

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора по инновациям  
ФГУП «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов  
«15» января 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

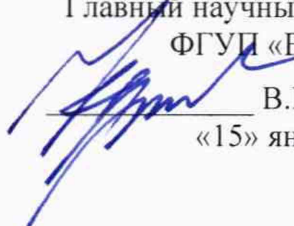
## Анализаторы ртути WA-5A

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
МП 008.Д4-20

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

  
С.Н. Негода  
«15» января 2020 г.

Главный научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИОФИ»

  
В.Н. Крутиков  
«15» января 2020 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы ртути WA-5A (далее по тексту – анализаторы ртути), предназначенные для определения 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 выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции при проведении первичной и периодической поверок

№ п/п.	Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути	8.4.1	Да	Да
6	Определение пределов обнаружения массовой концентрации ртути	8.4.2	Да	Да

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

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

## 3 Средства поверки

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

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1	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 ± 1 % при доверительной вероятности P=0,95
Вспомогательное оборудование		
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 EP114С (далее - весы) регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 16313-03	Предел взвешивания 110 г Цена поверочного деления 1 мг Предел абсолютной допускаемой 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 $(22 \pm 2)$ °С 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 $(22 \pm 2)$ °С 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 $(22 \pm 2)$ °С составляет от 0,6 до 2,5 %
Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72	pH воды от 5,4 до 6,6
L-цистеин ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -меркапто пропионовая кислота)	Массовая доля L-цистеина не менее 98,0 %
Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-84	Массовая доля азотной кислоты не менее 70 %
Кислота серная по ГОСТ 14262-78	Массовая доля серной кислоты ( $H_2SO_4$ ) от 93,5 до 95,6 %
Олово двуххлористое 2-водное по ТУ 6-09-5393-88	Массовая доля хлорида олова, 2-водного ( $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ) не менее 99 %.

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

3.3 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 2, обеспечивающих определение 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 при эксплуатации электроустановок, указанными 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 анализаторов ртути должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, вблизи не должны устанавливаться искровые генераторы.

5.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования руководства по эксплуатации на анализаторы 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 проведения поверки**

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

- температура окружающего воздуха, °С	от + 15 до + 25;
- относительная влажность воздуха, %	от 10 до 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, сухим и оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями 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 воздуха в течение поверки – не более 2 °С.

## **7 Подготовка к поверке**

7.1 В соответствие с руководством по эксплуатации подключить анализатор ртути к персональному компьютеру (ПК) при помощи кабеля из комплектности анализатора ртути.

7.2 Подключить анализатор ртути к сети переменного тока через адаптер питания.

7.3 Подготовить импинджер к измерениям в соответствие с руководством по эксплуатации на анализаторы ртути. Импинджер, из набора для анализа жидких проб методом восстановления/испарения, входит в комплектность анализатора ртути, состоит из внешней и внутренней трубки, которые герметично соединяются между собой при помощи шлифа.

7.4 Подсоединить импинджер к входному порту STD анализатора ртути (рисунок 1) в соответствие с руководством по эксплуатации.

