

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

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Гоголинский К.В.

“ 25 ” мая 2017 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

МОНИТОРЫ РТУТИ РА915АМ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-243-002-2017

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


_____ А.И. Крылов

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


_____ И.Б. Максакова

Санкт-Петербург

2017

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	4
3	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	6
4	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	6
5	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
6	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
6.1	Внешний осмотр.....	7
6.2	Проверка соответствия программного обеспечения.....	7
6.3	Опробование.....	7
6.4	Определение относительной погрешности мониторов.....	8
6.5	Определение эффективности сорбции ртути встроенным сорбционным фильтром.....	11
6.6	Определение относительной погрешности мониторов предназначенных для анализа природного газа.....	11
7	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	13
	ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное) Приготовление вспомогательных и поверочных растворов.....	14
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б (обязательное) Форма протокола поверки.....	17

Настоящая методика поверки распространяется на мониторы ртути РА915АМ, выпущенные из производства после 01.04.2016 (далее - мониторы), и устанавливает методы их первичной поверки (после ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

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 мониторов ртути РА915АМ должны соответствовать пунктам таблицы 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики
Внешний осмотр	6.1
Проверка соответствия программного обеспечения	6.2
Опробование	
Проверка объемного расхода воздуха на входе	6.3.1
Проверка герметичности газового тракта	6.3.2
Определение среднего квадратического отклонения нулевых показаний	6.3.3
Определение относительной погрешности	6.4
Определение эффективности сорбции ртути встроенным сорбционным фильтром	6.5
Определение относительной погрешности мониторов, предназначенных для анализа природного газа при первичной поверке	6.6

При получении отрицательных результатов по одному из пунктов поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться образцовые средства измерений, 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	Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0-50)°С, цена деления 0,5 °С Психрометр аспирационный М-34-М, ТУ 52.07(ГРПИ 405.132.001)-92, диапазон измерений относительной влажности 10 - 100 % Барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79
6.3.1	Ротаметр аппаратов ингаляционного наркоза модификации 20 с пределом допускаемой приведенной погрешности ± 5 % от верхнего предела измерений по ТУ 64-1-0801-256-80
6.3.1, 6.3.2, 6.4	Трубки силиконовые медицинские внутренний диаметр 4 мм – 1м, 10 мм – 0,4 м по ТУ 6-01-1196-79. Зажим для эластичных трубок. ТУ 64-1-2201-76.
6.4	Ротаметр РМ-02-0,25 ГУЗ, диапазон объемного расхода до 250 дм ³ /ч, предел допускаемой основной приведенной погрешности $\pm 2,5$ %
6.4, А.3	Приставка РП-91 по 952.00.00.00.00 РЭ или приставка РП-92 по 01105-02-00-000 РЭ или приставка УРП по СО 1105-03-00-00-000 РЭ
6.4, А.3	Дозатор пипеточный одноканальный с переменным объемом дозирования (100 ... 1000) мкл, предел допускаемого отклонения среднего арифметического значения фактической дозы от номинального $\pm (2,0 \dots 0,6)$ %, предел относительного среднего квадратического отклонения фактической дозы (0,7... 0,3) %
6.4, А.1, А.2, А.3	Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72
6.4, А.3	Дозатор пипеточный одноканальный с переменным объемом дозирования (1000 ... 5000) мкл, предел допускаемого отклонения среднего арифметического значения фактической дозы от номинального $\pm (2,0 \dots 0,5)$ %, предел относительного среднего квадратического отклонения фактической дозы (0,7... 0,3) %

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
6.6	<p>Государственный рабочий эталон 1-го разряда - генератор термодиффузионный ТДГ-01, зав. № 40 с источником микропотока ртути (ИМ-Hg);</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>Метан с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ТУ 51-841-87.</p> <p>Азот с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ГОСТ 9293-74</p>
А.1, А.2	<p>Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 5, 10 см³ любого типа и исполнения по ГОСТ 29227-91 или пипетки с одной отметкой 2-го класса точности любого исполнения по ГОСТ 29169-91</p> <p>Колбы мерные 2-1000-2, 2-100-2, 2-50-2 по ГОСТ 1770-74</p> <p>Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 100, любого исполнения по ГОСТ 1770-74</p> <p>Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г по ГОСТ Р 53228-2008 любой марки</p> <p>Колбы конические термостойкие вместимостью 250 и 1000 см³ по ГОСТ 25336-82</p> <p>Хлорид олова 2-х водный, ч.д.а. или х.ч. по ТУ 6-09-5384-88</p> <p>Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204-77</p> <p>Азотная кислота, х.ч. по ГОСТ 4461-77 или ос.ч. по ГОСТ 11125-84</p> <p>Бихромат калия (K₂Cr₂O₇), х.ч. по ГОСТ 4220-75</p> <p>Плитка бытовая электрическая по ГОСТ 14919-83</p>
А.2	<p>Стандартный образец состава водного раствора ионов ртути утвержденного типа ГСО 8004-93 (1 г/дм³), погрешность аттестованного значения ± 1% (для P = 0,95)</p>

