

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора по инновациям  
ФГУП «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов  
«19» августа 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**АНАЛИЗАТОРЫ РТУТИ**  
**серии МА**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**  
**МП 052.Д4-19**

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Негода  
«19» августа 2019 г.

Главный научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИОФИ»

В.Н. Крутиков  
«19» августа 2019 г.

Москва  
2019 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы ртути серии МА (далее – анализаторы ртути), предназначенные для измерений массовой концентрации ртути в анализируемых пробах в условиях лаборатории, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

## 2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции при проведении первичной и периодической поверок

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При вводе в эксплуатацию и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона измерений массовой концентрации ртути	8.4.1	Да	Да
6	Расчет относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути	8.4.2	Да	Да
7	Определение пределов обнаружения массовой концентрации ртути	8.4.3	Да	Да

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

2.3 Поверку средства 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 должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1	Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов ртути (II) (ГСО 7343-96)	Аттестованное значение массовой концентрации ионов ртути от 0,95 до 1,05 мг/см <sup>3</sup> Границы относительной погрешности концентрации элемента $\pm 1\%$ при доверительной вероятности P=0,95
Вспомогательные средства поверки:		
7.4	Кислород газообразный технический и медицинский по ГОСТ 5583-78	Объемная доля кислорода не менее 99,5 %
8.4	Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74	Номинальная вместимость мерной колбы 50 см <sup>3</sup> Номинальная вместимость мерной колбы 1000 см <sup>3</sup>
	Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336-82	-
	Весы электронные Explorer EP114C (далее - весы) регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 16313-03	Предел взвешивания 110 г Цена поверочного деления 1 мг Предел допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,75$ мг
	Дозаторы автоматические и механические одноканальные «ВЮНИТ» (далее – механический дозатор) регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 36152-12	Объем дозирования от 0,1 до 1,0 мл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 2,0 %
		Объем дозирования от 1,0 до 10,0 мл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 3,0 % Объем дозирования от 0,020 до 0,20 мл; допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 2,5 %



Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72	pH воды от 5,4 до 6,6
Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-84	Массовая доля азотной кислоты не менее 70 %
L-цистеин ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -меркаптопропионовая кислота)	Массовая доля L-цистеина не менее 98,0 %

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

#### 4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации анализаторов ртути, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при 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 12.2.003-91, ГОСТ 12.2.007.0-75, 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 12.1.019-2017. 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 по ГОСТ 12.1.019-2017, а также требования руководства по эксплуатации анализаторов ртути.

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 поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104;
- напряжение, В от 187 до 240;
- частота, Гц от 49 до 51.

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим и оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями СП 60.13330.2016 и ГОСТ 12.4.021-75.

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

#### 7 Подготовка к поверке

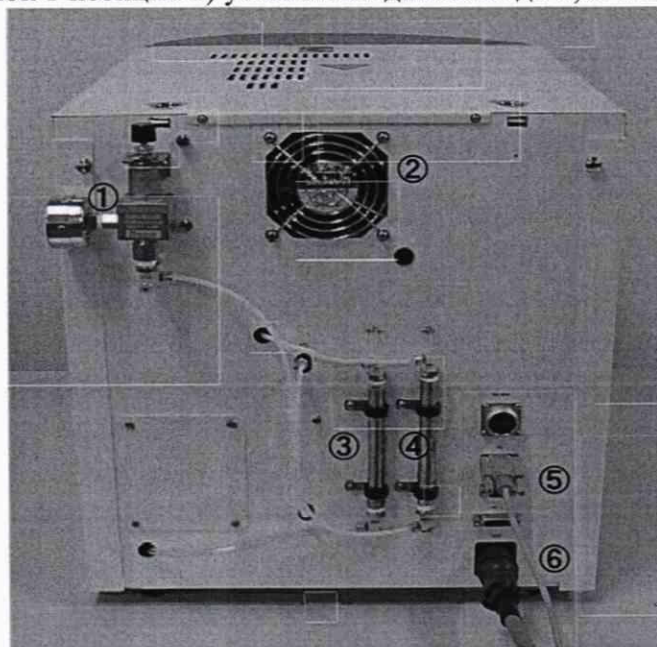
7.1 Проверить наличие оборудования для проведения поверки анализаторов ртути, указанных в таблице 2.



7.2 Выдержать анализаторы ртути в течение 40 минут в условиях указанных в п. 6.1 настоящей методики поверки.

7.3 Подключить анализатор ртути к персональному компьютеру (ПК) в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.4 Анализаторы ртути модели МА-3000 в качестве газа-носителя используют газообразный кислород. Необходимо подсоединить подачу газообразного кислорода ГОСТ 5583-78. От баллона газ подается к анализатору ртути при помощи пластиковой трубки из комплекта диаметром 4 мм. На баллоне с газообразным кислородом при помощи редуктора установить подачу газа под давлением от 0,1 до 0,5 МПа, на редукторе анализатора ртути (рисунок 1 позиция 1) установить давление до 0,05 МПа.



- 1 - Регулятор давления (редуктор), подключается к кислородному баллону; 2 - Вентилятор корпуса для отвода тепла; 3, 4 - Фильтры с активированным углем для выходных газов, используются для удаления ртути из выходных газов; 5 - Порт соединения с ПК Порт для соединения системы к ПК;  
6 - Порт подсоединения кабеля питания

Рисунок 1 – Задняя панель анализатора ртути модели МА-3000

7.5 Анализаторы ртути модели МА-3 Solo в качестве газа-носителя используют атмосферный воздух. Дополнительное подключение газа-носителя не требуется.

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром анализатора ртути должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер анализатора;
- соответствие комплектности анализатора ртути требованиям нормативно-технической документации (руководство по эксплуатации и описание типа);
- отсутствие на наружных поверхностях анализатора ртути повреждений, влияющих на его работоспособность;

8.1.2 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

### 8.2 Опробование

8.2.1 Включить анализаторы ртути в соответствии с руководством по эксплуатации.

