отсоединить трубку от смесительной камеры источника. Нажать кнопку «Пуск».

После остановки компрессора перед началом измерения засечь значение на измерителе объема газа и повторно нажать кнопку «Пуск». При этом, запустится компрессор, а на дисплее прибора будет отображаться секундомер. Через 60 сек компрессор остановится. Объем прокачанного за это время газа регистрируется измерителем объема.

8.2.1.1 Рассчитывают объемный расход газа Q_v , $\text{дм}^3/\text{мин}$, через газовый тракт по формуле (1):

$$Q_v = \frac{Q_{\text{изм}}}{T_v}, \quad (1)$$

где $Q_{\text{изм}}$ – измеренный объем газа, дм^3 ;
 T_v – время измерений, мин.

8.2.1.2 Повторить измерения согласно п.8.2.1.1 три раза. Рассчитать среднее значение объемного расхода газа, $\text{дм}^3/\text{мин}$, по формуле (2):

$$\bar{Q}_v = \frac{\sum_{i=1}^n Q_{vi}}{n} \quad (2)$$

где Q_{vi} – результат измерения объемного расхода газа, $\text{дм}^3/\text{мин}$;
 n – число измерений.

8.2.2 Проверка времени установления рабочего режима источника газортутного

8.2.2.1 Подключить с помощью клапанной системы источник газортутный к входному штуцеру комплекса универсального ртутеметрического УКР-1МЦ. В режиме «Настройки» комплекса универсального ртутеметрического УКР-1МЦ установить время измерения 60 сек. Установить клапанную систему в положение прокачки внешним компрессором, включить внешний компрессор из состава источника газортутного термодиффузионного ТИГР-1 и зафиксировать время включения.

8.2.2.2 Через 120 минут произвести определение содержания ртути в газортутной смеси, для чего нажать кнопку «Пуск» УКР-1МЦ. После остановки компрессора прибора переключить клапанную систему на подачу газо-ртутной смеси в прибор и повторно нажать кнопку «Пуск». После остановки прокачки переключить клапанную систему на прокачку внешним компрессором и снять показания с табло прибора. Провести не менее 10 измерений.

8.2.2.3 Рассчитывают среднее значение концентрации ртути, $\text{нг}/\text{мл}$, по формуле (3):

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^3 C_i}{10} \quad (3)$$

где C_i – измеренная концентрация, $\text{нг}/\text{мл}$.

8.2.2.4 Рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) измерения концентрации ртути, %, по формуле (4):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \cdot \frac{100}{\bar{C}}, \quad (4)$$

где C_i – измеренная концентрация, $\text{нг}/\text{мл}$;

\bar{C} – среднее значение концентрации ртути, $\text{нг}/\text{мл}$.

8.2.3 Проверка времени проведения одного измерения

8.2.3.1 Проверку времени проведения одного измерения проводят одновременно с определением объемного расхода газо-ртутной смеси по п. 8.2.1 путем фиксирования времени начала и конца измерений по секундомеру.

8.2.4 Источники газортутные считаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения объемного расхода газа находится в диапазоне от 0,99 до 1,01 $\text{дм}^3/\text{мин}$; ОСКО измерения концентрации ртути не превышает 5%; а время проведения одного измерения составляет от 59,9 до 60,1 с.

8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на источники газортутные.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения источников газортутных необходимо включить питание источника газортутного. После этого на дисплее отобразится наименование и номер версии программного обеспечения.

8.3.3 Источники газортутные считаются прошедшим операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