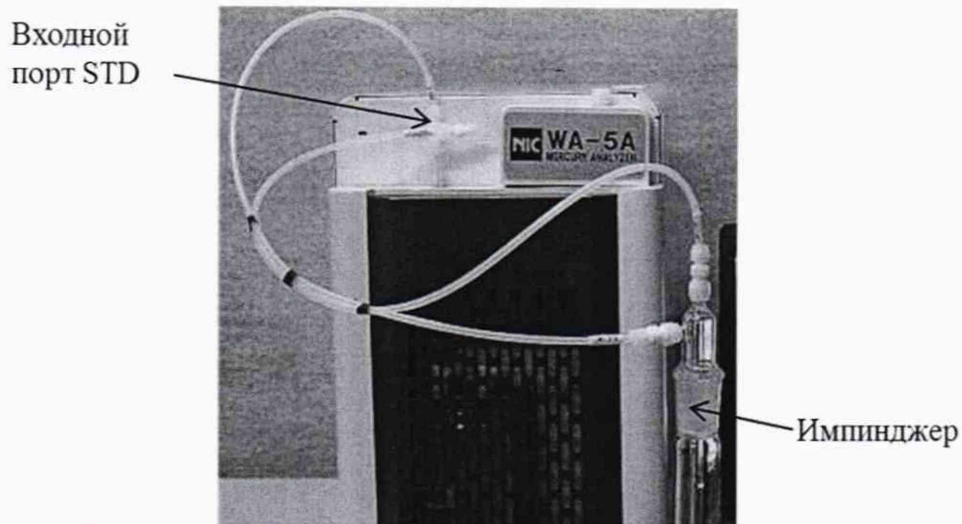


Рисунок 1 – Соединение импинджера с анализатором ртути

7.5 В соответствии с приложением Б подготовить растворы на основе государственного стандартного образца водного раствора ионов ртути (II) ГСО 7343-96 (далее - стандартного раствора), указанного в таблице 2. Подготавливают фоновый раствор 0,001 % L-цистеина, в соответствии с приложением Б; основной раствор ртути, методом разбавления стандартного раствора фоновым; калибровочные растворы ртути разной концентрации, методом добавления к основному раствору ртути дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72, раствора серной кислоты и 10 % раствора олова двухлористого 2-водного.

## 8 Проведение поверки


### 8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Проверку проводят визуально. Проверяют соответствие расположения органов управления, надписей и обозначений требованиям технической документации; отсутствие механических повреждений на корпусах анализаторов ртути, влияющих на их работоспособность; чистоту гнезд, разъемов и клемм.

8.1.2 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

### 8.2 Опробование

8.2.1 Для включения анализатора ртути на задней панели анализатора ртути необходимо перевести главный выключатель из положения (0) в положение (I), затем на передней панели так же перевести выключатель из положения (0) в положение (I).

8.2.2 Запустить на персональном компьютере (ПК) управляющую программу программного обеспечения «WA5Win» нажатием кнопки в рабочем окне иконки .

8.2.3 При запуске программного обеспечения «WA5Win» отображается стартовое окно проверки системы и выполняется проверка оборудования «Equipment-Check/Проверка оборудования».

8.2.4 После завершения проверки системы отображается окно с результатами «Проверки оборудования» («Equipment Check»), как указано на рисунке 2.

ResultofEquipmentCheck		
Item	Result	Remark
FLOWTEST	PASS	
HTESTPASS	H2TEST	
PASS	LEAKTEST	
PASS		
SIGTEST	PASS	Sig.4.00V <sup>11</sup>
REFTEST	PASS	Ref400V
SIG2 TEST	PASS	Sig2A.00V
DRIFTTEST	PASS	ABS.0.0000000
BLANKTEST	PASS	ABS.0.0000000 —

Рисунок 2 - Результаты проверки оборудования

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

### 8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на анализаторы ртути и в таблице 3 настоящей методики поверки.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения необходимо в рабочем окне выбрать кнопку «Help /Помощь» и выбрать кнопку «About/О программе». После чего на экране отображается наименование и номер версии программного обеспечения.

8.3.3 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
Идентификационное наименование ПО	WA5Win
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не менее	1.3
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

### 8.4 Определение метрологических характеристик

#### 8.4.1 Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути

8.4.1.1 Метод атомно-абсорбционной спектроскопии является относительным, поэтому соотношение величины сигнала от концентрации устанавливают с помощью калибровочного графика.

Анализаторы ртути работают в двух режимах измерений концентрации: низкий («LOW») и высокий («HIGH»). Переключение между режимами происходит автоматически при определении концентрации. Измерение в режиме «LOW» производится при концентрации в диапазоне от 5,0 до 500,0 нг/л включительно, в режиме «HIGH» - свыше 500,0 до 50000,0 нг/л

Построение калибровочного графика производится при помощи анализа калибровочных растворов ртути, приготовленных в соответствии с приложением Б.

8.4.1.2 В программном обеспечении «WA5Win» (далее - ПО) открыть рабочее окно программы (рисунок 3).

