

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ  
И.о. директора ФГУП  
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**АНАЛИЗАТОРЫ РТУТИ “SIR GALANAD II” PSA 10.525**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП-243-03-2018**

Руководитель отдела  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
\_\_\_\_\_ А.И. Крылов

Руководитель лаборатории  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
\_\_\_\_\_ И.Б. Максакова

**Санкт-Петербург**

**2018**

---

**СОДЕРЖАНИЕ**

1	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	4
3	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
4	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ .....	5
5	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ .....	5
6	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ .....	6
6.1	Внешний осмотр.....	6
6.2	Проверка соответствия программного обеспечения .....	6
6.3	Опробование .....	6
6.4	Определение относительного СКО выходного сигнала и относительной погрешности анализатора .....	6
7	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ .....	10
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное) Форма протокола поверки .....	11

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ртути “SIR GALAHAD II” PSA 10.525 (далее - анализаторы), и устанавливает методы их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Примечание — Допускается проведение периодической поверки по письменному обращению заявителя только для конкретного объекта анализ (газовая или жидкая среда).

Интервал между поверками - 1 год.

Примечание — При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Содержание и последовательность выполнения работ по поверке анализаторов должны соответствовать пунктам таблицы 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики
Внешний осмотр	6.1
Проверка соответствия программного обеспечения	6.2
Опробование	6.3
Определение СКО выходного сигнала анализатора	6.4
Определение относительной погрешности и диапазона измерений	6.4

При получении отрицательных результатов по одному из пунктов поверка прекращается.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться эталоны, СИ, вспомогательные устройства, реактивы и материалы, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение документа, регламентирующего технические требования и/или метрологические и основные технические характеристики средства поверки
4.1	<p>Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0-50)°С, цена деления 0,5 °С</p> <p>Психрометр аспирационный М-34-М, ТУ 52.07(ГРПИ 405.132.001)-92, диапазон измерений относительной влажности 10 - 100 %</p> <p>Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79</p>
6.4	<p>Рабочий эталон 1-го разряда по ГОСТ 8.578-2008 - генератор термодиффузионный ТДГ-01, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (далее ФИФ) 19454-05, с источником микропотока ртути (ИМ-Hg), регистрационный номер в ФИФ 60554-15;</p> <p>или</p> <p>Генератор газовых смесей ГГС, регистрационный номер в ФИФ 45189-10 в комплекте с источником микропотока паров ртути 1-го разряда ИМ-Hg, регистрационный номер в ФИФ 60554-15;</p> <p>или</p> <p>Генератор паров ртути ГПР-2, пределы допускаемой относительной погрешности <math>\pm 10\%</math>, регистрационный номер в ФИФ 20695-00;</p> <p>государственный стандартный образец состава раствора ионов ртути ГСО 7263-96 (1 мг/см<sup>3</sup>), погрешность аттестованного значения <math>\pm 1\%</math></p> <p>или</p> <p>SRM 3133 Mercury (Hg) Standarts Solution, NIST, Lot № 061204</p> <p>Вентиль тонкой регулировки расход газа, например, натекатель Н-12 по ТУ 3742-004-533-73-468-2006;</p> <p>Трубки из фторопласта-4Д длиной от 0,2 до 5,0 м с внутренним диаметром от 2 до 4 мм по ГОСТ 22056;</p> <p>Трубки силиконовые медицинские внутренний диаметр 4 мм – 1м, 10 мм – 0,4 м по ТУ 6-01-1196-79.</p> <p>Зажим для эластичных трубок. ТУ 64-1-2201-76.;</p> <p>Азот с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ГОСТ 9293 или очищенный воздух или</p> <p>Аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157</p> <p>Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 2, 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227-91</p> <p>Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74</p> <p>Весы лабораторные общего назначения среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 или 210 г и ценой деления 0,01, любой марки</p> <p>Мерный цилиндр вместимостью 100 см<sup>3</sup> ГОСТ 1770-74</p> <p>Колбы конические термостойкие вместимостью 200 или 250 и 1000 см<sup>3</sup></p>

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение документа, регламентирующего технические требования и/или метрологические и основные технические характеристики средства поверки
	по ГОСТ 25336-82 Хлорид олова 2-х водный, ч.д.а. или х.ч. по ТУ 6-09-5384-88 Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72 Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204-77 Азотная кислота, х.ч. по ГОСТ 4461-77 или ос.ч. по ГОСТ 11125-84