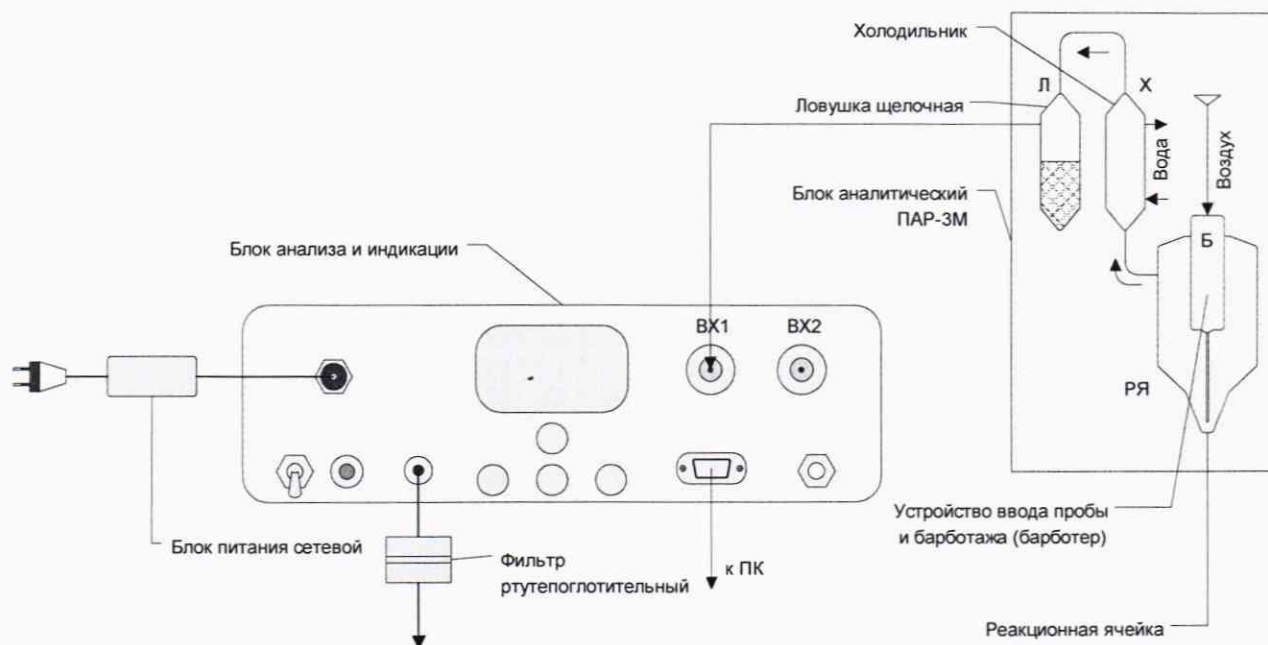
Таблица 3 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TIGRS-1
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.01
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона и расчет относительной погрешности воспроизведения массовой концентрации ртути в газо-ртутной смеси

8.4.1.1 Проводят калибровку комплекса УКР-1МЦ. Для этого необходимо комплекс универсальный ртутеметрический УКР-1МЦ (далее - УКР-1МЦ) подключить к приставке аналитической ПАР-3М (далее - ПАР-3М), входящей в состав УКР-1МЦ. Схема соединения блока анализа и индикации УКР-1МЦ с приставкой ПАР-3М представлена на рисунке 1.



Б – устройство ввода пробы и барботаж (барботер); РЯ– реакционная ячейка; Х– холодильник; Л – ловушка щелочная

Рисунок 1 - Схема соединения блока анализа и индикации УКР-1МЦ с приставкой ПАР-3М

Комплекс УКР-1МЦ с приставкой ПАР-3М подключить к компьютеру и запустить программу «УКР-1МЦ Аналитика» и перейти в раздел «Калибровки» режима «ПАР» (см. рисунок 2). Создать в программе новую калибровку и внутри созданной калибровки создать пробы соответствующие номинальным значениям содержания ртути в 1 см^3 для контрольных растворов № 2-6 в нг из приложения Б настоящей методики поверки (см. рисунок 3). В качестве названий проб в поле «Наименования (шифр) пробы» можно указать номера контрольных растворов из приложения Б (см. рисунок 3).