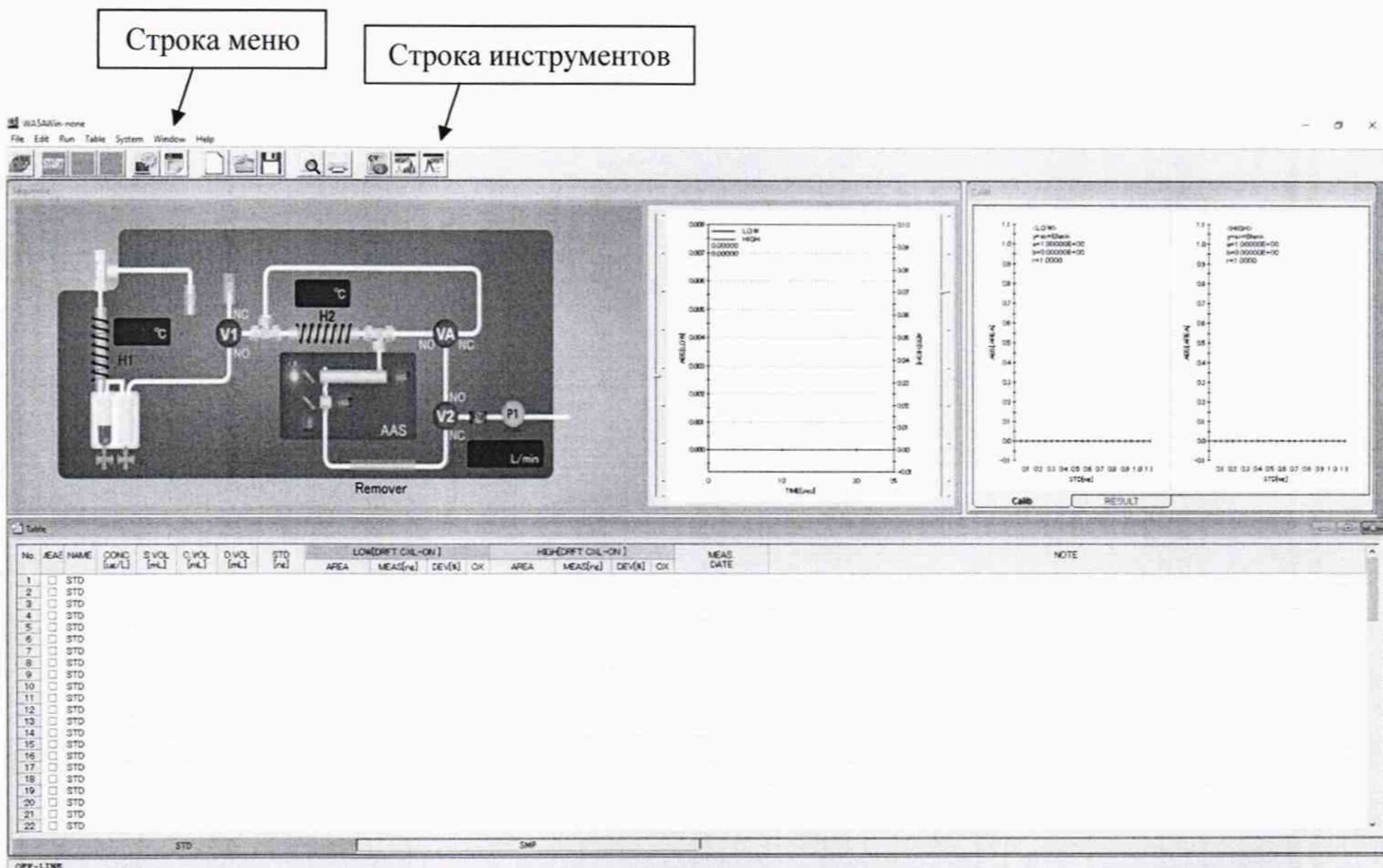



Рисунок 3 – Рабочее окно программы

8.4.1.3 В строке инструментов выбрать значок , чтобы отобразить «Условие измерения/Measurement Condition» (рисунок - 4). В настройке условий измерения в графе «Анализируемый образец/SMP» выберите «Прямое введение пробы/Direct sampling», подача «Стандартного образца/STD» задается по умолчанию через «Трубу коллектора/Collector tube». При выборе «Прямое введение пробы/Direct sampling», открывается диалоговое окно «Условия прямого введения пробы/Direct sampling condition», где параметр «Время отбора проб/Sampling time» устанавливается 2 мин. Также возможно задать «Повторное измерение проб с низкой концентрацией/Re-measurement function for low concertation», поставив отметку в строке «Включить/Enable», а затем установить «Время отбора проб/Sampling time» 15 мин, и минимальный уровень концентрации ртути в растворе «Пороговый уровень/Threshold level» 0,20 нг/л, при котором автоматически происходит повторный отбор пробы. Нажать «Ok».