2.2 Все применяемые эталоны, средства измерений должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке. Средства измерений могут быть заменены аналогичными, обеспечивающими требуемую точность и пределы измерений, вспомогательное оборудование и материалы – обладающими аналогичными или лучшими техническими характеристиками, химические реактивы - реактивами аналогичной или более высокой квалификации, выпущенными по иным нормативным документам.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки анализаторов необходимо соблюдать требования безопасности при работе в химической лаборатории, а также требования следующих документов:

«Санитарные правила при работе со ртутью и ее соединениями и приборами с ртутным заполнением»: № 4607-88 от 04.04.88;

«Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные приказом Минтруда России от 24 июля 2013 года N 328н в редакции, действующей на момент применения настоящей методики.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 Все операции по поверке монитора должны проводиться в условиях, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование влияющей физической величины	Номинальное значение	Допускаемое отклонение
Температура окружающего воздуха, °С	20	±5
Относительная влажность воздуха, %	не более 80	
Атмосферное давление, кПа	101,3	±4

4.2 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005-88, а паров ртути - не должно превышать  $10 \text{ нг/м}^3$ .

## **5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

5.1 Перед проведением поверки необходимо изучить Руководство по эксплуатации (РЭ) анализатора и настоящую методику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности.

5.2 Подготавливают анализатор согласно РЭ и средства поверки, перечисленные в разделе 2.

## **6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### **6.1 Внешний осмотр**

Устанавливают отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса анализатора, могущих влиять на его метрологические характеристики.

### **6.2 Проверка соответствия программного обеспечения**

6.2.1 Включают анализатор в соответствии с РЭ на ПО. На дисплее анализатора появляется заставка, на которой выводится название модели анализатора и версии программного обеспечения.

6.2.2 Результат проверки считают положительным, если номер версии программного обеспечения соответствует значениям, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений, или выше.

### **6.3 Опробование**

При опробовании проверяют соответствие функционирования анализатора и его программного обеспечения требованиям документации формы изготовителя.

Опробование анализатора проводится в соответствии РЭ.

Анализатор считается выдержавшим опробование, если измеренные значения параметров отображаются на дисплее с пределами нормированных значений управляющие элементы (дисплей, клавиши установки/переключения) работают исправно.

### **6.4 Определение относительного СКО выходного сигнала, диапазона измерений и относительной погрешности анализаторов для газовых и жидких сред**

6.4.1 Определение относительного СКО выходного сигнала, диапазона измерений и относительной погрешности анализаторов для газовых сред

Перед проведением поверки необходимо изучить руководство по эксплуатации анализатора.

Определение относительного СКО выходного сигнала и относительной погреш-

ности анализаторов проводят по генератору паров ртути ГПР-2 или источнику микропотока паров ИМ-Нг в комплексе с термодиффузионным генератором с использованием в качестве носителя азота, аргона или очищенного воздуха. Производительность источников микропотоков и расход газа-носителя (в диапазоне от 2 до 10 дм<sup>3</sup>/мин) выбирают таким образом, чтобы охватить весь диапазон измерений.

Подготавливают к работе генератор паров ртути ГПР-2 или источники микропотоков и генератор газовых смесей согласно РЭ и выдерживают до момента стабилизации значений массовой концентрации ртути в получаемой парогазовой смеси (далее - ПГС) в течение времени, указанного в эксплуатационной документации на источники микропотоков.

Каждую ПГС (не менее 5 разных концентраций) подают на вход измерительного блока анализатора и регистрируют  $n = 5$  раз значение выходного сигнала анализатора (массы или массовой концентрации ртути) в соответствии с РЭ на ПО анализатора.

Вычисляют среднее арифметическое полученных значений  $D_{cp}$ , нг/м<sup>3</sup> и относительное среднеквадратическое отклонение  $S_r$ .

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (D_{cp} - D_i)^2}{4}} \cdot \frac{100}{D_{cp}} \% \quad (1)$$

где:  $D_{cp}$  - среднее значение выходного сигнала, вычисляемое по формуле 2;

$D_i$  – выходной сигнал  $i$ -го измерения;

$n = 5$  (число измерений).

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^5 D_i}{5} \quad (2)$$

Результаты считают положительными, если относительное СКО выходного сигнала анализатора не превышает 5 %.

