

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И
МЕТРОЛОГИИ**

ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и
испытаний в Республике Татарстан»

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
ФБУ «ЦСМ Татарстан»

Г.М.Аблатыпов

2015 г.



ИНСТРУКЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерения

Комплекс ртутеметрический «Юлия-5КМ»

Методика поверки

4215-035-77187300-2015 МП

н.р. 63570-16

Содержание

Введение	3
1. Операции поверки	3
2. Средства поверки	3
3. Требования к квалификации поверителей	4
4. Требования безопасности	4
5. Условия поверки и подготовка к ней	4
6. Проведение поверки	5
6.1 Внешний осмотр и опробование	5
6.2 Контроль качества комплекса	5
6.3 Идентификация программного обеспечения (ПО)	7
7. Оформление результатов поверки	8
Приложение А Форма протокола поверки комплекса ртутеметрического «Юлия-5КМ»	9
Приложение Б Инструкция по приготовлению поверочных растворов для поверки комплекса ртутеметрического «Юлия-5КМ»	10

Введение

Настоящая инструкция распространяется на комплекс ртутеметрический «Юлия-5КМ», предназначенный для обнаружения и измерений массовой концентрации общей ртути в газовых и жидких пробах, и устанавливает методику его первичной и периодической поверки.

1. Операции поверки

При проведении поверки комплекса необходимо выполнить операции, перечисленные в таблице 1.

Таблица 1. Операции поверки

№№ п.п.	Наименование операции	Пункт методики	Проведение операций при	
			первичной поверке	периодичес- кой поверке
1	Внешний осмотр и опробование	п. 6.1	Да	Да
2	Контроль качества комплекса: - определения допускаемой относительной погрешности - контроль точности результатов измерений	п. 6.2	Да	Да
		п. 6.2.1	Да	Да
		п. 6.2.2	Да	Да
3	Идентификация программного обеспечения (ПО)	п. 6.3	Да	Да
4	Оформление результатов поверки	п. 7	Да	Да

2. Средства поверки

При проведении поверки комплекса должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№№ п.п.	Наименование и обозначение	Основные метрологические характеристики	Примечание
1.	СО состава водных растворов ионов ртути (комплект № 9К) ГСО 8004-93/8006-93	Массовая концентрация ртути (1,00±0,01) мкг/дм ³	Приготовление поверочных растворов по инструкции
2.	Стеклянные меры вместимости:		
2.1.	пипетки: 4-2-1, 7-2-5	по ГОСТ 20292-91	
2.2.	колбы наливные 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-250-2, 1-1000-2 или 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-	по ГОСТ 1770-84	

	2		
2.3.	Цилиндр 2-100	по ГОСТ 1770-84	
3.	Весы лабораторные двухпризменные с предварительным взвешиванием ВЛДП-200г	по ГОСТ Р 53228-2008, кт 2	
4.	гири класса F ₂	по ГОСТ OIML R111-1-2009	
5.	Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4	по ГОСТ 25336-78, диапазон от 0 до 55 ⁰ С	

Допускается применение других средств поверки с аналогичными метрологическими характеристиками.

Все применяемые средства измерений должны быть поверены и иметь действующие свидетельства о поверке.

3. Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускаются лица:

- знающие основы спектрального анализа и оптических измерений;
- имеющие опыт работы со спектрофотометрическими средствами измерений;
- изучившие настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации комплекса.

4. Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены меры безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации комплекса.

5. Условия поверки и подготовка к ней

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие нормальные условия:

- температура окружающей среды, °С 20,0 ± 5,0
- атмосферное давление, кПа 101,3 ± 4,0
- верхнее значение относительной влажности, % 80
- напряжение питания, В 220⁺²²₋₃₃
- частота напряжения питания, Гц 50,0 ± 1,0

Механические воздействия и внешние электромагнитные поля должны быть исключены.

Подготовка комплекса к поверке осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр и опробование

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие комплекса следующим требованиям:

- на наружных поверхностях не должно быть дефектов, влияющих на его работу;
- надписи и отметки шкал должны быть чёткими и соответствовать требованиям Руководства по эксплуатации;
- комплект поставки комплекса должен соответствовать требованиям Руководства по эксплуатации.