## 8.2.2 Запустить на персональном компьютере (ПК) программное обеспечение (ПО)

«MA3Win» для модели MA-3000 , «MASolo3Win» для модели MA-3 Solo .

8.2.3 При запуске ПО отображается стартовое окно системы и выполняется проверка оборудования.

8.2.3.1 Для модели MA-3000 открывается стартовое окно системы ПО, указанное на рисунке 2. В диалоговом окне «Check of flow path» нажать кнопку «Yes», автоматически выполняется процедура проверки функциональности: проверка скорости потока, кондиционирования линий и нагрева всех нагревателей.

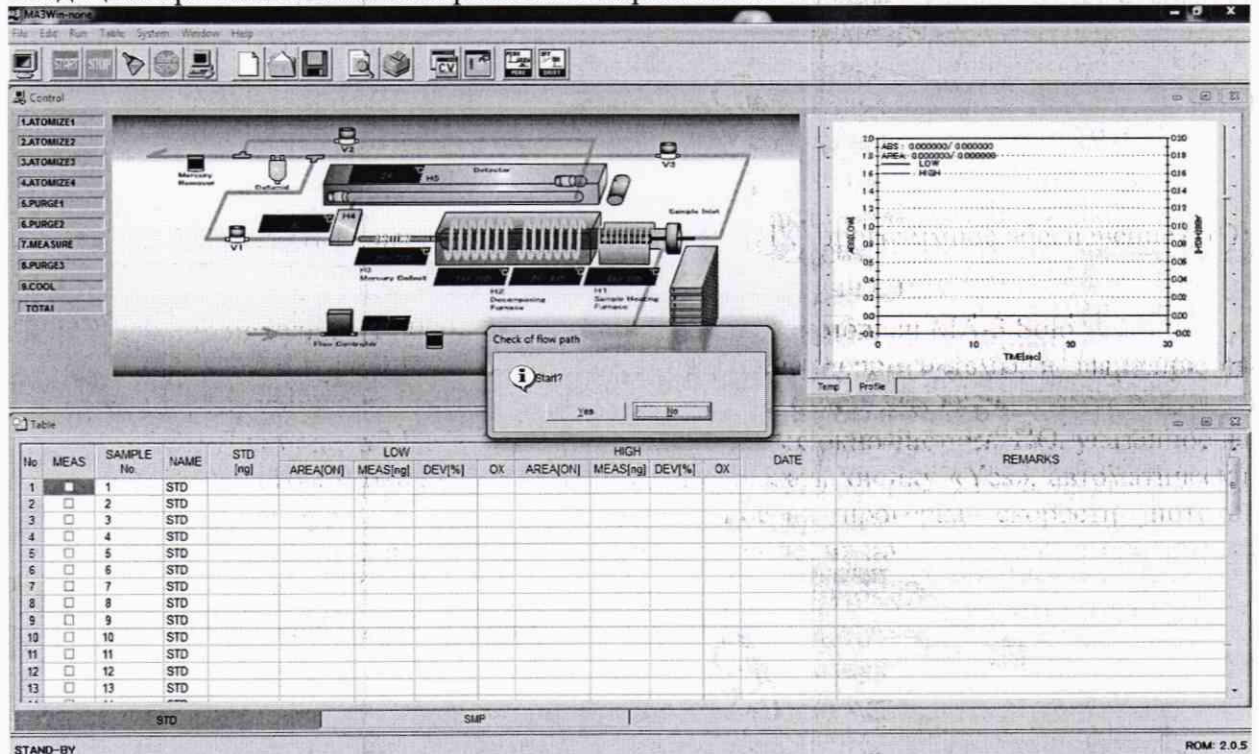


Рисунок 2 - Стартовое окно модели MA-3000

8.2.3.2 Для модели MA-3 Solo открывается стартовое окно системы, указанное на рисунке 3. В диалоговом окне «Boot Menu» выбрать «Self Check» проверка состояния устройства.