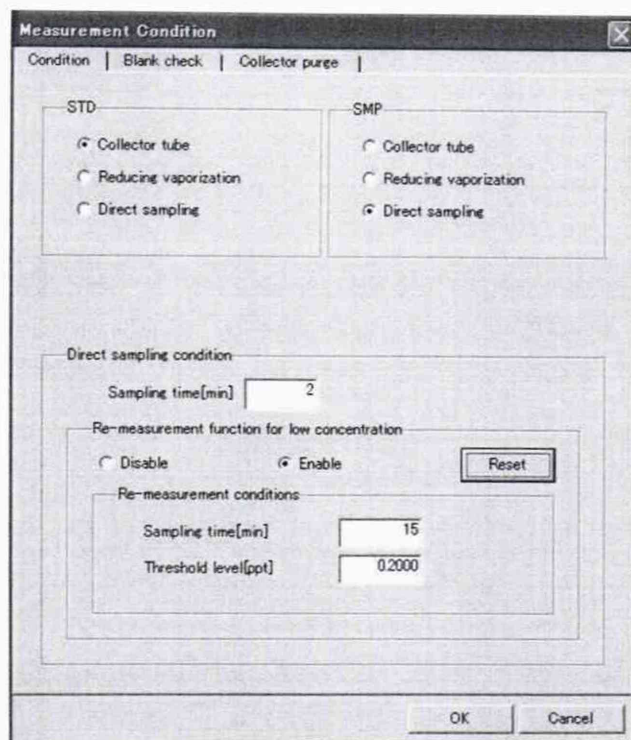


Рисунок 4 - Условия измерений

8.4.1.4 В рабочем окне программы (рисунок 3) в нижней части экрана задать параметры стандартного образца, для этого щелкните вкладку «Стандартного образца/STD», установить «Метод измерения стандартного образца/Measuring method of standard sample» - «Выпаривание» («Vaporization»), при этом отображается таблица, указанная на рисунке 5.

No.	MEAS	RANGE	NAME	CONC [mg/L]	S.VOL [mL]	C.VOL [mL]	D.VOL [mL]	STD [ng]
1	<input checked="" type="checkbox"/>	LOW	STD	0.010	0.000	20.000	20.000	0.000
2	<input checked="" type="checkbox"/>	LOW	STD	0.010	0.200	20.000	20.000	2.000
3	<input checked="" type="checkbox"/>	LOW	STD	0.010	0.400	20.000	20.000	4.000
4	<input checked="" type="checkbox"/>	LOW	STD	0.010	1.000	20.000	20.000	10.000
5	<input type="checkbox"/>		STD					

Рисунок 5

8.4.1.5 В колонке «Измерение/MEAS» отметить галочкой образцы, которые необходимо измерить, затем в графе «Диапазон/RANGE» установить режим измерений «Низкий/LOW» или «Высокий/HIGH». В колонках «D.VOL» и «C.VOL» установить значение 20 мл, в колонках «CONC» и «STD» укажите концентрацию основного и калибровочного раствора ртути в соответствии с таблицей 4. Значение в колонке «S.VOL» рассчитывается автоматически.




Таблица 4 – Калибровочные растворы ртути

Режим измерений	STD, нг	Концентрация калибровочного раствора ртути, нг/л	Концентрация основного раствора ртути (CONC), мг/л	Объем дозирования основного раствора ртути (S.VOL), мл
«Низкий/LOW»	1	50,0	5,0	0,20
	2	100,0		0,40
	5	250,0		1,0
	10	500,0		2,0
«Высокий/HIGH»	10	500,0	1000,0	2,0
	100	5000,0		0,10
	250	12500,0		0,250
	500	25000,0		0,50
	1000	50000,0		1,0

8.4.1.6 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».

8.4.1.7 Каждый калибровочный раствор ртути с концентрацией, указанной в таблице 4, необходимо готовить непосредственно перед измерением, так как стабильность раствора ртути ухудшается со временем.

Калибровочный раствор ртути подготовленный, в соответствии с приложением Б, помещают в импинджер и подсоединяют к анализатору ртути в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.4.1.8 Для начала измерений необходимо нажать значок , после чего отобразится окно для установки имени файла, в котором будут автоматически сохранены данные измерений (рисунок 6). Измерение начинается при нажатии «Сохранить» («Save»).