Комплекс включают и проверяют действие органов управления, регулирования и настройки.

6.2. Контроль качества комплекса

Приготовить поверочные растворы ртути с массовыми концентрациями C_{0j} , указанными в таблице 3, в соответствии с инструкцией по приготовлению поверочных растворов.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой концентра- ции общей ртути, мкг/дм ³	Массовые концентрации общей ртути C_{0j} , мкг/дм ³		
	градуировочных растворов	поверочных растворов	
Комплекс ртутеметрический «Юлия-5КМ.1»			
от 0,004 до 0,010	0,01	0,04	0,01
Комплекс ртутеметрический «Юлия-5КМ.2»			
от 0,0001 до 0,0010	0,0005	0,0001	0,0005 0,0010
от 0,001 до 0,010	0,005	0,001	0,005 0,010
Комплекс ртутеметрический «Юлия-5КМ.3»			
от 0,01 до 0,10	0,05	0,01	0,05 0,10
от 0,1 до 1,0	0,5	0,1	0,5 1,0

Установить параметры комплекса в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Провести градуировку комплекса в соответствии с разделом 3.2. Руководства по эксплуатации по градуировочным растворам, значения массовых концентраций ртути которых указаны в таблице 3.

6.2.1. Определение допускаемой относительной погрешности комплекса.

Внести в комплекс поверочные растворы, значения массовых концентраций общей ртути которых указаны в таблице 3. Провести измерение в соответствии с разделом 3.3. Руководства по эксплуатации. Определить результат измерений массовой концентрации общей ртути C_{0j} по формуле:

$$\bar{C}_j = \frac{1}{n} \sum C_{ij}, \text{ мкг/дм}^3$$

где C_{ij} - i -ое показание комплекса при измерении j -ой массовой концентрации общей ртути C_{oj} в поверочном растворе, определяемое по градуировочному графику, n - число параллельных измерений.

Определить среднее квадратическое отклонение S_j результата измерений массовой концентрации общей ртути C_{oj} по формуле:

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum (C_{ij} - \bar{C}_j)^2}{n(n-1)}} \quad \text{мкг/дм}^3$$

Определить случайную составляющую погрешности комплекса по формуле:

$$\Delta_j = t \times S_j$$

где $t(P, n)$ - коэффициент Стьюдента; $t=2,78$, для $n=5$, $P=0,95$.

Определить систематическую составляющую погрешности комплекса по формуле:

$$\Delta_{Sij} = |C_{oj} - \bar{C}_j| \quad \text{мкг/дм}^3.$$

Определить абсолютную Δ_j и относительную σ_j погрешности комплекса по формулам:

$$\Delta_j = \pm (\Delta_j + \Delta_{Sj}), \text{ мкг/дм}^3; \quad \sigma_j = \pm \frac{\Delta_j}{\bar{C}_j} \times 100, \%$$

Комплекс считается пригодным к эксплуатации, если пределы допускаемой относительной погрешности измерений в заданном диапазоне измерений не превышает следующих значений:

$\pm 5 \%$ для диапазона измерений от 0,0001 до 0,0100 мкг/дм³,

$\pm 10 \%$ для диапазона измерений от 0,01 до 0,10 мкг/дм³,

$\pm 5 \%$ для диапазона измерений от 0,1 до 1,0 мкг/дм³.

6.2.2. Контроль точности результатов измерений.

Внести в комплекс последовательно по два поверочных раствора, значения массовых концентраций общей ртути, которых указаны в таблице 3 для нижней и верхней границы каждого диапазона измерений. Провести по два однократных «параллельных» измерений массовой концентрации ртути C_1 и C_2 для каждого поверочного раствора в соответствии с разделом 3.3 Руководства по эксплуатации.