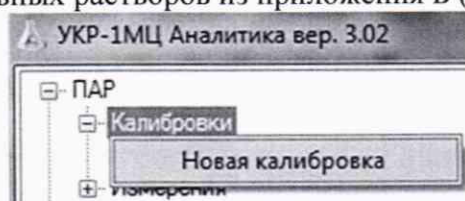


Рисунок 2

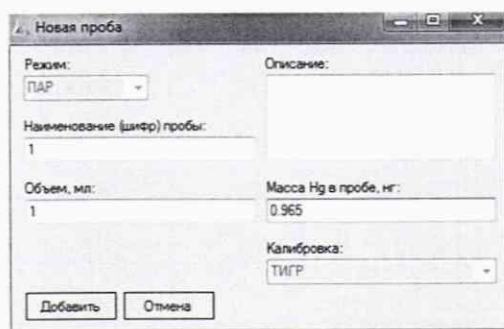


Рисунок 3

Выбрать в программе контрольный раствор с соответствующим содержанием ртути в 1 см^3 вводимой пробы. Ввести в реакционную ячейку блока аналитического ПАР-3М 2 см^3 раствора восстановителя (1 % раствор борогидрида натрия в 5 % растворе NaOH) и установить ячейку в штатив. Нажать кнопку «ПУСК». Начинается продувка

раствора восстановителя газом носителем. Отобрать пипетдозатором 1 см³ выбранного контрольного раствора. После окончания продувки (50 секунд) вновь нажать кнопку «Пуск» и ввести в реакционную ячейку через барботер контрольный раствор. Аналитический сигнал в ходе измерения будет выводиться на экран компьютера. По окончании измерения результат будет автоматически занесен в базу данных калибровок (см. рисунок 4).

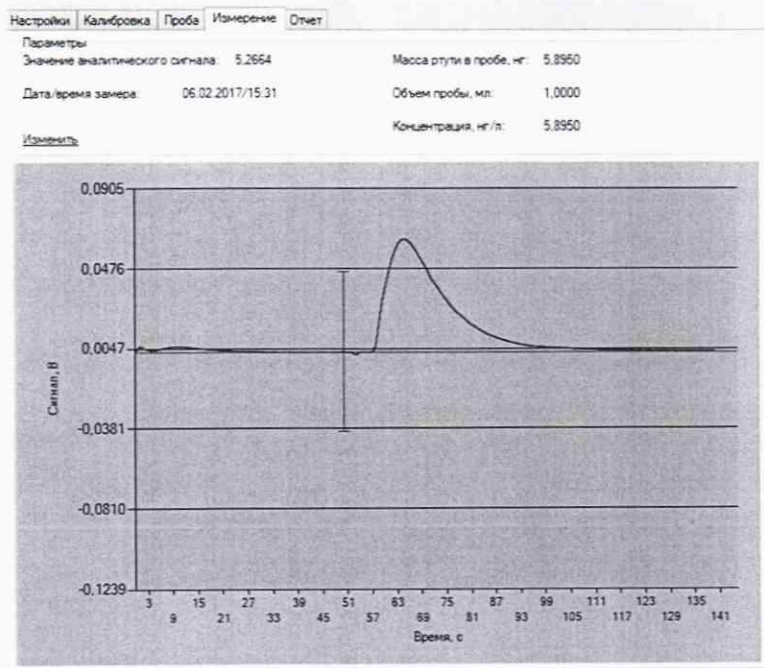


Рисунок 4

Отсоединить реакционную ячейку от штатива и слить раствор из ячейки в сосуд для слива отработанных проб. Промыть ячейку и барботер дистиллированной водой. Повторить измерения данной концентрации четыре раза.

Аналогичным способом повторить измерения для растворов с 2 по 6 таблица Б.1.

Калибровочная зависимость будет построена автоматически (см. рисунок 5).

Для исключения влияния грубых ошибок оператора при вводе проб на результат калибровки исключить из полученной базы наибольшие и наименьшие значения сигнала для каждого из рабочих растворов и загрузить полученную калибровку в память прибора.