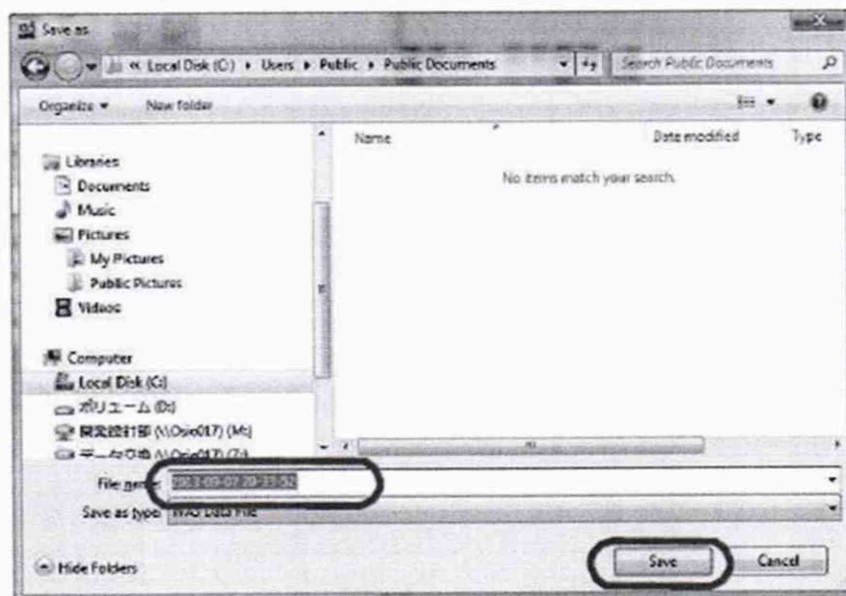


Рисунок 6 - Окно для установки имени файла

Проводят по три измерения каждого калибровочного раствора ртути, после каждого измерения кривая калибровочного графика автоматически обновляется.

Производят построение калибровочных графиков для каждого режима в отдельности, где для режима «Низкий/LOW» в качестве нуля измеряют концентрацию ртути в дистиллированной воде.

8.4.1.9 После построения калибровочных графиков, в рабочем окне программы выбрать вкладку «Условия измерения/Measurement Condition» и переключить режим измерения на

«Анализируемый образец/Unknow sample», в нижней части окна, перейти из вкладки «STD» во вкладку «SMP» для введения параметров измерений образца (рисунок 7).



Рисунок 7

8.4.1.10 В колонке «Измерение/MEAS» отметить галочкой образцы, которые необходимо измерить, затем в графе «Диапазон/RANGE» выбрать режим измерений «Низкий/LOW» или «Высокий/HIGH».

8.4.1.11 В колонке «C.VOL» ввести общий объем приготовленного основного раствора ртути, в колонке «D.VOL» объем основного раствора ртути в импинджере, отобранного из общего объема приготовленного основного раствора ртути. В колонках «CONC» и «STD» укажите концентрацию основного и контрольного раствора ртути из таблицы 5.

Таблица 5 - Контрольные растворы ртути

Режим измерений	STD, нг	Концентрация контрольного раствора ртути, нг/л	Концентрация основного раствора ртути (CONC), мг/л	Объем дозирования основного раствора ртути (S.VOL), мл
«Низкий/LOW»	1	50,0	500,0	0,20
	10	500,0		2,0
«Высокий/HIGH»	50	2500,0	1000,0	0,050
	1000	50000,0		1,0

\* Диапазон измерений массовой концентрации ртути от 5,00 до 50,00 нг/л подтверждается линейностью калибровочного графика.

8.4.1.12 Каждый контрольный раствор ртути с концентрацией, указанной в таблице 5, необходимо готовить непосредственно перед измерением, так как стабильность раствора ртути ухудшается со временем.

8.4.1.13 Подготовленный, в соответствии с приложением Б, контрольный раствор ртути в импинджере, подсоединить к анализатору. Провести последовательно по пять измерений массовой концентрации ртути каждого контрольного раствора ртути, с концентрациями указанными в таблице 5.

8.4.1.14 Рассчитывают среднее значение массовой концентрации ртути каждого контрольного раствора ртути, нг/л, по формуле (1):

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

где  $C_i$  – измеренное значение массовой концентрации ртути, нг/л;  
 $n$  – количество измерений.

8.4.1.15 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 измеренное значение массовой концентрации ртути, нг/л;  
 $C_{ном}$  – номинальное значение концентрации контрольного раствора ртути, нг/л.