Контроль точности результата измерения \bar{C} проводится по соотношению

$$|\bar{C} - C_o| \leq \Delta,$$

где C_o - значение массовой концентрации общей ртути в поверочном растворе; значения погрешности комплекса Δ приведены в таблице 4; при выполнении данного соотношения комплекс признается качественным и допускается к дальнейшему применению при условии, что выполняется следующее соотношение

$$|C_1 - C_2| \leq r,$$

где r - норматив контроля качества измерений в виде предела повторяемости измерений; при выполнении данного соотношения результат измерений $\bar{C} = \frac{1}{2}(C_1 + C_2)$ признается качественным в условиях повторяемости измерений и может быть использовано при контроле точности результата измерений \bar{C} по вышеуказанному соотношению.

Значения норматива контроля качества измерений r приведены в таблице 4.

Таблица 4

Массовая концентрация ртути, мкг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, Δ , мкг/дм ³	Норматив качества измерений r , мкг/дм ³
Комплекс ртутеметрический «Юлия-5КМ.1»		
0,004	$\pm 0,0002$	0,0002
0,010	$\pm 0,0005$	0,0005
Комплекс ртутеметрический «Юлия-5КМ.2»		
0,0001	$\pm 0,000005$	0,000005
0,0010	$\pm 0,00005$	0,00005
0,0100	$\pm 0,0005$	0,0005
Комплекс ртутеметрический «Юлия-5КМ.3»		
в поддиапазоне от 0,01 до 0,10		
0,01	$\pm 0,001$	0,001
0,10	$\pm 0,01$	0,01
в поддиапазоне от 0,10 до 1,00		
0,10	$\pm 0,005$	0,005
1,00	$\pm 0,005$	0,05

6.3 Идентификация программного обеспечения (ПО).

6.3.1 Для определения идентификационного наименования ПО необходимо запустить файл Mercury.exe входящий в состав ПО. Нажать на экране монитора кнопку «Помощь», в выпавшем списке выбрать пункт «О программе». В открывшемся «окне» будет указано идентификационное наименование ПО – «GAUSS 8.0», рисунок 1.

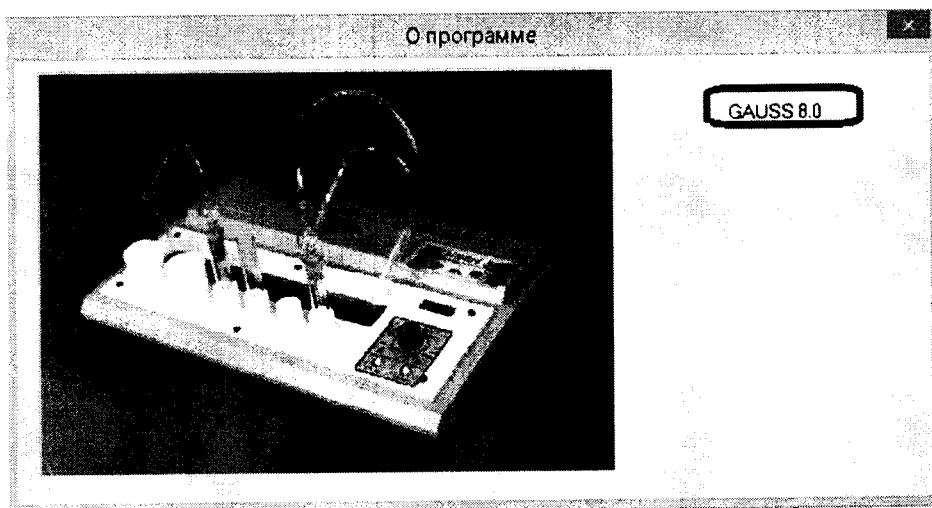


Рисунок 1.

6.3.2 Для определения номера версии (идентификационного номера) ПО необходимо найти загрузочный файл установленной программы «setup.exe». Нажав на него правой кнопкой «мышки» в выпавшем списке выбрать пункт меню «Свойства». В выпавшем окне выбрать закладку «Подробно». В таблице напротив пункта «Версия продукта» будет указан номер версии (идентификационный номер) ПО – «3.53», рисунок 2.