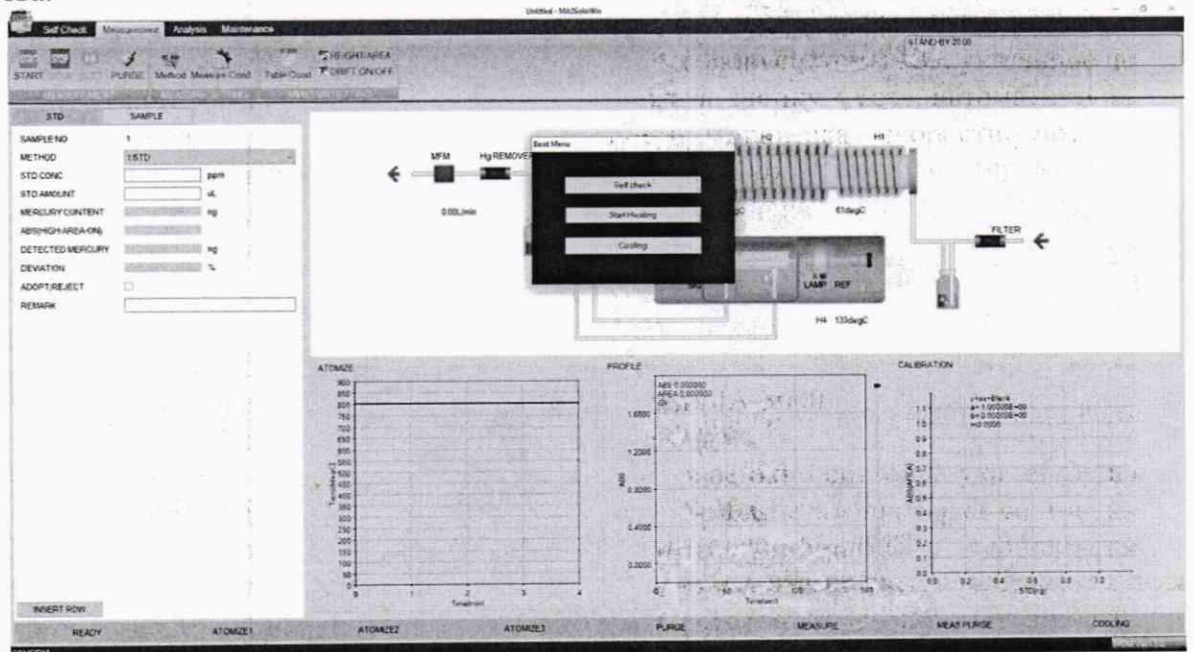


Рисунок 3 - Стартовое окно модели MA-3 Solo



В открывшемся диалоговом окне «Self Check Condition» установить значение 0,001 абс. ед., нажать кнопку «Start». Выполните действия, указанные на всплывающих окнах, в соответствии с руководством по эксплуатации для подготовки анализатора ртути к измерениям. Автоматически выполняется проверка сигналов детектора, нагрев нагревателей, проверка уровня фонового сигнала и уровня бланка (рисунок 4).

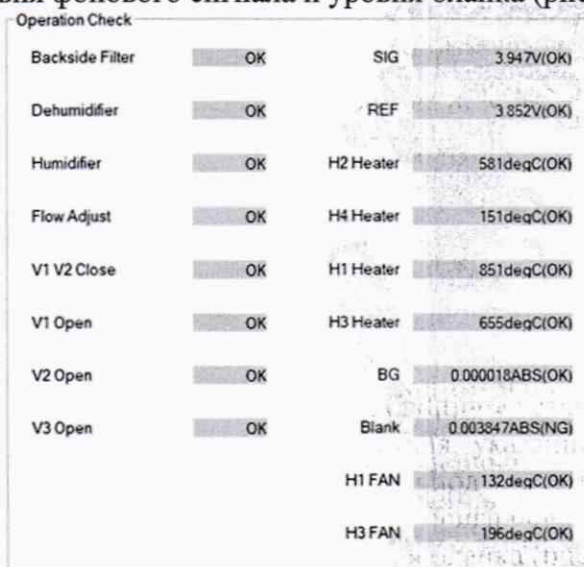


Рисунок 4 – Отчет автоматической проверки функциональности MA-3solo

Если напротив всех проверяемых характеристик стоит «Ok», то на этом, процедура автоматической проверки функциональности MA-3solo закончена, и анализатор ртути готово к измерениям.

8.2.2.3 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если все этапы проверки пройдены без сообщений об ошибках.

### 8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

Проверить соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на анализаторы ртути.

8.3.1 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения анализаторов ртути для модели MA-3000 необходимо в рабочем окне ПО зайти во вкладку «Help» и затем выбрать на раздел «About...». На рабочем окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 5).

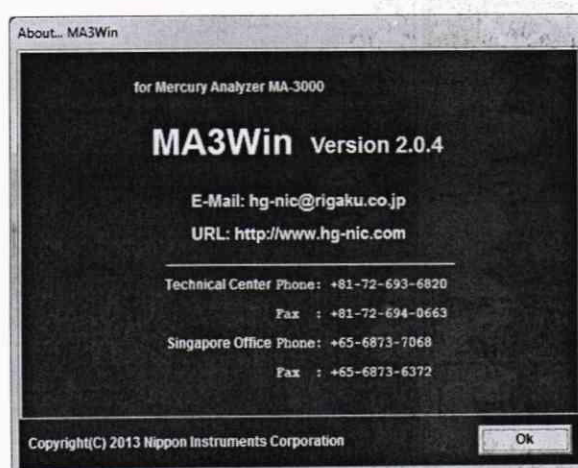


Рисунок 5 - Идентификационные данные ПО модели MA-3000

### 8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения


анализаторов ртути для модели MA-3solo необходимо нажать на значок  в левом верхнем углу экрана и затем выбрать на раздел «About...». На рабочем окне программы отобразится наименование и номер версии программного обеспечения (см. рисунок 6).



Рисунок 6 - Идентификационные данные ПО модели MA-3solo

8.3.2 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	MA-3000	MA-3 Solo
Идентификационное наименование ПО	MA3Win	MA3Solo3Win
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.0	1.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	-

## 8.4 Определение метрологических характеристик

### 8.4.1 Определение диапазона измерений массовой концентрации ртути

8.4.1.1 Зависимость величины сигнала от концентрации устанавливаются с помощью калибровочного графика.

Анализаторы ртути работают в двух режимах измерений концентраций низкий («LOW») и высокий («HIGH»). У анализаторов ртути модели MA-3000 переключение между режимами происходит автоматически при определении концентрации. Измерение в низком («LOW») режиме производится при концентрации в диапазоне от 0,05 до 1,0 мг/л, в высоком («HIGH») от 1,0 до 20,0 мг/л.

У анализаторов ртути модели MA-3 Solo переключение между режимами производится вручную при помощи настройки параметров измерения. Измерение в низком («LOW») режиме производится при концентрации в диапазоне от 0,05 до 10,0 мг/л, в высоком («HIGH») от 10,0 до 100,0 мг/л.

Построение калибровочного графика измерений производится при помощи анализа растворов ртути (калибровочных растворов), приготовленных в соответствии с методикой приготовления (приложение Б п. Б.7.4), с концентрациями для модели MA-3000 0,02; 0,10 мг/л для нижнего предела диапазона измерений и 5,0; 10,0; 18,0 мг/л для верхнего предела диапазона; для модели MA-3 Solo 1,0; 5,0; 10,0 мг/л для нижнего предела диапазона измерений и 10,0; 50,0; 100,0 мг/л для верхнего предела диапазона. Для анализа отбирается механическим дозатором 100,0 мкл каждого из калибровочных растворов и помещается в кювету из комплекта анализатора ртути.

#### 8.4.1.2 Модель MA-3000



Для проведения анализа необходимо в рабочем окне программы нажать на вкладку «Table» и выбрать опцию «Table Conditions» (рисунок 7).