2.2 Все применяемые средства измерений должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке. Средства измерений и стандартные образцы могут быть заменены аналогичными, обеспечивающими требу-

мую 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 мониторов ртути РА-915АМ 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
Напряжение источника питания переменного тока, В	220	±22
Частота переменного тока, Гц	50	±1

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 300 нг/м³.

4.3 Мониторы должны предъявляться на поверку после проведения технического обслуживания в соответствии с руководством по эксплуатации монитора 510-00-00-00-00 РЭ (далее РЭ).

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки необходимо изучить Руководство по эксплуатации монитора, а также руководство по эксплуатации применяемой приставки - РП-91, РП-92 или УРП (далее РЭп; обозначение документов см. таблицу 2) и настоящую мето-

дику, а также обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности.

5.2 Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 2.

5.3 Приготавливают вспомогательные и поверочные растворы и проверяют их чистоту согласно Приложению А (см. А.3).

5.4 Подготавливают монитор к работе в соответствии с РЭ и включают его.

5.5 В окне программы *Lumex Observer* нажимают  и вводят во всплывшее окно Уровень доступа пароль: admin. Дожидаются завершения процесса автотестирования монитора (около 10 мин) и перехода монитора в режим измерений (индикатор Статус: Работа).

5.6 Нажимают , входят во вкладку параметров *Контроль* окна параметров монитора, запоминают параметры **V мин, л/мин** и **Давление в аналитической кювете мин, кПа**. Устанавливают параметр **V мин, л/мин** равным -1, а параметр **Давление в аналитической кювете мин, кПа** равным 10. Сохраняют изменения нажатием .

5.7 Переходят во вкладку *Процедура* и запоминают значение параметра **Продолжительность стартовой процедуры перед началом измерения, с** , а затем устанавливают значение этого параметра равным 30000. Сохраняют изменение нажатием .

5.8 Выходят из программы *Lumex Observer*, нажав кнопку **Выход**. Затем снова запускают программу *Lumex Observer*. Нажимают  и вводят во всплывшее окно **Уровень доступа** пароль: *admin*.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

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

6.2 Проверка соответствия программного обеспечения

6.2.1 Включают монитор в соответствии с Руководством по эксплуатации. На дисплее монитора появляется заставка, на которой выводится название модели монитора 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

6.3.1 Проверка объемного расхода воздуха на входе монитора

6.3.1.1 К входному отверстию монитора подключают при помощи силиконовой трубки ротаметр аппаратов ингаляционного наркоза модификации 20. В верхнем углу окна программы нажимают кнопку *Изм* и регистрируют объемный расход воздуха

по показаниям ротаметра. В верхнем углу окна программы нажимают кнопку **Ноль** и регистрируют объемный расход воздуха по показаниям ротаметра.

6.3.1.2 Результаты проверки считают положительными, если объемный расход воздуха в обоих случаях составляет не менее 4 дм³/мин.

Примечание - Проверку разрешается проводить без предварительного прогрева анализатора.

6.3.2 Проверка герметичности газового тракта

6.3.2.1 На входной газовой штуцер монитора надевают силиконовую трубку. В верхнем углу окна программы нажимают кнопку **Изм** и на 15 секунд пережимают силиконовую трубку зажимом. По показаниям встроенного датчика давления регистрируют падение давления в аналитической кювете монитора.

6.3.2.2 В верхнем углу окна программы нажимают кнопку **Ноль** и на 15 секунд пережимают силиконовую трубку зажимом. По показаниям встроенного датчика давления регистрируют падение давления в аналитической кювете монитора.

6.3.2.3 Результаты опробования считают положительными, если падение давления в аналитической кювете монитора в обоих случаях составляет не менее 50 кПа.