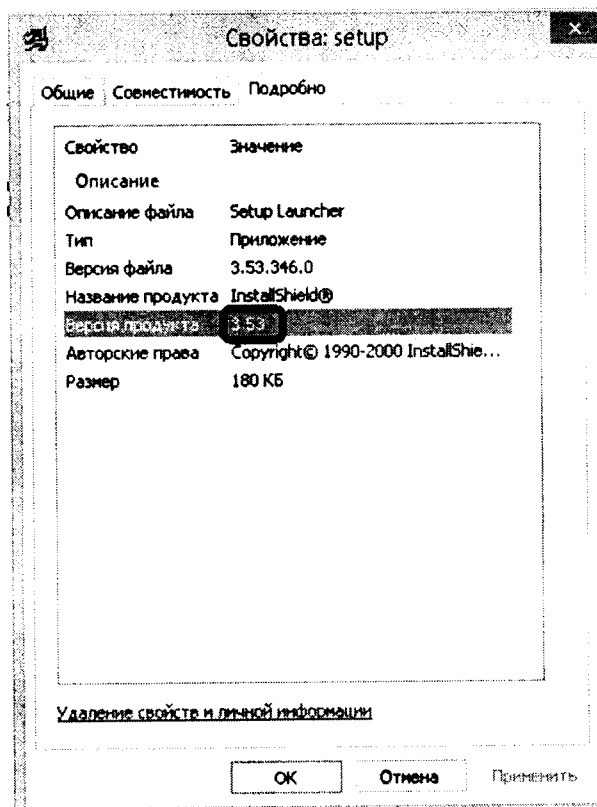


Рисунок 2.

6.3.3 Для определения цифрового идентификатора ПО необходимо найти файл Mercury.exe в папке с установленной программой и подсчитать его контрольную сумму по алгоритму MD5 – «ebc3eae4b965d6be8faee81c7af3def8».

7. Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки оформляются протоколом, форма которого приведена в Приложении А.

7.2 При первичной поверке знак поверки наносится в паспорте на комплекс, при периодической поверке знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

7.3 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке согласно Приложению 1 Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке, утверждённый приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015 г.

7.4 При отрицательных результатах поверки оформляют извещение о непригодности согласно Приложению 2 Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке, утверждённый приказом Минпромторга №1815 от 02.07.2015., а ранее выданное свидетельство аннулируют.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

**ПРОТОКОЛ
ПОВЕРКИ КОМПЛЕКСА РТУТЕМЕТРИЧЕСКОГО «ЮЛИЯ-5КМ__» № _____**

Принадлежащего _____

ИНН _____

Дата поверки _____

Условия проведения поверки:

- температура окружающей среды, °С _____

- относительная влажность, % _____

с использованием ГСО 8004-93/8006-93, относительная погрешность аттестованного значения ГСО не превосходит 1 % с вероятностью 95 %, дата выпуска _____, годен в течение 5 лет.

НД на методику поверки: методика поверки 4215-035-77187300-2015 МП

Результаты измерений:

1. Внешний осмотр: соответствует требованиям РЭ
2. Опробование: соответствует требованиям РЭ
3. Определение метрологических характеристик:

Диапазон измерений, мкг/дм ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %	Фактические результаты, %	Заключение (соответствует, не соответствует)
0,0001...0,0100	± 5		
0,01...0,10	± 10		
0,1...1,0	± 5		

Заключение: годен / негоден.

Поверитель _____

И Н С Т Р У К Ц И Я

**по приготовлению поверочных растворов
для поверки комплекса ртутеметрического «Юлия-5КМ»**

Настоящая инструкция устанавливает процедуру приготовления градуировочных и поверочных растворов, используемых для градуировки и поверки комплекса ртутеметрического «Юлия-5КМ», а также применяемые средства измерений, вспомогательное оборудование и химреактивы.

1 Требования к квалификации исполнителей

Приготовление растворов должен проводить инженер или техник, имеющий химическое образование и опыт работы в химико-аналитической лаборатории.

2 Указание мер безопасности

2.1. При приготовлении растворов должны быть предусмотрены меры защиты работающих от возможного воздействия опасных и ядовитых веществ.

2.2. Все виды работ, связанные с применением кислот, должны проводиться в помещении, оборудованном проточно-вытяжной вентиляцией.