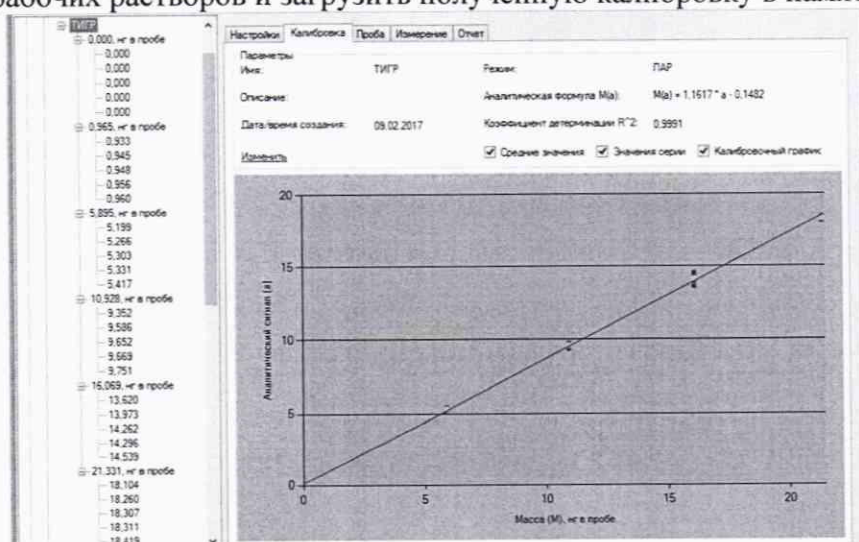


Рисунок 5

8.4.1.2 Необходимо отключить ПАР-3М и подключить к комплексу УКР-1МЦ источник ТИГР-1. Газортутную смесь, генерируемую источником из расположенного внутри капилляра с металлической ртутью при помощи нагрева внутренним термостатом, с помощью клапанной системы подают на вход комплекса УКР-1МЦ и проводят 10 (десять) измерений массовой концентрации паров ртути в режиме ПАР в каждом из трех диапазонов от 800 до 1200; от 8000 до 12000; от 16000 до 24000 нг. Результаты измерений считывают с табло УКР-1МЦ.

8.4.1.3 Рассчитывают значение массовой концентрации паров ртути C_{Hg} , нг/дм³, по формуле (5):

$$C_{Hg} = \frac{m}{\bar{Q}_v \cdot 10^{-3}}, \quad (5)$$

где m – масса вещества по показаниям комплекса УКР-1МЦ, нг;

\bar{Q}_v – объемный расход газа-носителя, дм³/мин, рассчитывается по формуле 2.

8.4.1.4 Для каждого измерения (i - номер измерения), проведенного с определенной газо-ртутной смесью (точки 1, 2 и 3 ТИГР-1), вычисляют относительное отклонение (δ_i , %) измеренного значения C_{Hgi} , нг/мл, от значения указанного в паспорте на источник газо-ртутной смеси $C_{HgД}$, по формуле (6):

$$\delta_i = \frac{C_{Hgi} - C_{HgД}}{C_{HgД}} \cdot 100, \quad (6)$$

8.4.1.5 За относительную погрешность воспроизведения массовой концентрации ртути в газо-ртутной смеси принимают наибольшее по абсолютной величине значение относительного отклонения.

8.4.1.6 Источники газортутные считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон воспроизведения массовой концентрации ртути составляет от 1000 до 20000 нг/м³, а относительная погрешность воспроизведения массовой концентрации ртути для каждой из точек не превышает 10 %.

8.4.2 Определение стабильности воспроизведения массовой концентрации ртути при непрерывной работе источника газортутного в течение 8 часов

8.4.2.1 Определение стабильности воспроизведения массовой концентрации ртути производят путем периодического (с интервалом 1 час) анализа содержания ртути в газо-ртутной смеси, получаемой с помощью источников газортутных термодиффузионных ТИГР-1 на протяжении 8 часов непрерывной работы. Анализ проводится с помощью комплекса универсального ртутеметрического УКР-1МЦ.

8.4.2.2 Определяют наибольшую разность между показаниями прибора и номинальным значением содержания ртути по формуле (6) и вычисляют максимальную относительную величину отклонения от номинала в течение этого периода времени. Данную величину принимают за показатель стабильности воспроизведения массовой концентрации ртути.

8.4.2.3 Источники газортутные считаются прошедшими операцию поверки, если стабильности воспроизведения массовой концентрации ртути не превышает 5 %.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносятся в протокол (форма протокола приведена в приложении А настоящей методики поверки).

9.2 Источники газортутные, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдаётся свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.2 фактических значений метрологических характеристик источников газортутных и наносят знак поверки (место нанесения указано в описании типа) согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и источники газортутные допускают к эксплуатации.