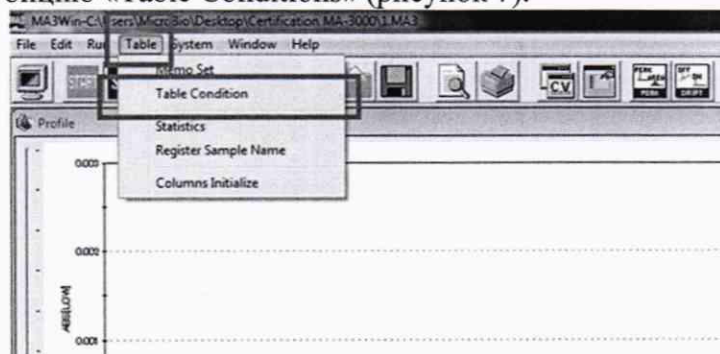


Рисунок 7

В отобразившемся окне «Table Condition», установить настройки в соответствии с рисунком 8.

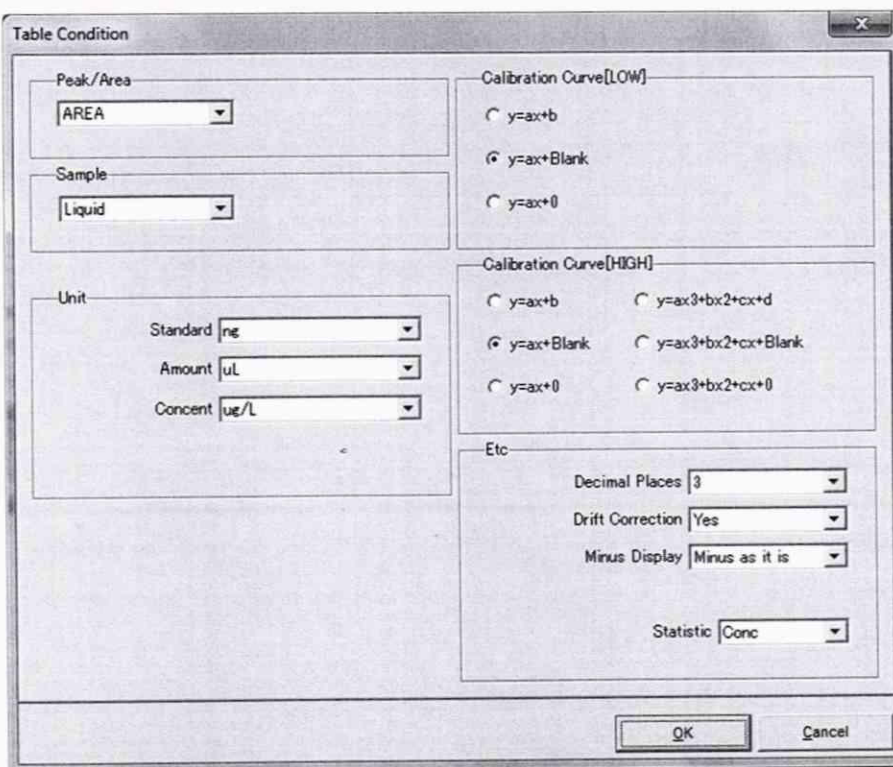


Рисунок 8 – Окно «Table Condition»

Выполнить очистку анализатора ртути и кювет из комплекта в соответствии с руководством по эксплуатации. После завершения очистки анализатора ртути во вкладке «STD» в столбце «NAME» выбираем «STD» (стандарт) в рабочем окне ПО, в столбце «SAMPLE No» устанавливается порядковый номер кювет (рисунок 9).

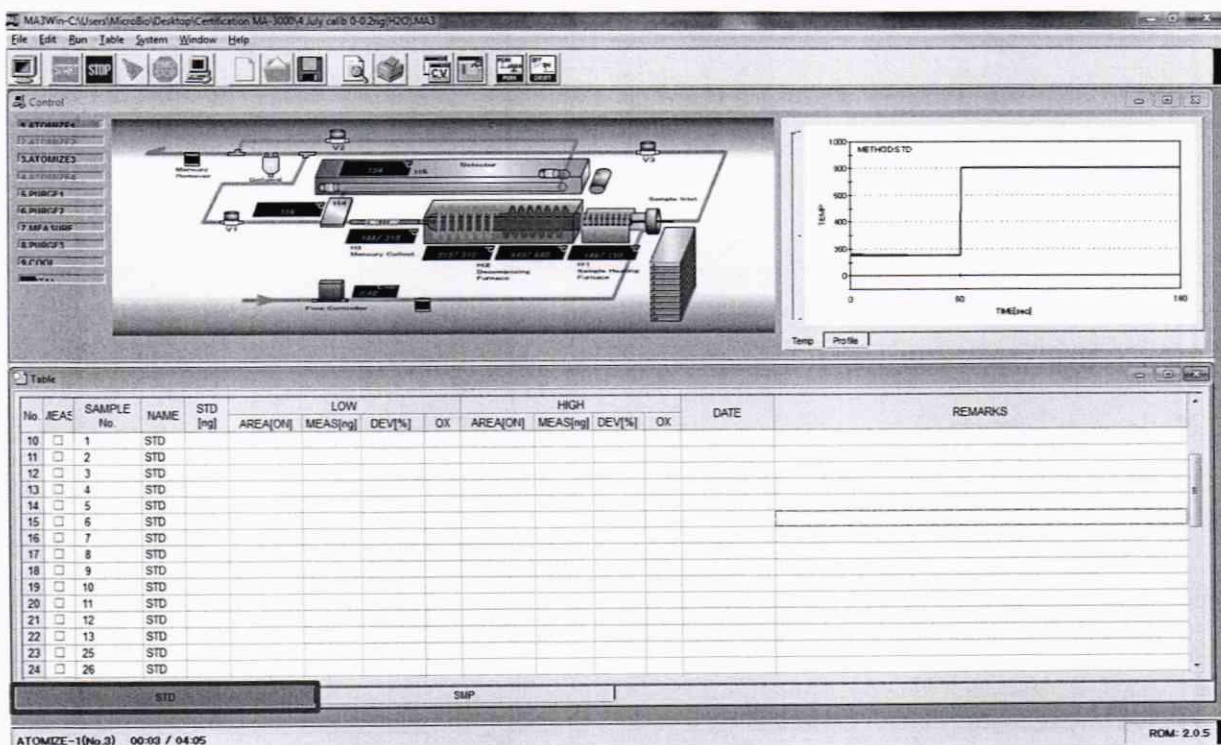


Рисунок 9

В столбце «STD» (стандарт) при нажатии на ячейку «STD» появляется всплывающее окно «STD INPUT», в котором устанавливается объем пробы 100 мкл (рисунок 10).