2.3. Разбавленные растворы кислот готовят путём осторожного приливания кислоты к воде с перемешиванием раствора.

2.4. При попадании кислоты на кожу лучшим способом её удаления является обильное смывание струёй воды, нейтрализуя 5%-ным раствором натрия углекислого Na_2CO_3 с последующим повторным промыванием водой.

3 Подготовка к приготовлению поверочных растворов

3.1 Очистка лабораторной посуды.

3.1.1 Приготовление хромовой смеси. Для приготовления хромовой смеси применяются: калий двуххромовокислый ч.д.а. по ГОСТ 4220-75 и кислота азотная концентрированная ч.д.а. по ГОСТ 4461-77. Взвесить 200 г бихромата калия ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) и растворить его в 1000 см^3 концентрированной азотной кислоты.

3.1.2 Замочить используемую стеклянную посуду на 30 минут в хромовой смеси, тщательно промыть и ополоснуть её дистиллированной водой.

3.2 Приготовление вспомогательных растворов

3.2.1 Раствор для разбавления поверочных и градуировочных растворов готовят в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 , отбирая в неё 5 см^3 раствора бихромата калия (40 г/дм^3) пипеткой на 5 см^3 , добавляют 50 см^3 концентрированной азотной кислоты, мерным цилиндром на 50 см^3 , и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

3.2.2 Приготовление раствора бихромата калия (40 г/дм^3). Взвешивают 10 г соли, количественно переносят её в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

3.3 Приготовление исходных растворов.

Первый исходный раствор с массовой концентрацией ртути $100,0 \text{ мкг/см}^3$ готовят из раствора с ГСО 8004-93/8006-93 (1000 мкг/см^3).

Вскрывают одну ампулу, отбирают 5 см^3 раствора сухой пипеткой на 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления. Оставшийся раствор СО в ампуле хранению не подлежит. Приготовленный исходный раствор хранят в стеклянной ёмкости с притёртой пробкой.

Второй исходный раствор с массовой концентрацией ртути $1,0 \text{ мкг/см}^3$ готовят из первого исходного раствора ($100,0 \text{ мкг/см}^3$), отбирая $0,5 \text{ см}^3$ раствора пипеткой на $1,0 \text{ см}^3$ в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления.

Третий исходный раствор с массовой концентрацией ртути $0,1 \text{ мкг/см}^3$ (100 мкг/дм^3) готовят из второго исходного раствора ($1,0 \text{ мкг/см}^3$), отбирая 5 см^3 раствора пипеткой на 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления.

Четвертый исходный раствор с массовой концентрацией ртути $0,01 \text{ мкг/см}^3$ (10 мкг/дм^3) готовят из третьего исходного раствора (100 мкг/дм^3), отбирая 5 см^3 раствора пипеткой на 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления.

4 Подготовка поверочных растворов

4.1 Все исходные и поверочные растворы готовятся при температуре $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$. Процедура приготовления приведена в таблице 1. После разбавления растворы тщательно перемешиваются и дают им постоять в течение (4-6) часов. Свежеприготовленные растворы неоднородны.

4.2 Приготовление поверочных растворов

4.2.1 Для приготовления поверочного раствора с массовой концентрацией общей ртути 1 мкг/дм^3 отбирают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 5 см^3 третьего исходного раствора (100 мкг/дм^3) пипеткой на 5 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления.

4.2.2 Для приготовления поверочного (и градуировочного) раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,5 \text{ мкг/дм}^3$ и поверочного раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,1 \text{ мкг/дм}^3$ отбирают в мерные колбы вместимостью 50 см^3 последовательно $2,5$ и $0,5 \text{ см}^3$ четвертого исходного раствора с массовой концентрацией общей ртути 10 мкг/дм^3 пипеткой на 5 см^3 и 1 см^3 соответственно и доводят до метки раствором для разбавления.

4.2.3 Для приготовления поверочного (и градуировочного) раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,05 \text{ мкг/дм}^3$ и поверочного раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,01 \text{ мкг/дм}^3$ отбирают в мерные колбы вместимостью 50 см^3 последовательно $0,25$ и $0,05 \text{ см}^3$ четвертого исходного раствора с массовой концентрацией общей ртути 10 мкг/дм^3 пипеткой вместимостью 5 см^3 и 1 см^3 соответственно и доводят до метки раствором для разбавления.