9.3 Источники газортутные, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается извещение о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и знак поверки аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

А.Н. Шобина

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»

Я.И. Ермакова

ПРИЛОЖЕНИЕ А
к Методике поверки МП 028.Д4-17
«ГСИ. Источники газортутные
термодиффузионные ТИГР-1. Методика поверки»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201__ года

Средство измерений: Источники газортутные термодиффузионные ТИГР-1
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков

_____ то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав. № _____ **№/№** _____
Заводские номера блоков

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 028.Д4-17 «ГСИ. Источники газортутные термодиффузионные ТИГР-1. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» «21» марта 2017 г.
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность, %, не более
- атмосферное давление, кПа

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Диапазон воспроизведения массовой концентрации ртути в газортутной смеси при скорости потока газа-разбавителя 1 л/мин, нг/м ³		от 1000 до 20000
Пределы относительной погрешности воспроизведения массовой концентрации ртути в газортутной смеси, %		±10
Стабильности воспроизведения массовой концентрации ртути при непрерывной работе в течение 8 часов, %		5

Рекомендации _____
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____
подписи, ФИО, должность

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ РТУТИ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 8004-93

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления контрольных растворов ионов ртути на основе разбавления ГСО 8004-93. Контрольные растворы ионов ртути предназначены для калибровки комплекса универсального ртуте-метрического УКР-1МЦ. Аттестованное значение массовой концентрации ионов ртути в экземпляре стандартного образца 1,0 г/л.

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности контрольных растворов ионов ртути оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов ионов ртути.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение контрольных растворов ионов ртути с погрешностью значений ионов ртути не превышающих при доверительной вероятности $P = 0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm \Delta_A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Б.3.1 Весы лабораторные, класс точности специальный (1) по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Б.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 объемом 100; 200; 1000 см³. Мерные цилиндры 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 объемом 500 см³.

Б. 3.3 1-канальный механический дозатор «ВЮНИТ М1000» с варьируемым объемом дозирования от 100 до 1000 мкл (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 36152-07), предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения фактического объема дозы при температуре 22 ± 2 °С от 0,7 до 0,3 %, пределы допускаемой систематической составляющей дополнительной относительной погрешности дозаторов при отклонении температуры окружающего воздуха от 22 °С не более $\pm 2,0$ % на каждые 10 °С;

Б.3.4 1-канальный механический дозатор «ВІОНІТ М1000» с варьируемым объемом дозирования от 500 до 5000 мкл (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 36152-07), предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения фактического объема дозы при температуре 22 ± 2 °С от 0,6 до 0,3 %, пределы допускаемой систематической составляющей дополнительной относительной погрешности дозаторов при отклонении температуры окружающего воздуха от 22 °С не более $\pm 2,0$ % на каждые 10 °С.

Или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91 объемом дозирования от 100 до 1000 мкл или от 500 до 5000 мкл.

Б.3.5 ГСО 8004-93. Стандартный образец состава водных растворов ионов ртути (II)

Б.3.6 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

Б.3.7 Калий двуххромовокислый, «х.ч.» по ГОСТ 4220-75. Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия.

Б.3.8 Кислота азотная, «х.ч.» по ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.

Б.4 Требования безопасности

Применение ГСО 8004-93 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

Применение калия двуххромовокислого и азотной кислоты требует соблюдение техники безопасности при работе в аналитических лабораториях в соответствии с ПНД Ф 12.13.1-03.

Б.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению контрольных растворов ионов ртути и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

Б.6 Условия приготовления контрольных растворов ионов ртути

Б.6.1 Приготовление контрольных растворов ионов ртути проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25 °С

- атмосферное давление от 96 до 104, кПа
- относительная влажность воздуха от 45 до 75 %

Б.6.2 Контрольные растворы ионов ртути готовятся и используются непосредственно в день проведения измерений (поверки).

Б.7 Приготовление контрольных растворов ионов ртути

7.1 Приготовить фоновый раствор:

7.1.1 Для приготовления раствора фонового раствора необходимо взвесить $(4,0 \pm 0,1)$ мг двуххромовокислого калия $K_2Cr_2O_7$ на весах, перенести навеску в мерную колбу на 100 см^3 . Отмерить мерным цилиндром 50 см^3 дистиллированной воды, влить в мерную колбу на 100 см^3 и растворить в мерной колбе навеску. Колбу довести деионизированной водой до метки, закрыть крышкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз.