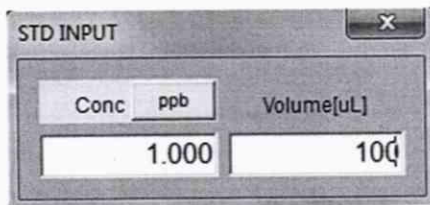


Рисунок 10 - Окно «STD INPUT»

В столбце «MEAS» отмечают галочкой образцы, которые будут анализировать. Для начала измерений нажать кнопку «START». Проводят по два измерения каждого калибровочного раствора, после каждого измерения калибровочная кривая автоматически обновляется.

После того, как калибровочные кривые для нижнего и верхнего диапазона построены, можно выполнять анализ контрольных растворов.

#### 8.4.1.3 Модель MA-3 Solo

Для проведения анализа необходимо в рабочем окне программы нажать на вкладку «Measurement» и выбрать опцию «Table Cond.» на панели инструментов (рисунок 11).



Рисунок 11

В открывшемся диалоговом окне «Table Conditions» во вкладке «Calibration» для нижнего диапазона установить настройки в соответствии с рисунком 12, для верхнего в строке «Conc» установить «ppm».



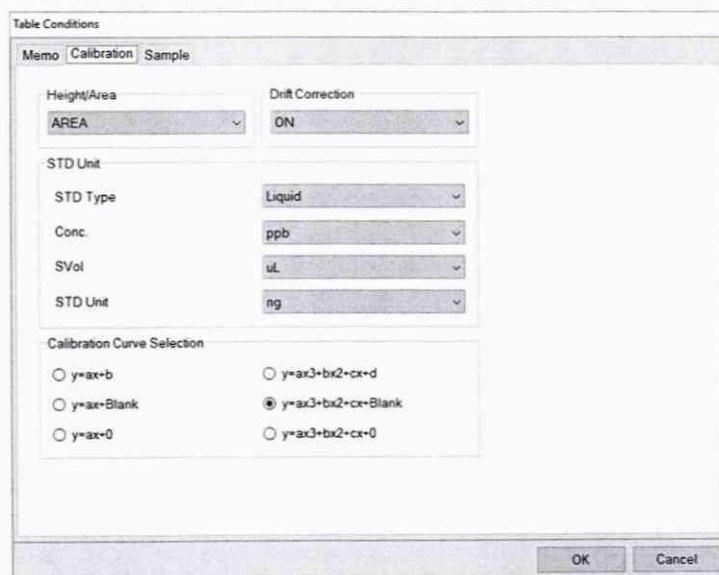


Рисунок 12 – Окно «Table Conditions» вкладка « Calibration »

Во вкладке «Sample» для двух диапазонов установить настройки в соответствии с рисунком 13. Нажать «Ok».

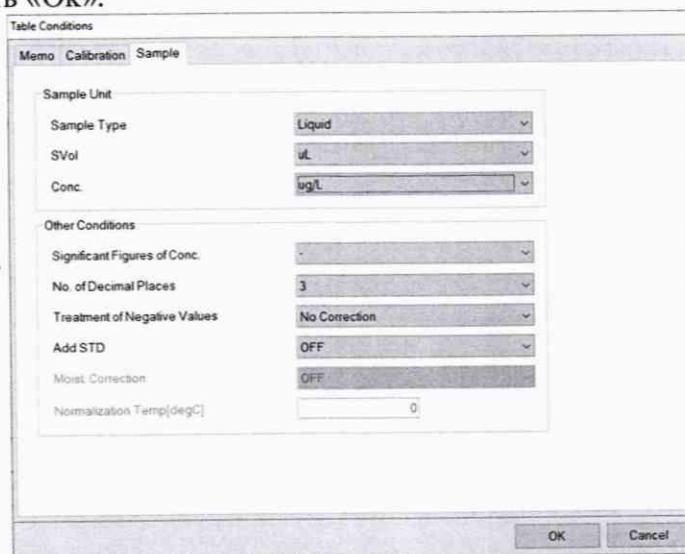


Рисунок 13 – Окно «Table Conditions» вкладка «Sample»

В рабочем окне программы нажать на вкладку «Measurement» и выбрать опцию «Measure Cond.» на панели инструментов. В открывшемся диалоговом окне «Measurement Conditions» для нижнего диапазона установить настройки в соответствии с рисунком 14, для верхнего диапазона в строке «Measurement Range» выбрать «HIGH».

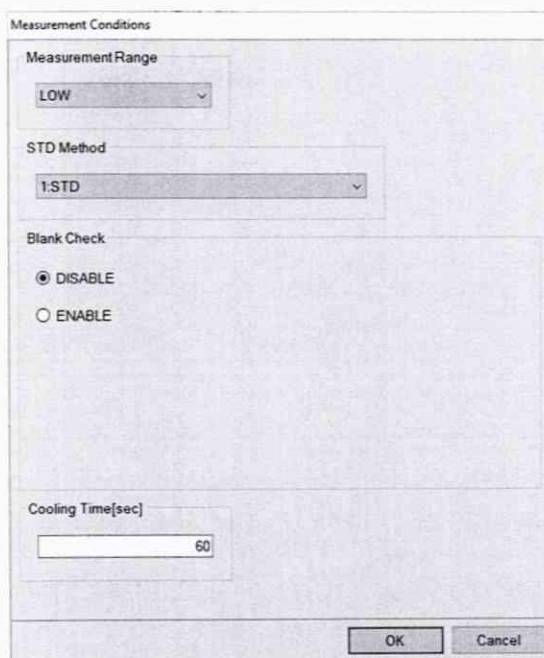


Рисунок 14 - Окно «Measurement Conditions»

Выполнить очистку анализатора ртути и кювет из комплекта в соответствии с руководством по эксплуатации. После завершения очистки анализатора ртути в рабочем окне нажать «Analysis» выбрать вкладку «STD», в столбце «Method» установить метод «STD», в столбце «Meas» отмечают галочкой образцы, которые будут анализировать. В столбце «STD» (стандарт) ввести значения концентраций растворов, в столбце «SVOL» ввести объем исследуемого образца 100 мкл (рисунок 15).