8.4.1.16 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерений массовой концентрации ртути составляет от 5,0 до 50000,0 нг/л, а значения относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути не превышают  $\pm 10\%$ .

#### 8.4.2 Определение пределов обнаружения массовой концентрации ртути

Для определения пределов обнаружения массовой концентрации ртути проводят холостой опыт, с использованием пробы, не содержащей ртути Государственного стандартного образца ГСО 7343-96. Операцию определения пределов обнаружения массовой концентрации ртути проводят аналогично определению массовой концентрации ртути в контрольных растворах ртути, с применением дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72 в качестве образца (холостой пробы).

8.4.2.1 Проводят пятикратное измерение концентрации ртути в дистиллированной воде с применением построенных в п.п. 8.4.1.8 калибровочных графиков. Для начала измерений необходимо нажать «Start», при завершении измерений в ПО отображаются значения массовой концентрации ртути.

8.4.2.2 Рассчитывается среднее арифметическое измеренных значений массовой концентрации ртути, по формуле (1).

8.4.2.3 Рассчитывается стандартное среднее квадратическое отклонение измеренных значений массовой концентрации ртути, нг/л, по формуле (3):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{\text{хол}} - \bar{C}_{\text{хол}})^2}{n(n-1)}} \quad (3)$$

где  $C_{\text{хол}}$  – измеренное значение массовой концентрации ртути в холостой пробе, нг/л;

$\bar{C}_{\text{хол}}$  – среднее арифметическое значение массовой концентрации ртути в холостой пробе, нг/л;  
 $n$  – количество измерений.

8.4.2.4 Пределы обнаружения массовой концентрации ртути, нг/л, вычисляются по формуле (4):

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

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

8.4.2.5 Анализаторы ртути считаются прошедшими операцию поверки, если значения пределов обнаружения массовой концентрации ртути от 5,0 до 500,0 нг/л включительно не превышают значений  $\pm 2,50$  нг/л и свыше 500,0 до 50000,0 нг/л не превышают  $\pm 30,0$  нг/л.

### 9 Оформление результатов поверки

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

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

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

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

А.Н. Шобина

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»

Я.И. Ермакова

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»

В.А. Кормилицына

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
**(Обязательное)**  
к Методике поверки МП 008.Д4-20  
«ГСИ. Анализаторы ртути WA-5A. Методика поверки»

**ПРОТОКОЛ**  
**первичной / периодической поверки**  
**от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_ года**

**Средство измерений:** Анализаторы ртути WA-5A  
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 008.Д4-20 «ГСИ. Анализаторы ртути WA-5A. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» «15» января 2020 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
Идентификационное наименование ПО	WA5Win
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.3
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

**Опробование:** \_\_\_\_\_

**Получены результаты поверки метрологических характеристик:**

<b>Наименование характеристики</b>	<b>Результат</b>	<b>Требования методики поверки</b>
Диапазон измерений массовой концентрации ртути, нг/л		от 5 до 50000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ртути, %		$\pm 10$
Пределы обнаружения массовой концентрации ртути, не более, нг/л, в диапазоне: - от 5 до 500 нг/л вкл. - св. 500 до 50000 нг/л		$\pm 2,5$ $\pm 30,0$

**Рекомендации** \_\_\_\_\_

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

**Исполнители:** \_\_\_\_\_

подписи, ФИО, должность

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

### Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов ртути на основе разбавления ГСО 7343-96. Растворы ртути предназначены для поверки анализатора ртути WA-5A. Значение массовой концентрации 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 ртути оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов ртути.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов ртути с погрешностью значений ртути, не превышающих при доверительной вероятности  $P=0,95$  доверительных интервалов относительной 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 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 Дозаторы автоматические и механические одноканальные «ВЮНИТ» (далее – пипет-дозатор):

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 %.

Б.3.3 Стандартный образец состава водных растворов ртути (II) ГСО 7343-96. Аттестованное значение массовой концентрации 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.3.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. «Вода дистиллированная. Технические условия.» рН воды от 5,4 до 6,6.

Б.3.5 L-цистеин ( $\alpha$ -амино- $\beta$ -меркапто пропионовая кислота). Массовая доля L-цистеина не менее 98,0 %.

Б.3.6 Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125-84. Технические условия. Массовая доля азотной кислоты не менее 70 %.

Б.3.7 Кислота серная по ГОСТ 14262-78. Технические условия. Массовая доля серной кислоты ( $H_2SO_4$ ) от 93,5 до 95,6 %.

