

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)**

Утверждаю

Директор ФГУП «УНИИМ»



С.В. Медведевских

25 ноября 2017 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Анализаторы ртути Hydra ПАА, Hydra ПС,
QuickTrace М-7600, QuickTrace М-8000**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 67-251-2017**

г. Екатеринбург

2017 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1. РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2. ИСПОЛНИТЕЛЬ** и.о. зав. лаб. 251, к.х.н. Собина Е.П.
- 3. УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в ноябре 2017 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Операции поверки.....	4
4	Средства поверки.....	5
5	Требования к квалификации поверителя.....	5
6	Требования безопасности.....	5
7	Условия поверки.....	5
8	Подготовка к поверке.....	5
9	Проведение поверки.....	6
	9.1 Внешний осмотр.....	6
	9.2 Опробование.....	6
	9.3 Проверка метрологических характеристик.....	6
10	Оформление результатов поверки.....	7
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	11

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ртути Hydra ПАА, Hydra ПС, Quick Trace M-7600, Quick Trace M-8000 (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

ГОСТ 1770-74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»;

ГОСТ 29227-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»;

ГОСТ 29169-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой»

ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия»;

ГОСТ 701-89 «Кислота азотная концентрированная. Технические условия»;

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 г. №328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	9.3	-	-
3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути	9.3.1	да	да
3.2 Проверка предела обнаружения ртути (по критерию 3σ)	9.3.2	да	да
3.2 Проверка диапазона измерений массовой концентрации ртути	9.3.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка и градуировка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного

невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При поверке анализатора применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец состава раствора ионов ртути (II) ГСО 7343-96: интервал допускаемых аттестованных значений от 0,95 до 1,05 вкл., мг/см³; границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца составляют $\pm 1,0\%$ при доверительной вероятности 0,95.

4.2 Термогигрометр, диапазон измерений относительной влажности от 10 до 90 %, $\Delta = \pm 2,5\%$, диапазон измерений температуры от 10 до 35 °С, $\Delta = \pm 0,7$ °С.

4.3 4.5 Барометр-анероид метеорологический, диапазон измерения давления от 80 до 106 кПа, $\Delta = \pm 0,5$ кПа.

4.4 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, а СО должны иметь действующие паспорта.

4.5 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ анализатора.

7 Условия поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С	22 ± 5
- относительная влажность, %	от 20 до 80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106

7.2 Анализатор должен быть установлен вдали от источников магнитных и электрических полей.

8 Подготовка к поверке

8.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Построить градуировочные зависимости интенсивности сигнала от массовой концентрации ртути в растворе в соответствии с РЭ. Подготовить контрольные растворы ионов ртути (II) с использованием ГСО 7343-96 в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки. В зависимости от модели анализатора для проверки относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути использовать следующие растворы:

анализатор Hydra ПАА - 0,005, 0,008, 0,01, 0,05, 0,5, 1, 10, 500 и 1000 мкг/дм³;

анализатор Hydra ПС - 0,5, 0,8, 1, 10, 250, 500 мкг/дм³;

анализатор QuickTrace М-7600 - 0,001, 0,005, 0,01, 0,05, 0,5, 1, 10, 250, 500 мкг/дм³;

анализатор QuickTrace М-8000 - 0,0002, 0,005, 0,01, 0,05, 0,5, 1, 10, 100, 400 мкг/дм³.

Примечание – Рекомендуется построить отдельные градуировочные зависимости для каждого поддиапазона измерений анализатора.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора, влияющих на метрологические характеристики;

- соответствие комплектности, указанной в РЭ (кроме расходных материалов);

- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить анализатор и проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ.

9.2.2 Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение для анализатора	
	Hydra ПАА, Hydra ПС	QuickTrace M-7600, QuickTrace M-8000
Идентификационное наименование ПО	Envoy	QuickTrace
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 2.0 SP0	не ниже 1.7.5
Цифровой идентификатор ПО	-	-

9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути

Провести измерения массовой концентрации ртути в контрольных растворах не менее 3 раз. Рассчитать относительную погрешность для каждого измерения каждого контрольного раствора по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{C_{ij} - C_j}{C_j} \cdot 100, \quad (1)$$

где δ_{ij} , % – относительная погрешность i -го измерения массовой концентрации ртути в j -ом растворе, %; C_{ij} – измеренное i -ое значение массовой концентрации ртути в j -ом растворе, мкг/дм³; C_j – действительное значение массовой концентрации ртути в j -ом растворе, мкг/дм³.

Полученные значения относительной погрешности для каждого измерения не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

9.3.2 Проверка предела обнаружения ртути (по критерию 3σ)

В воде дистиллированной по ГОСТ 6709-72 провести измерения массовой концентрации ртути не менее 10 раз. Предел обнаружения ртути $Пд$, мкг/дм³, рассчитать по формуле

$$Пд = 3 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{C} - C_i)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где C_i – i -ый результат измерения массовой концентрации ртути в дистиллированной воде, мкг/дм³; $\bar{C} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n C_i$ – среднееарифметическое результатов измерений массовой концентрации ртути в дистиллированной воде, мкг/дм³; n – количество измерений.