7.1.2 Отмерить при помощи мерного цилиндра 50 мл концентрированной азотной кислоты и 5 мл полученного в п. 7.1.1 раствора двуххромовокислого калия, перенести в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , довести колбу до метки дистиллированной водой. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

7.2 Приготовить основной раствор ионов ртути

Приготовить основной раствор ионов ртути с концентрацией 1 мг/л (1000 нг/мл). Для этого вскрыть ампулу ГСО 8004-93 с массовой концентрацией ионов ртути 1 г/л. Отобрать из ампулы пипеткой или пипет-дозатором $0,2\text{ см}^3$ раствора ГСО. Перенести в мерную колбу объемом 200 см^3 и довести колбу до метки фоновым раствором, приготовленным в п. 7.1.2. Закрыть колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

7.3 Приготовить калибровочные растворы:

- из раствора с концентрацией ртути 1 мг/л отбирать аликвоту в 4 см^3 и перенести в мерную колбу объемом 200 см^3 . Колбу довести фоновым раствором до метки, закрыть колбу пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ртути 0,02 мг/л (20 нг/мл);

- из раствора с концентрацией ртути 1 мг/л отбирать аликвоту в 3 см^3 и перенести в мерную колбу объемом 200 см^3 . Колбу довести фоновым раствором до метки, закрыть

колбу пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ртути 0,015 мг/л (15 нг/мл);

- из раствора с концентрацией ртути 1 мг/л отбирать аликвоту в 2 см³ и перенести в мерную колбу объемом 200 см³. Колбу довести фоновым раствором до метки, закрыть колбу пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ртути 0,010 мг/л (10 нг/мл);

- из раствора с концентрацией ртути 1 мг/л отбирать аликвоту в 1 см³ и перенести в мерную колбу объемом 200 см³. Колбу довести фоновым раствором до метки, закрыть колбу пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ртути 0,005 мг/л (5 нг/мл);

- из раствора с концентрацией ртути 1 мг/л отбирать аликвоту в 0,2 см³ и перенести в мерную колбу объемом 200 см³. Колбу довести фоновым раствором до метки, закрыть колбу пробкой и перемешать содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор имеет концентрацию ртути 0,001 мг/л (1 нг/мл).

Б.8 Оценка метрологических характеристик контрольных растворов ионов ртути

Б.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов ртути (Δ_A) в контрольных растворах, рассчитывают по формуле (Б.1):

$$\Delta A = (\delta \cdot X)/100, \quad (\text{Б.1})$$

где δ - относительная погрешность приготовления контрольных растворов, рассчитываемая по формуле (Б.2):

X - концентрация приготовленных растворов;

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2} \quad (\text{Б.2})$$

Б.8.2 Относительная погрешность приготовления контрольных растворов рассчитывается по формулам (Б.3) и (Б.4), %:

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (\text{Б.3})$$

$$\delta_2 = (\Delta V_d / V_d) \cdot 100, \quad (\text{Б.4})$$

где ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы, в соответствии с ГОСТ 1770-74;

V_k - объем мерной колбы, мл;

ΔV_d - погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора;

V_d - объем дозирования 1-канального механического дозатора, мкл.

δ_3 – для основного раствора - погрешность аттестованного значения ГСО, берут из паспорта; для калибровочных растворов – погрешность приготовления основного раствора, рассчитывают по формуле (Б.2).

Б.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ионов ртути приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

№ раствора	Концентрация раствора, нг/мл	Абсолютная погрешность значения растворов ионов ртути, Δ_A , нг/мл
1 ¹	1000	6,020
2	1	0,007
3	5	0,034
4	10	0,069
5	15	0,103
6	20	0,138

Контрольные растворы № 2 - 6 используются для построения градуировочной зависимости комплекса УКР-1МЦ, объем аналитической пробы 1 мл. Повторность 5. Для исключения влияния грубых ошибок две крайние точки отбрасываются.

¹ - основной раствор ионов ртути с концентрацией 1000 нг/мл для приготовления контрольных растворов №№ 2 – 6 путем разбавления.