4.2.4 Для приготовления поверочного (и градуировочного) раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,005 \text{ мкг/дм}^3$ и поверочного раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,001 \text{ мкг/дм}^3$ отбирают в мерные колбы вместимостью 50 см^3 последовательно 5 и 1 см^3 поверочного раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,05 \text{ мкг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 и 1 см^3 соответственно и доводят до метки раствором для разбавления.

4.2.5 Для приготовления поверочного (и градуировочного) раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,0005 \text{ мкг/дм}^3$ и поверочного раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,0001 \text{ мкг/дм}^3$ отбирают в мерные колбы вместимостью 50 см^3 последовательно 5 и 1 см^3 поверочного раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,005 \text{ мкг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 и 1 см^3 соответственно и доводят до метки раствором для разбавления.

4.2.6 Для приготовления поверочного раствора с массовой концентрацией общей ртути $0,004 \text{ мкг/дм}^3$ отбирают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 поверочный раствор с массовой концентрацией общей ртути $0,005 \text{ мкг/дм}^3$ пипеткой вместимостью 5 см^3 и доводят до метки раствором для разбавления.

Таблица. Процедура приготовления исходных и поверочных растворов.

Номера исходных (1-4) и поверочных (5-14) растворов	Раствор для приготовления			Полученный раствор		Коэффициент разбавления	Погрешность приготовления раствора, %
	Массовой концентрации ртути, мкг/дм^3	Пипетка, см^3	Отбираемый пипеткой объём, см^3	Массовой концентрации, ртути мкг/дм^3	Объём колбы, см^3		
0.	10^6 (ГСО 8004-93/8006-96)						$\pm 1,0$
1.	10^6	5	5	10^5	50	1:10	$\pm 1,6$
2.	10^5	1	0,5	10^3	50	1:100	$\pm 2,8$
3.	10^3	5	5	100	50	1:10	$\pm 3,3$
4.	100	5	5	10	50	1:10	$\pm 3,8$
5.	10	5	5	1	50	1:10	$\pm 4,2$
6.	10	5	2,5	0,5	50	1:20	$\pm 4,3$
7.	10	1	0,5	0,1	50	1:10	$\pm 4,3$
8.	10	1	0,25	0,05	50	1:200	$\pm 4,5$
9.	10	1	0,05	0,01	50	1:1.000	$\pm 4,5$
10.	0,05	5	5	0,005	50	1:2.000	$\pm 4,7$
11.	0,05	5	4	0,004	50	1:1.600	$\pm 4,7$
12.	0,05	1	1	0,001	50	1:10.000	$\pm 4,9$
13.	0,005	5	5	0,005	50	1:20.000	$\pm 4,9$
14.	0,0005	1	1	0,0001	50	1:100.000	$\pm 5,2$

4.3 Правила и сроки хранения растворов

4.3.1 Срок хранения стандартного образца с массовой концентрацией ртути 1 мг/см^3 (1000 мкг/см^3) ГСО 8004-93/8006-93 в запаянной ампуле составляет 5 лет с момента изготовления; хранится в тёмном месте при комнатной температуре не выше $28 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.3.2 Первый и второй исходные растворы хранятся в холодильнике сроком до 1 года.

4.3.3 Третий и четвертый исходные растворы хранятся в холодильнике сроком до 6 месяцев.

4.3.4 Поверочные растворы готовятся в день проведения поверки. Поверку желательно проводить в течение дня.

4.3.5 Хромовую смесь хранят в широком толстостенном сосуде, с герметичной крышкой под тягой, изменение окраски из жёлто-оранжевого цвета до зелёного свидетельствует о необходимости его замены.

4.3.6 Раствор хлорида олова хранится в холодильнике в течение 1 недели.

4.3.7 Раствор для разбавления хранится в течение 3 месяцев.

4.3.8 Поглощающий раствор хранится в тёмной склянке в холодильнике в течение 6 месяцев.