Полученные значения предела обнаружения ртути не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значения характеристик для моделей			
	Hydra IIAA	Hydra IIC	QuickTrace M-7600	QuickTrace M-8000
Диапазон показаний массовой концентрации ртути, мкг/дм ³	от 0,002 до 1000,0	от 0,2 до 500,0	от 0,0005 до 500,0	от 0,0001 до 400,0
Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мкг/дм ³	от 0,004 до 1000,0	от 0,4 до 500,0	от 0,001 до 500,0	от 0,0002 до 400,0
Предел обнаружения ртути, мкг/дм ³ , не более	0,002	0,2	0,0005	0,0001
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути, %, в диапазонах измерений: - от 0,004 до 0,01 мкг/дм ³ включ. - св. 0,01 до 1,0 мкг/дм ³ включ. - св. 1,0 до 1000,0 мкг/дм ³ включ.	±30 ±20 ±10	- - -	- - -	- - -
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути, %, в диапазонах измерений: - от 0,4 до 1,0 мкг/дм ³ включ. - св. 1,0 до 500,0 мкг/дм ³ включ.	- -	±20 ±10	- -	- -
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути, %, в диапазонах измерений: - от 0,001 до 0,01 мкг/дм ³ включ. - св. 0,01 до 1,0 мкг/дм ³ включ. - св. 1,0 до 500,0 мкг/дм ³ включ.	- - -	- - -	±30 ±20 ±10	- - -
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути, %, в диапазонах измерений: - от 0,0002 до 0,01 мкг/дм ³ включ. - св. 0,01 до 1,0 мкг/дм ³ включ. - св. 1,0 до 400,0 мкг/дм ³ включ.	- - -	- - -	- - -	±30 ±20 ±10

9.3.3 Проверка диапазона измерений массовой концентрации ртути

Проверка диапазонов измерений массовой концентрации ртути производится одновременно с проверкой относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути по 9.3.1. За диапазоны измерений анализатора принимают диапазоны измерений массовой концентрации ртути, приведенные в таблице 3, если полученные значения относительной погрешности по 9.3.1 удовлетворяют требованиям таблицы 3.

9.3.4 Допускается проведение поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений в соответствии с требованиями заказчика с указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на боковую панель анализатора.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению, свидетельство о поверке аннулируют, и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

И.о. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ», к.х.н.



Е.П. Собина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Процедура приготовления контрольных растворов

Для приготовления контрольных растворов используются мерные колбы не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, дозаторы одноканальные или пипетки не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91.

А.1 Приготовить 0,5 %-ый раствор азотной кислоты путем разбавления концентрированной азотной кислоты по ГОСТ 701-89 в воде дистиллированной по ГОСТ 6709-72. Для этого в мерную колбу вместимостью 1000,0 см³ по ГОСТ 1770-74 поместить примерно 500 см³ воды дистиллированной, внести 5 см³ концентрированной азотной кислоты, взятой при помощи цилиндра мерного по ГОСТ 1770-74, тщательно перемешать раствор. После охлаждения колбы довести уровень раствора до риски водой дистиллированной, снова тщательно перемешать раствор.

А.2 Приготовить контрольные растворы путем разбавления аликвотной части исходного раствора 0,5 %-ым раствором азотной кислоты в мерной колбе с последующим тщательным перемешиванием приготовленного раствора. Контрольные растворы приготовить в соответствии с таблицей А.1. Массовая концентрация ртути в приготовленных растворах рассчитывается по формуле

$$C_i = \frac{C_j \cdot V_{jial}}{V_{ik}}, \quad (\text{A.1})$$

где C_i – массовая концентрация ртути в i -ом приготовленном растворе, мкг/дм³; C_j – массовая концентрация ртути в j -ом исходном растворе, мкг/дм³; V_{jial} – объем j -го исходного раствора ртути, отбираемый пипеткой при i -ом разбавлении (i -ая аликвотная часть j -го исходного раствора), см³; V_{ik} – объем мерной колбы, используемой при i -ом разбавлении, см³.

Таблица А.1 – Приготовление контрольных растворов

№ п/п	Массовая концентрация ртути в исходном растворе, C_j , мкг/дм ³	Объем исходного раствора ртути, отбираемый пипеткой, V_{jial} , см ³	Объем мерной колбы, V_{ik} , см ³	Массовая концентрация ртути в приготовленном растворе, C_i , мкг/дм ³	Границы относительной погрешности приготовления растворов, δ_i , %
1	1000000 ¹⁾ (ГСО 7343-96)	1	1000	1000	±1,4
2	1000	50	100	500	±1,4
3	1000	20	50	400	±1,6
4	500	50	100	250	±1,5
5	500	20	100	100	±1,7
6	100	10	100	10	±2,0
7	10	10	100	1	±2,2
8	10	4	50	0,8	±2,2
9	10	5	100	0,5	±2,2
10	0,5	10	100	0,05	±2,4
11	1	1	100	0,01	±2,4
12	0,05	8	50	0,008	±2,6
13	0,05	10	100	0,005	±2,6
14	0,05	2	100	0,001	±2,6
15	0,01	2	100	0,0002	±2,6

¹⁾конкретная величина аттестованного значения ГСО указывается в соответствии с паспортом на ГСО

Приготовленные контрольные растворы не подлежат длительному хранению и используются в день приготовления.

А.3 Относительная погрешность приготовления растворов рассчитывается по формуле

$$\delta_i = \sqrt{\delta_j^2 + \delta_{jial}^2 + \delta_{ik}^2}, \quad (\text{A.2})$$

где δ_i – относительная погрешность приготовления i -го раствора, %; δ_j – относительная погрешность действительного значения j -го исходного раствора, %; δ_{jial} – относительная погрешность дозатора или мерной пипетки, использованного при отборе аликвотной части j -го исходного раствора при i -ом разбавлении, %; δ_{ik} – относительная погрешность мерной колбы, используемой для приготовления i -го раствора, %.

Границы относительной погрешности приготовленных контрольных растворов не превышают ± 3 %.

Таблица Б3 – Проверка диапазона измерений массовой концентрации ртути

Характеристика	Соответствует (+/-)
Диапазон измерений массовой концентрации ртути	

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Поверитель _____
Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____