Рассчитывают действительное значение массовой концентрации паров ртути,  $C_{Hg,д}$ , нг/м<sup>3</sup>

$$C_{Hg,д} = \frac{П}{Q \cdot 10^{-3}}, \quad (3)$$

где  $П$  - производительность ИМ-Нг, нг/мин;

$Q$  – расход газа-носителя, дм<sup>3</sup>/мин;

$10^{-3}$  - коэффициент согласования размерности единиц объема.

Для каждого измерения ( $i$  - номер измерения), проведенного с определенной ПГС, вычисляют относительное отклонение ( $\delta_i$ , %) измеренного значения  $C_{Hg,i}$ , нг/м<sup>3</sup> от действительного:

$$\delta_i = \frac{C_{Hg,i} - C_{Hg,d}}{C_{Hg,d}} \cdot 100, \quad (4)$$

За относительную погрешность измерений ( $\delta$ , %) для данной ПГС принимают наибольшее по абсолютной величине значение  $\delta_i$ .

Результаты определения метрологических характеристик считаются положительными, если в каждой точке поверки  $|\delta_i|$  относительная погрешность не превышает 20 %.

6.4.2 Определение относительного СКО выходного сигнала, диапазона измерений и относительной погрешности анализаторов для жидких сред

Перед проведением поверки необходимо изучить руководство по эксплуатации анализатора, руководство по эксплуатации приставки PSA10.225 и подготовить средства поверки, включая вспомогательные и градуировочные растворы.

Для приготовления поверочных растворов должен быть выделен специальный комплект чистой мерной химической посуды, причем каждая мерная колба должна использоваться исключительно для приготовления растворов одной и той же концентрации. Мерные колбы и пробки должны иметь соответствующую маркировку и храниться в закрытом виде в свободном от следов ртути месте отдельно от остальной химической посуды.

#### 6.4.2.1 Приготовление раствора разбавления

50 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты растворить в небольшом объеме дистиллированной воды в конической колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, затем довести дистиллированной водой до 1000 см<sup>3</sup> и перемешать. Раствор следует хранить в стеклянном сосуде из темного стекла с притертой пробкой или закручивающейся крышкой. Срок хранения – 3 мес.

6.4.2.2 Приготовление восстановительного раствора (раствор дихлорида олова концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>)

В термостойкую колбу вместимостью 200 (250) см<sup>3</sup> с нанесенной отметкой 200 см<sup>3</sup> поместить 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, осторожно добавить 30 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, после охлаждения раствора внести 20 г дихлорида олова. Нагревать на плитке до полного растворения дихлорида олова и после охлаждения разбавить дистиллированной водой до 200 см<sup>3</sup>. Срок хранения в холодильнике – 14 дней.

#### 6.4.2.3 Приготовление поверочных растворов

Для приготовления поверочных растворов используются государственные стандартные образцы состава раствора ионов ртути массовой концентрации ртути  $C_1 = 1,00$  г/дм<sup>3</sup>

Приготовление раствора ртути с массовой концентрацией  $C_2 = 10000$  мкг/дм<sup>3</sup>



Вскрыть ампулу со стандартным образцом. При помощи градуированной пипетки отобрать 2 см<sup>3</sup> раствора массовой концентрации ртути 1,00 г/дм<sup>3</sup>, перенести в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, в которую предварительно внести 50 см<sup>3</sup> раствора разбавления. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Срок хранения раствора в холодильнике – 6 мес.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации  $C_3 = 1000$  мкг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> поместить 50 см<sup>3</sup> раствора разбавления. Отобрать 10 см<sup>3</sup> раствора ртути массовой концентрации 10000 мкг/дм<sup>3</sup> и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Срок хранения раствора в холодильнике – 2 мес.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации  $C_3 = 100$  мкг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> поместить 50 см<sup>3</sup> раствора разбавления. Отобрать 1 см<sup>3</sup> раствора ртути массовой концентрации 10000 мкг/дм<sup>3</sup> и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Раствор использовать свежеприготовленным.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации  $C_4 = 10$  мкг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> поместить 50 см<sup>3</sup> раствора разбавления. Отобрать 10 см<sup>3</sup> раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм<sup>3</sup> и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Раствор использовать свежеприготовленным.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации  $C_5 = 1,0$  мкг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> поместить 50 см<sup>3</sup> раствора разбавления. Отобрать 1,0 см<sup>3</sup> раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм<sup>3</sup> и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Раствор использовать свежеприготовленным.