6.3.3 Определение среднего квадратического отклонения нулевых показаний монитора

6.3.3.1 В верхнем углу окна программы нажимают кнопку **Ноль**.

6.3.3.2 Не ранее чем через 3 мин после начала регистрации выходного сигнала фиксируют значение среднего квадратического отклонения сигнала монитора в секции «СКО».

6.3.3.3 Результаты опробования считают положительными, если среднее квадратическое отклонение нулевых показаний монитора не превышает 1 нг/м³ для РА915АМ-1 и 6 нг/м³ для РА915АМ-2.

6.4 Определение относительной погрешности мониторов

6.4.1 Определение относительной погрешности монитора проводят в трех точках диапазона измерений (точки 1, 2, 3 в таблицах 4 или 5, соответственно) путем дозирования в кювету монитора паров ртути, генерируемых из контрольного раствора ртути массовой концентрации C (мкг/дм³), приготовленного в соответствии с А.2.2 и А.2.3.

Таблица 4 - Точки, в которых определяют относительную погрешность мониторов (исполнение РА915АМ-1)

Поверяемая точка диапазона измерений	Массовая концентрация паровочного раствора, С, мкг/дм ³	Объем раствора, см ³	Действительное значение массы ртути, нг	Среднее значение максимальной массовой концентрации паров ртути*, нг/м ³
1	20,0	0,1	2,0	2000
2		0,5	10,0	10000
3		1,0	20,0	20000

* При расходе воздуха 4 дм³/мин.

Таблица 5 - Точки, в которых определяют относительную погрешность мониторов (исполнение РА915АМ-2)

Поверяемая точка диапазона измерений	Массовая концентрация паровочного раствора, С, мкг/дм ³	Объем раствора, см ³	Действительное значение массы ртути, нг	Среднее значение максимальной массовой концентрации паров ртути*, нг/м ³
1	100,0	0,1	10,0	10000
2		0,5	50,0	50000
3		1,0	100,0	100000

* При расходе воздуха 4 дм³/мин.

6.4.2 Подготавливают систему барботеров приставки (РП-91, РП-92 или УРП) к работе. Штатив с барботерами располагают на устойчивой поверхности вблизи задней панели монитора (см. рисунок 1).

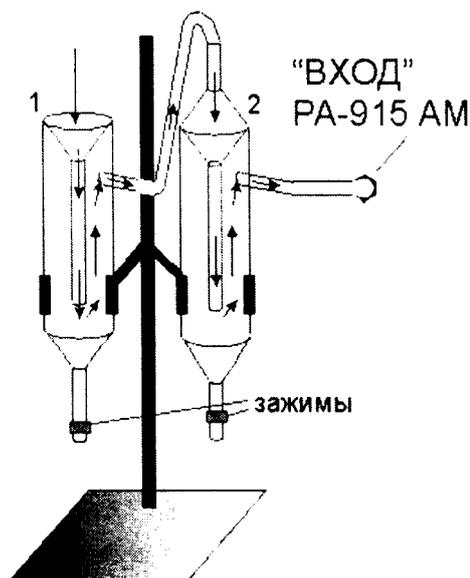


Рисунок 1 - Схема сборки системы барботеров

6.4.3 Входной патрубок («ВХОД») на задней панели монитора соединяют трубкой с выходным патрубком второго барботера. Насос монитора при этом будет прокачивать воздух через систему барботеров.

6.4.4 Переключают монитор на работу через измерительный канал нажатием кнопки **Изм** в верхнем левом углу экрана. Вводят дозатором в барботер 4 см³ восстановительного раствора (см. А.1.4). Подсоединяют ротаметр ко входу первого барботера, используя его крышку, и фиксируют значение объемной скорости прокачки по ротаметру. Значение объемной скорости должно быть не менее 4 дм³/мин.

6.4.5 Выжидают не менее 20 с до стабилизации базовой линии (величина среднеквадратичного отклонения не должна превышать значения, указанного в 6.3.3.3).

6.4.6 Запускают процесс интегрирования, нажав кнопку **Старт И**.

6.4.7 В первый барботер вводят дозатором необходимый объем контрольного раствора ртути, определяемый по таблицам 4 или 5 в зависимости от исполнения монитора. После возвращения аналитического сигнала на уровень базовой линии для вычисления значения интегрального выходного сигнала анализатора - площади пика ($Y_{изм} \text{ }_1$), нг·м⁻³·с, нажимают кнопку **Стоп И**. Величина интегрального выходного сигнала анализатора выводится после нажатия кнопки **Стоп И** в поле **Площадь** справа от графика.