No.	MEAS	METHOD	STD [ppb]	SVOL [uL]	STD [ng]	HIGH AREA-ON	MEAS [ng]	DEV [%]	OK	DATE
1	<input checked="" type="checkbox"/>	1:STD	0.000	100.000	0.000					
2	<input type="checkbox"/>	1:STD	0.000	100.000	0.000					
3	<input type="checkbox"/>	1:STD	0.000	100.000	0.000					
4	<input type="checkbox"/>	1:STD	1000.000	100.000	100.000					
5	<input type="checkbox"/>	1:STD	1000.000	100.000	100.000					
6	<input type="checkbox"/>	1:STD	1000.000	100.000	100.000					
7	<input type="checkbox"/>	1:STD	5000.000	100.000	500.000					
8	<input type="checkbox"/>	1:STD	5000.000	100.000	500.000					
9	<input type="checkbox"/>	1:STD	5000.000	100.000	500.000					
10	<input type="checkbox"/>	1:STD	10000.000	100.000	1000.000					
11	<input type="checkbox"/>	1:STD	10000.000	100.000	1000.000					
12	<input type="checkbox"/>	1:STD	10000.000	100.000	1000.000					

Рисунок 15



Поместите кювету в порт образца в соответствии с руководством по эксплуатации, закрыть порт образца и нажмите на кнопку «START» на верхней панели инструментов. Проводят по два измерения каждого калибровочного раствора, после каждого измерения калибровочная кривая автоматически обновляется.

Для выполнения нового анализа необходимо извлечь кювету из порта для образца, загрузить новую кювету с образцом и закрыть порт для образца. В рабочем окне нажать кнопку «NEXT» для перехода к следующему анализу, после чего кнопка «START» станет активна. Нажмите на «START» для запуска следующего анализа.

После того, как калибровочные кривые для нижнего и верхнего диапазона построены, проводят анализ контрольных растворов.

#### 8.4.1.4 Измерение контрольных растворов для модели МА-3000

Выполнить очистку анализатора ртути и кювет из комплекта в соответствии с руководством по эксплуатации. После завершения очистки анализатора ртути в рабочем окне выбрать вкладку «SMP» в нижней части таблицы. В столбце «Method» установить метод «STD», в столбце «Meas» отмечают галочкой образцы, которые будут анализировать, в столбце «SVOL» ввести объем исследуемого образца 100 мкл.

Поместите кювету в порт образца в соответствии с руководством по эксплуатации, закрыть порт образца и нажмите на кнопку «START» на верхней панели инструментов. После завершения анализа в столбце «CONC» отображаются результаты измерений.

Проводят по 5 измерений каждого контрольного раствора с концентрациями 0,05; 0,10; 2,50; 20,00 мг/л.

#### 8.4.1.5 Измерение контрольных растворов для модели МА-3 Solo

Выполнить очистку анализатора ртути и кювет из комплекта в соответствии с руководством по эксплуатации. После завершения очистки анализатора ртути в рабочем окне выбрать опцию «Analysis» нажать на вкладку «SAMPLE». В столбце «Method» установить метод «STD», в столбце «Meas» отмечают галочкой образцы, которые будут анализировать, в столбце «SVOL» ввести объем исследуемого образца 100 мкл.

Поместите кювету в порт образца в соответствии с руководством по эксплуатации, закрыть порт образца и нажмите на кнопку «START» на верхней панели инструментов. После завершения анализа в столбце «CONC» отображаются результаты измерений.

Проводят по 5 измерений каждого контрольного раствора с концентрациями 0,05; 5,00; 10,00; 50,00; 100,00 мг/л.

8.4.1.6 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерений массовой концентрации ртути для модели МА-3000 составляет от 0,05 до 20,0 мг/л, для модели МА-3 Solo от 0,05 до 100,0 мг/л.

### 8.4.2 Расчёт относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути

8.4.2.1 По результатам измерений, полученным в п. 8.4.1.4 для модели МА-3000 и п. 8.4.1.5 для модели МА-3 Solo, рассчитывают среднее значение массовой концентрации каждого контрольного раствора ртути, мг/л, по формуле (1):

$$\bar{C}_{Hg} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n}, \quad (1)$$

где  $C_i$  – измеренное значение концентрации ртути в контрольных растворах, мг/л;  
 $n$  – количество измерений.

8.4.2.2 Для каждого контрольного раствора ртути вычисляют относительную погрешность измерений массовой концентрации ртути, %, по формуле (2):

$$\delta = \frac{C_{ном} - \bar{C}_{Hg}}{C_{ном}} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $\bar{C}_{Hg}$  - среднее значение массовой концентрации ртути, мг/л;

$C_{ном}$  – номинальное значение концентрации контрольного раствора ртути, мг/л.

8.4.2.3 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если значения относительной погрешности измерений массовой концентрации не превышают  $\pm 10\%$ .

#### 8.4.3 Определение пределов обнаружения массовой концентрации ртути

8.4.1 Операцию определение пределов обнаружения массовой концентрации ртути проводят аналогично определению массовой концентрации ртути в контрольных растворах при использовании в качестве образца холостой пробы, не содержащей ионов ртути Государственного стандартного образца ГСО 7343-96. Измерения производят с использованием дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72.