Приготовление раствора ртути массовой концентрации  $C_6 = 0,1$  мкг/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> поместить 50 см<sup>3</sup> раствора разбавления. Отобрать 10,0 см<sup>3</sup> раствора ртути массовой концентрации 1,0 мкг/дм<sup>3</sup> и перенести в мерную колбу. Объем раствора довести до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешать. Раствор использовать свежеприготовленным.

#### 6.4.2.4 Проведение измерений

Провести измерения согласно РЭ.

Каждый поверочный раствор (концентрациями: 0,1; 1,0; 10,0; 100; 1000; 10000 мкг/дм<sup>3</sup>) подают на вход измерительного блока приставки анализатора и регистрируют  $n = 5$  раз значение выходного сигнала анализатора в соответствии с РЭ.

Вычисляют среднее арифметическое выходных сигналов  $D_{ср}$ , нг/м<sup>3</sup> и относи-

тельное среднеквадратическое отклонение  $S_r$ .

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (D_{cp} - D_i)^2}{4}} \cdot \frac{100}{D_{cp}} \% \quad (5)$$

где:  $D_{cp}$  - среднее значение выходного сигнала, вычисляемое по формуле 2;

$D_i$  – выходной сигнал  $i$ -го измерения;

$n = 5$  (число измерений).

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^5 D_i}{5} \quad (6)$$

Результаты считают положительными, если относительное СКО выходного сигнала анализатора не превышает 5 %.

Для каждого измерения ( $i$  - номер измерения), проведенного для поверочного раствора с определенной массовой концентрацией согласно п. 6.4.2.3, вычисляют относительное отклонение ( $\delta_i$ , %) измеренного значения  $C_{Hg,i}$ , мкг/дм<sup>3</sup> от действительного:

$$\delta_i = \frac{C_{Hg,i} - C_{Hg,д}}{C_{Hg,д}} \cdot 100, \quad (7)$$

За относительную погрешность измерений ( $\delta$ , %) для  $i$ -того поверочного раствора принимают наибольшее по абсолютной величине значение  $\delta_i$ .

Результаты определения метрологических характеристик считаются положительными, если в каждой точке поверки  $|\delta_i|$  относительная погрешность не превышает 20 %.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты, полученные при первичной или периодической поверке анализатора, заносят в протокол (Приложение А).

7.2 На анализаторы, признанные годными по результатам первичной (периодической) поверки, выдают Свидетельство о поверке по форме, установленной приказом Госстандарта России от 2 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

7.3 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, к применению не допускаются, и на них выдается Извещение о непригодности установленного образца.

7.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (во избежание повреждения знака поверки).

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
(рекомендуемое)  
**ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**

**Средство измерений** - Анализатор ртути "SIR GALAHAD II" PSA 10.525

Приставка \_\_\_\_\_

**Зав. номер** \_\_\_\_\_

**Дата поверки** \_\_\_\_\_

**Место проведения поверки** \_\_\_\_\_

**Условия поверки:**

температура окружающей среды, °C \_\_\_\_\_

атмосферное давление, кПа \_\_\_\_\_

относительная влажность, % \_\_\_\_\_

**Средства поверки:** \_\_\_\_\_

**Методика поверки:** \_\_\_\_\_

**Результаты поверки**

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

2. Результаты опробования \_\_\_\_\_

3. Результаты проверки соответствия программного обеспечения

Наименование и версия ПО \_\_\_\_\_

4. Результаты определения метрологических характеристик

Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала

№ изм.	Проверяемый параметр	Допускаемое значение, %	Значение, полученное при поверке
	Среднее квадратическое отклонение выходного сигнала	5	
.....			

Определение диапазона измерений и относительной погрешности (для анализа газовых сред)

Наименование метрологической характеристики	Действительное значение массовой концентрации ртути, (по паспорту на ИМ-Нг), или по паспорту ГПР-2, нг/м <sup>3</sup>	Значение, полученное при поверке, нг/м <sup>3</sup>	Относительная погрешность измерений, %	Допускаемое значение, %
Относительная погрешность				±20
				±20
				±20

Определение диапазона измерений и относительной погрешности (для анализа жидких сред)

Наименование метрологической характеристики	Действительное значение массовой концентрации ртути в поверочном растворе, мкг/дм <sup>3</sup>	Значение, полученное при поверке, мкг/дм <sup>3</sup>	Относительная погрешность измерений, %	Допускаемое значение, %
Относительная погрешность				±20
				±20
				±20

Результаты поверки: \_\_\_\_\_

(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № \_\_\_\_\_

Поверитель: \_\_\_\_\_