6.4.8 Сливают отработанный раствор и промывают барботер 20 см³ дистиллированной воды.

6.4.9 Повторяют операции по 6.4.3 – 6.4.4 и регистрируют соответствующее значение интегрального выходного сигнала ($Y_{изм} \text{ }_2$), нг·м⁻³·с.

6.4.10 Рассчитывают среднее значение интегрального выходного сигнала $\bar{Y}_{изм}$, нг·м⁻³·с и относительный размах $r_{изм}$, %, по формулам (1) и (2):

$$\bar{Y}_{изм} = \frac{(Y_{изм} \text{ }_1) + (Y_{изм} \text{ }_2)}{2} \quad (1)$$

$$r_{изм} = 2 \times \frac{|(Y_{изм} \text{ }_1) - (Y_{изм} \text{ }_2)|}{(Y_{изм} \text{ }_1) + (Y_{изм} \text{ }_2)} \times 100\% \quad (2)$$

Если величина $r_{изм}$ превышает 10 %, повторяют измерения начиная с 6.4.5.

6.4.11 Вычисляют измеренное значение массы ртути $m_{изм}$, нг, по формуле

$$m_{изм} = Y_{изм} \cdot v \quad (3)$$

где $Y_{изм}$ - среднее значение интегрального выходного сигнала (см.6.4.10), нг·м⁻³·с;

v - расход воздуха, дм³/мин

6.4.12 Повторяют операции по 6.4.3.- 6.4.7 с остальными объемами поверочного раствора (см. таблицы 3, 4).

6.4.13 Рассчитывают значение относительной погрешности ($\delta_{\text{осн}}$, %) в каждой точке по формуле:

$$\delta_{\text{осн}} = \frac{m_{\text{изм}} - m_{\text{д}}}{m_{\text{д}}} \cdot 100 \quad (4)$$

6.4.14 Результаты поверки считаются положительными, если в каждой точке поверки $|\delta_{\text{осн}}|$ не превышает 20%.

6.5 Определение эффективности сорбции ртути встроенным сорбционным фильтром

6.5.1 Подготавливают монитор к работе в соответствии с 6.4.2 и используют контрольный раствор ртути по 6.4.1 в зависимости от исполнения монитора.

6.5.2 Устанавливают клапан в положение для прокачки воздуха через канал сорбционного фильтра (кнопка **Ноль**).

6.5.3 Подсоединяют ротаметр на вход первого барботера, используя его крышку, и фиксируют значение объемной скорости прокачки по ротаметру. Значение объемной скорости должно быть не менее 4 дм³/мин.

6.5.4 Выжидают не менее 20 с до стабилизации базовой линии (величина среднеквадратичного отклонения не должна превышать значения, указанного в 6.3.3.3).

6.5.5 Запускают процесс интегрирования, нажав кнопку **Старт И**.

6.5.6 В первый барботер вводят дозатором объем контрольного раствора ртути, соответствующий точке № 1 по таблицам 4 или 5 в зависимости от исполнения монитора. После возвращения аналитического сигнала на уровень базовой линии для вычисления значения интегрального выходного сигнала анализатора - площади пика Y_{ϕ} , нг·м⁻³·с, нажимают кнопку **Стоп И**.

6.5.7 Сливают отработанный раствор и промывают барботер 20 см³ дистиллированной воды.

6.5.8 Рассчитывают значение коэффициента поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром K_{ϕ} , %, по формуле:

$$K_{\phi} = \frac{\bar{Y}_{\text{изм}} - Y_{\phi}}{\bar{Y}_{\text{изм}}} \cdot 100 \quad (5)$$

где $\bar{Y}_{\text{изм}}$ - среднее значение интегрального выходного сигнала для точки № 1 (см.6.4.10), нг·м⁻³·с;

v - расход воздуха, дм³/мин

6.5.9 Результаты поверки считают положительными, если значение коэффициента поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром монитора составляет не менее 98 %.