##### 8.4.2 Модель МА-3000

Выполнить очистку анализатора ртути и кювет из комплекта в соответствии с руководством по эксплуатации. По построенным в п. 8.4.1 калибровочным графикам для диапазона в низком «LOW» и высоком «HIGH» режиме, проводят пятикратное измерение дистиллированной воды аналогично измерениям контрольных образцов в п. с 8.4.1.4.

##### 8.4.3 Модель МА-3 Solo

Выполнить очистку анализатора ртути и кювет из комплекта в соответствии с руководством по эксплуатации. Проводят определение пределов обнаружения массовой концентрации ртути с настройками анализатора для диапазона в низком «LOW» и высоком «HIGH» режиме. Для этого по построенным в п. 8.4.1 калибровочным графикам проводят пятикратное измерение дистиллированной воды аналогично измерениям контрольных образцов в п. с 8.4.1.5.

8.4.4 Рассчитывается среднее арифметическое измеренных значений массовой концентрации ртути, полученных в пп. 8.4.2, 8.4.3, по формуле (1).

8.4.5 Рассчитывается стандартное квадратическое отклонение измеренных значений массовой концентрации ртути, мг/л, по формуле (3):

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

где  $C_i$  – измеренное значение концентрации ртути в холостой пробе, мг/л;

$\bar{C}_{Hg}$  - среднее арифметическое значение массовой концентрации ртути в холостой пробе, мг/л;

$n$  – количество измерений.

8.4.6 Пределы обнаружения массовой концентрации ртути, мг/л, вычисляют по формуле (4):

$$C_{пр} = \bar{C}_{Hg} + k \cdot S, \quad (4)$$

где  $k$  – константа, при доверительной вероятности ( $P = 0,99$ )  $k = 3$ .

8.4.7 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если пределы обнаружения массовой концентрации ртути не превышают значений для модели МА-3000 низкий диапазон  $\pm 0,001$  мг/л, высокий диапазон  $\pm 0,01$  мг/л, для модели МА-3 Solo низкий диапазон  $\pm 0,005$  мг/л, высокий диапазон  $\pm 0,01$  мг/л.



## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение А).

9.2 Анализаторы ртути, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки методом наклеивания на свидетельство о поверке согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Анализаторы ртути, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению. На них выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А.Н. Шобина

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»

Я.И. Ермакова

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»

В.А. Кормилицына

**ПРИЛОЖЕНИЕ А****(Обязательное)**

к Методике поверки МП 052.Д4-19

«ГСИ. Анализаторы ртути серии МА. Методика поверки»

**ПРОТОКОЛ****первичной / периодической поверки****от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_ года****Средство измерений:** Анализаторы ртути серии МА

(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 052.Д4-19 «ГСИ. Анализаторы ртути серии МА. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» «19» августа 2019 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 воздуха, %, не более
- атмосферное давление, кПа
- напряжение, В
- частота, Гц

**Внешний осмотр:** \_\_\_\_\_**Проверка идентификации программного обеспечения:**

Таблица А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	МА-3000	МА-3 Solo
Идентификационное наименование ПО	MA3Win	MASolo3Win
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.0	1.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	-

**Опробование:** \_\_\_\_\_



**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

Таблица А.2 - Результаты измерений

Наименование характеристики	Результат	Значение	
		МА-3000	МА-3 Solo
Диапазон измерений массовой концентрации ртути, мг/л		от 0,05 до 20,0	от 0,05 до 100,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути, %		$\pm 10$	$\pm 10$
Пределы обнаружения массовой концентрации ртути, не более, мг/л, в режиме измерений диапазона: - низкий - высокий		$\pm 0,001$ $\pm 0,01$	$\pm 0,005$ $\pm 0,01$

**Рекомендации**

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:**

подписи, ФИО, должность

**ПРИЛОЖЕНИЕ Б**  
**(Обязательное)**  
**к Методике поверки МП 052.Д4-19**  
**«ГСИ. Анализаторы ртути серии МА. Методика поверки»**

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ  
РТУТИ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7343-96**

**Б.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов ионов ртути на основе разбавления ГСО 7343-96. Растворы ионов ртути предназначены для поверки анализаторов ртути серии МА. Значение массовой концентрации ионов ртути в экземпляре стандартного образца от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>.

**Б.2 Нормы и погрешности**

**Б.2.1** Характеристики погрешности 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 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**

Допускается применение других средств измерений, приборов и реактивов, не приведенных в п. Б.3, обеспечивающих процедуру приготовления растворов ионов ртути для проведения поверки анализаторов ртути с требуемой точностью.

**Б.3.1** Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74.

**Б.3.2** 1-канальный механический дозатор «ВІОНІТ М1000» (далее – пипет-дозатор) с варьируемым объемом дозирования от 0,1 до 1,0 мл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре  $(22 \pm 2)$  °С составляет от 0,6 до 2,0 % или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91.

**Б.3.3** 1-канальный механический дозатор «ВІОНІТ М1000» (далее – пипет-дозатор) с варьируемым объемом дозирования от 1,0 до 10,0 мл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от



номинального при температуре  $(22 \pm 2)$  °С составляет от 0,6 до 3,0 %, или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91.

Б.3.4 1-канальный механический дозатор «ВЮНІТ М1000» (далее – пипет-дозатор) с варьируемым объемом дозирования от 0,020 до 0,20 мл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре  $(22 \pm 2)$  °С составляет от 0,6 до 2,5 %, или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29228-91.

Б.3.5 Стандартный образец состава водных растворов ионов ртути (II) ГСО 7343-96. Аттестованное значение массовой концентрации ионов ртути от 0,95 до 1,05 мг/см<sup>3</sup>, границы относительной погрешности концентрации элемента  $\pm 1$  % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Б.3.6 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. «Вода дистиллированная. Технические условия.» рН воды от 5,4 до 6,6.

Б.3.7 L-цистеин ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -меркапто пропионовая кислота). Массовая доля L-цистеина не менее 98,0 %.