Б.3.8 Олово двуххлористое 2-водное по ТУ 6-09-5393-88. Технические условия. Массовая доля хлорида олова, 2-водного ( $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ) не менее 99 %.

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

Б.3.10 Весы электронные Explorer EP114C (далее - весы). 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 по технике безопасности при работе в химической лаборатории.

#### Б.5 Требования к квалификации оператора

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

#### Б.6 Условия приготовления растворов

Б.6.1 Приготовление растворов 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;
- напряжение, В от 187 до 240;
- частота, Гц от 49 до 51.

#### Б.7 Приготовление растворов

##### Б.7.1 Приготовление фонового раствора 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 объемом 1000 мл. Колбу наполняют дистиллированной водой на  $\frac{2}{3}$  объема и растворяют навеску, осторожно перемешивая содержимое колбы круговыми движениями. Затем 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 Приготовление основного раствора ртути с концентрацией 5,0 мг/л.

Основной раствор ртути готовится и используется непосредственно в день проведения измерений (поверки). Вскрыть ампулу ГСО 7343-96 с массовой концентрацией ионов ртути (II). Отобрать из ампулы пипет-дозатором 0,5 мл раствора с концентрацией ртути 1000,0 мг/л. Перенести в мерную колбу объемом 100 мл и довести до метки фоновым раствором 0,001 % L-цистеина. Закрывать колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

##### Б.7.3 Приготовление 10 % раствор хлорида олова

Отобрать пипет-дозатором 0,1 мл олова двуххлористого 2-водного, перенести в мерную колбу объемом 100 мл и довести до метки дистиллированной водой. Закрывать колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

##### Б.7.4 Приготовление раствора серной кислоты

В мерную колбу объемом 100 мл поместить 50 мл дистиллированной воды и 50 мл серной кислоты. Закрывать колбу пробкой и перемешать её содержимое, переворачивая 10 раз.

##### Б.7.5 Приготовление калибровочных и контрольных растворов ртути

Приготовление каждого калибровочного и контрольного раствора ртути производят в импинджере при помощи пипет-дозаторов непосредственно перед проведением измерения. В импинджер помещают основной раствор ртути, в объеме указанном в таблице Б.1, 1 мл раствора серной кислоты и 1 мл 10 % раствора хлорида олова, разбавляют дистиллированной водой, в объеме указанном в таблице Б.1, до 20 мл.

Таблица Б.1 - Приготовленные растворы ртути

STD, нг	Концентрация раствора ртути, нг/л		Концентрация основного раствора ртути (CONC), мг/л	Объем дозирования основного раствора ртути (S.VOL), мл	Объем дозирования дистиллированной воды, мл
	калибровочный	контрольный			
1	50,0	50,0	5,0	0,20	17,8
2	100,0	-		0,40	17,6
5	250,0	-		1,0	17,0
10	500,0	500,0		2,0	16,0
50	-	2500,0	1000,0 *	0,050	17,95
100	5000,0	-		0,10	17,9
250	12500,0	-		0,250	17,75
500	25000,0	-		0,50	17,5
1000	50000,0	50000,0		1,0	17,0

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

### Б.8 Оценка метрологических характеристик растворов ртути

Б.8.1 Значения относительной погрешности приготовления контрольных растворов массовой концентрации ртути ( $\Delta_A$ ), %, в контрольных растворах ртути, рассчитывают по формуле (Б.1):

$$\Delta_A = \sqrt{\delta_1^2 + 4 \cdot \delta_2^2 + \delta_3^2}, \quad (\text{Б.1})$$

где  $\delta_1$  - относительная погрешность измерений объема мерной колбы, %, рассчитываемая по формуле (Б.2);

$\delta_2$  - допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального, %, в соответствии со свидетельством о поверке пипет-дозаторов;

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

Б.8.2 Относительная погрешность измерений объема мерной колбы рассчитывается по формуле (Б.2):

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (\text{Б.2})$$

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.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов ртути приведены в таблице Б.2.

Таблица Б.2 - Метрологические характеристики приготовленных контрольных растворов ртути

№	Концентрация растворов ртути, нг/л	Относительная погрешность значения растворов ртути, $\Delta_A$ , %
1	50,0	$\pm 6,09$
2	500,0	$\pm 6,09$
3	2500,0	$\pm 6,09$
4	50000,0	$\pm 6,09$