6.5.10 По завершении поверки возвращают исходные значения измененным параметрам. Нажимают , входят во вкладку Контроль окна параметров монитора и

восстанавливают значения параметров **V мин, л/мин** и **Давление в аналитической кювете, кПа**, которые были изменены в 5.6. Затем входят во вкладку Процедура и восстанавливают параметр **Продолжительность стартовой процедуры перед началом измерения, сек**, которое было изменено в 5.7. Сохраняют введенные значения нажатием .

6.6 Проверка относительной погрешности измерений для мониторов, предназначенных для измерений ртути в природном или технологическом газе (первичная поверка)

Проверку относительной погрешности мониторов при выпуске из производства (первичная поверка), предназначенных для измерений ртути в природном или технологических газах, проводят с использованием источников микропотоков паров ИМ-Нг с использованием в качестве носителя метана с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ТУ 51-841-87 или технологического газа. Производительность источников микропотоков и расход газа-носителя (в диапазоне от 2 до 10 дм³/мин) выбирают таким образом, чтобы по возможности охватить весь диапазон измерений.

Подготавливают к работе 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 подают на вход измерительного блока монитора и регистрируют $n = 5$ раз значение массовой концентрации паров ртути в соответствии с РЭ монитора и руководством пользователя программным обеспечением. Вычисляют среднее арифметическое полученных значений \bar{C}_{Hg} , нг/м³ и среднеквадратическое отклонение S_{Hg} .

Рассчитывают действительное значение массовой концентрации паров ртути, $C_{\text{Hg,д}}$, нг/м³

$$C_{\text{Hg,д}} = \frac{P}{Q \cdot 10^{-3}}, \quad (6)$$

где P - производительность ИМ-Нг, нг/мин;

Q - расход газа-носителя, дм³/мин;

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

Для каждого измерения (i - номер измерения), проведенного с определенной ПГС, вычисляют относительное отклонение (δ_i , %) измеренного значения $C_{\text{Hg},i}$, нг/м³ от действительного:

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

За основную относительную погрешность измерений ($\delta_{\text{осн}}$, %) для данной ПГС принимают наибольшее по абсолютной величине значение δ_i .

Результаты поверки считаются положительными, если в каждой точке поверки $|\delta_{\text{осн}}|$ относительная погрешность не превышает 20%.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

7.2 На мониторы, признанные годными по результатам первичной (периодической) поверки, выдают Свидетельство о поверке установленного образца.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А**ПРИЛОЖЕНИЕ А**

(обязательное)

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ И ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ***А.1 Приготовление вспомогательных растворов******А.1.1 Подготовка лабораторной посуды***

А.1.1.1 Вновь поступившую посуду, в том числе барботеры используемой приставки, моют горячей водой, затем горячим раствором азотной кислоты (1:1). После этого тщательно, не менее 5 раз, ополаскивают дистиллированной водой.

А.1.1.1 Для приготовления поверочных растворов должен быть выделен специальный комплект мерных колб и пипеток, причем каждая мерная колба должна использоваться исключительно для приготовления растворов одной и той же концентрации, а каждая пипетка - только для отбора определенного раствора. Мерные колбы и пробки к ним должны иметь соответствующую маркировку. Мерные колбы следует хранить в закрытом виде в свободном от следов ртути месте отдельно от остальной химической посуды.

А.1.1.2 После использования барботеры промывают дистиллированной водой, однако при получении сомнительных результатов (высокое значение аналитического сигнала для раствора разбавления по А.3, расхождение между результатами двух параллельных наблюдений, превышающее допустимое значение по 6.4.9), барботеры следует промыть горячим раствором азотной кислоты, как описано выше, а при повторении неудовлетворительных результатов – заново приготовить растворы.

А.1.1.3 Для отбора каждого из растворов необходимо иметь свой цилиндр или пипетку, которые должны быть соответствующим образом промаркированы. При использовании дозатора для каждого раствора необходимо иметь свой сменный накопитель.

А.1.2 Приготовление раствора бихромата калия

(4,00±0,01) г бихромата калия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор следует хранить в стеклянном сосуде из темного стекла с притертой пробкой или завинчивающейся крышкой. Срок хранения – 6 мес.

А.1.3 Приготовление раствора разбавления

В коническую колбу вместимостью 1000 см³ помещают 500 см³ дистиллированной воды, осторожно при перемешивании добавляют 50 см³ концентрированной азотной кислоты, а затем 5 см³ раствора бихромата калия (см. А.1.2), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор следует хранить в стеклянном сосуде с притертой пробкой или завинчивающейся крышкой. Срок хранения – 3 месяца.