Б.3.8 Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-84. Технические условия. Массовая доля азотной кислоты не менее 70 %

Б.3.9 Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336-82.

Б.3.10 Весы электронные Explorer EP114C. Предел взвешивания 110 г, цена поверочного деления 1 мг, предел допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,75$  мг.

#### Б.4 Требования безопасности

Применение ГСО 7343-96 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

#### Б.5 Требования к квалификации оператора

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

#### Б.6 Условия приготовления растворов ионов ртути

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

- температура окружающего воздуха, оС

от + 15 до + 25;

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

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

#### Б.7 Приготовление растворов ионов ртути

##### Б.7.1 Приготовить фоновый раствор 0,001 % L-цистеина:

Отвесить 10 мг L-цистеина  $\text{HSCH}_2\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOH}$  (не цистина) в стаканчике для взвешивания по ГОСТ 25336-82 на весах. Затем пересыпать навеску в мерную объемом колбу 1000 мл. Стаканчики для взвешивания ополаскивают дистиллированной водой, сливая дистиллированную воду с остатками навески в колбу. Колбу наполняют дистиллированной водой на 2/3 объема и растворяют навеску, осторожно перемешивая содержимое колбы круговыми движениями. Затем пипеткой или пипет-дозатором добавить в колбу 2 мл азотной кислоты, довести до метки дистиллированной водой. Закрывать колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Хранить раствор в прохладном темном месте.

Б.7.2 Приготовить основной раствор №1 ионов ртути с концентрацией 100,0 мг/л. Вскрыть ампулу ГСО 7343-96 с массовой концентрацией ионов ртути (II) 1,0 г/л. Отобрать из ампулы пипеткой или пипет-дозатором 5,0 мл раствора ГСО. Перенести в мерную колбу объемом 50 мл и довести до метки фоновым раствором 0,001 % L-цистеина. Закрывать колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

##### Б.7.3 Приготовить основной раствор №2 ионов ртути с концентрацией 50,0 мг/л.

Вскрыть ампулу ГСО 7343-96 с массовой концентрацией ионов ртути (II) 1,0 г/л. Отобрать из ампулы пипеткой или пипет-дозатором 2,5 мл раствора ГСО. Перенести в мерную колбу объемом 50 мл и довести до метки фоновым раствором 0,001 % L-цистеина. Закрывать колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.4 Приготовление калибровочных и контрольных растворов ртути происходит непосредственно перед измерением. Приготовление калибровочных и контрольных растворов производится в колбах объемом 50 мл путем перенесения основных растворов объемом дозирования в соответствии с таблицами Б.1 и Б.2, доводятся до метки фоновым раствором 0,001 % L-цистеина.



Таблица Б.1 – Калибровочные и контрольные растворы ртути для МА-3000

Диапазон	Концентрация раствора ртути (STD), мг/л		Концентрация основного раствора ртути (CONC), мг/л	Объем дозирования основного раствора ртути (S.VOL), мл
	калибровочный	контрольный		
Нижний	0,02	-	50,0	0,02
	-	0,05		0,05
	0,10	0,10		0,10
Верхний	-	2,50	100,0	1,25
	5,00	-		2,50
	10,00	-		5,00
	18,00	-		9,00
	-	20,00		10,00

Таблица Б.2 - Калибровочные и контрольные растворы ртути для МА-3 Solo

Диапазон	Концентрация раствора ртути (STD), мг/л		Концентрация основного раствора ртути (CONC), мг/л	Объем дозирования основного раствора ртути (S.VOL), мл
	калибровочный	контрольный		
Нижний	-	0,05	100,0	0,025
	1,00	-		0,50
	5,00	5,00		2,50
	10,00	10,00		5,00
Верхний	10,00	-	100,0	5,00
	50,00	- 50,00	1000,0 *	2,50
	100,00	100,00		5,00

\* Раствор ГСО 7343-96 с массовой концентрацией ионов ртути (II) 1,0 г/л.

### Б.8 Оценка метрологических характеристик приготовленных растворов ионов ртути

Б.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов ртути ( $\Delta_A$ ), мг/л, в растворах, рассчитывают по формуле (Б.1):

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

где X - концентрация приготовленных растворов, мг/л;

$\delta$  - относительная погрешность приготовления контрольных растворов, %, рассчитываемая по формуле (Б.2):

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

где  $\delta_1$  - относительная погрешность измерений объема мерной колбы, %, рассчитываемая по формуле (Б.3);

$\delta_2$  - относительная погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора, %, рассчитываемая по формуле (Б.4);

$\delta_3$  - относительная погрешность концентрации элемента стандартного образца состава водных растворов ионов ртути (II) ГСО 7343-96, %, в соответствии с паспортом.

Б.8.2 Относительная погрешность измерений объема мерной колбы рассчитывается по формуле (Б.3):

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

где  $\Delta V_k$  – абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы, (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74), мл;

$V_k$  - объем мерной колбы, мл;

Б.8.3 Относительная погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора рассчитывается по формуле (Б.4):

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

где  $\Delta V_d$  - абсолютная погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора, мл; из свидетельства о поверке.

$V_d$  - объем дозирования 1-канального механического дозатора, мл.

#### Б.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ионов ртути приведены в таблицах Б.3 и Б.4.

Таблица Б.3 - Метрологических характеристик приготовленных растворов ионов ртути для МА-3000

Диапазон	Концентрация раствора ртути (STD), мг/л	Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов ртути ( $\Delta_A$ ) в растворах, мг/л
Нижний	0,05	0,0009
	0,10	0,002
Верхний	2,50	0,09
	20,00	0,31

Таблица Б.4 - Метрологических характеристик приготовленных растворов ионов ртути для МА-3 Solo

Диапазон	Концентрация раствора ртути (STD), мг/л	Значения пределов абсолютной погрешности значения массовой концентрации ионов ртути ( $\Delta_A$ ) в растворах, мг/л
Нижний	0,05	0,0009
	5,00	0,09
	10,00	0,15
Верхний	50,00	1,13
	100,00	1,43