Проверка чистоты раствора разбавления - по А.3.

А.1.4 Приготовление восстановительного раствора (раствор дихлорида олова массовой концентрации 100 г/дм³)

В термостойкую коническую колбу вместимостью 250 см³ с нанесенной отметкой 200 см³ помещают 100 см³ дистиллированной воды, осторожно добавляют 30 см³ концентрированной серной кислоты, после охлаждения раствора вносят (20,0±0,1) г дихлорида олова. Нагревают на плитке до полного растворения дихлорида олова и после охлаждения разбавляют дистиллированной водой до 200 см³.

Срок хранения раствора при температуре от 2°С до 8°С – 5 дней.

А.2 Приготовление поверочного раствора

А.2.1 Приготовление раствора ртути массовой концентрации

$$C_2 = 10,0 \text{ мг/дм}^3$$

Вскрывают ампулу со стандартным образцом состава водного раствора ионов ртути массовой концентрации ртути $C_1 = 1,00 \text{ г/дм}^3$. При помощи пипетки отбирают 1 см³ стандартного образца и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, в которую предварительно внесено 25 см³ раствора разбавления по А.1.3. Содержимое колбы разбавляют до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2°С до 8°С – 6 месяцев.

А.2.2 Приготовление поверочного раствора ртути массовой концентрации

$$C_3 = 100 \text{ мкг/дм}^3$$

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 25 см³ раствора разбавления по А.1.3. Отбирают при помощи пипетки 1 см³ раствора ртути массовой концентрацией 10 мг/дм³ по А.2.1 и переносят в ту же мерную колбу. Содержимое колбы разбавляют до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2°С до 8°С – 1 месяц.

А.2.3 Приготовление поверочного раствора ртути массовой концентрации

$$C_4 = 20,0 \text{ мкг/дм}^3$$

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 25 см³ раствора разбавления по А.1.3. При помощи пипетки отбирают 10 см³ раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм³ (см.А.2.2) и переносят в ту же мерную колбу. Объем раствора доводят до метки раствором разбавления. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2°С до 8°С – 10 дней.

А.3 Проверка чистоты раствора разбавления

А.3.1 Проверку чистоты раствора разбавления проводят до приготовления растворов ртути согласно А.2.

А.3.2 Выполняют подготовительные операции согласно 6.4.2 - 6.4.4.

А.3.3 Вводят дозатором в барботер 4 см³ восстановительного раствора (см. А.1.4). Выжидают не менее 20 с для стабилизации базовой линии.

А.3.4 Проводят два раза операции по 6.4.5, дозируя вместо поверочного раствора ртути 2 см³ раствора разбавления, и регистрируют значения выходного сигнала анализатора для раствора разбавления $(Y_{pp})_1$ и $(Y_{pp})_2$.

А.3.5 Вычисляют среднее значение выходного сигнала для раствора разбавления по формуле:

$$\bar{Y}_{pp} = \frac{(Y_{pp})_1 + (Y_{pp})_2}{2} \quad (\text{A.1})$$

А.3.6 Значение среднего выходного сигнала для раствора разбавления не должно превышать $\bar{Y}_{pp} \leq 3000$. В противном случае следует проверить чистоту барботеров и/или сменить реактивы, используемые для приготовления раствора разбавления, затем приготовить его заново.

А.3.7 Невыполнение условия А.3.6 не является основанием для браковки монитора.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)
ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Средство измерений - Монитор ртути РА-915АМ

Зав. номер _____

Дата поверки _____

Место проведения поверки _____

Условия поверки:

температура окружающей среды, °С _____

атмосферное давление, кПа _____

относительная влажность, % _____

Средства поверки: _____

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Опробование _____

3. Проверка соответствия программного обеспечения

Наименование и версия ПО _____

4. Определение метрологических характеристик

Наименование метрологической характеристики	Действительное значение массы ртути, нг	Значение, полученное при поверке	Относительная погрешность изменений, %	Допускаемое значение, %
Относительная погрешность и относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала монитора				±20
				±20
				±20

Или, при первичной поверке мониторов предназначенных для природного газа

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

5. Коэффициент поглощения паров ртути встроенным сорбционным фильтром монитора K_{ϕ} (%) _____

Результаты поверки: _____

(годен, забракован – указать причину непригодности)

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

Поверитель: _____