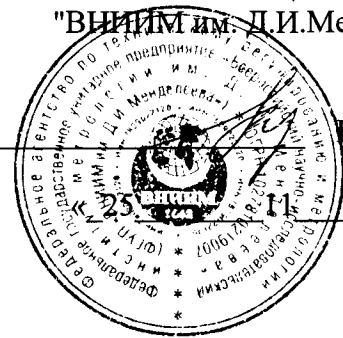


УТВЕРЖДАЮ

Руководитель

ГЦИ СИ ФГУП

"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"



Н.И.Ханов

2010 г.

Анализаторы ртути  
моделей

Mercur, Mercur Plus, Mercur AA, Mercur AA Plus,

Mercur DUO, Mercur DUO Plus

фирмы

"Analytik Jena AG", Германия

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1090-2010


л.р.46546-11

Руководитель отдела

ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Л.А. Конопелько

 Ст. научный сотрудник  
М.А. Мешалкин

2010 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы ртути Mercur, Mercur Plus, Mercur AA, Mercur AA Plus, Mercur DUO, Mercur DUO Plus фирмы «Analytik Jena AG», Германия и определяет методы и средства их первичной (после ввоза в РФ и ввода в эксплуатацию или после ремонта) и периодической поверок в процессе эксплуатации. Межповерочный интервал– 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

| Операции поверки                              | Номер пункта методики поверки | Обязательность проведения операции при поверке   |   |
|---|-------------------------------|--|---|
|   |                               | Первичной (после ввоза в страну и после ремонта) | Периодической (в процессе эксплуатации) |
| 1. Внешний осмотр                             | 6.1                           | Да   | Да                                      |
| 2. Опробование                                | 6.2                           | Да   | Да                                      |
| 3. Определение метрологических характеристик: | 6.3                           |  |   |
| - чувствительности;                           | 6.3.1                         | Да   | Да                                      |
| - относительного СКО выходного сигнала;       | 6.3.2                         | Да   | Да                                      |
| - пределов обнаружения;                       | 6.3.3                         | Да   | Да                                      |

## СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

| № пункта методики поверки | Наименование и тип средства поверки   | Основные технические и (или) метрологические характеристики  |
|---------------------------|---|--|
| 6.3                       | Государственный стандартный образец состава растворов ртути (ГСО 8004-93).                          | Массовая концентрация ионов ртути 0,1 мг/см <sup>3</sup> .<br>Погрешность определения концентрации 1% при доверительной вероятности $p=0,95$ . |
| 6.3                       | Вода дистиллированная   | ГОСТ 6709-72   |
| 6.3                       | Стекланные меры вместимости:<br>Пипетки мерные по ГОСТ 20292,<br>колбы мерные наливные по ГОСТ 1770 | Класс точности 2<br>Класс точности 2   |
| 4                         | Термометр лабораторный<br>ТЛ 4-А2   | ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (от 0 до 50) °С, цена деления 0,1 °С.  |
| 4                         | Барометр-анероид М-110  | ТУ 25.04-1799-75<br>(№3745-73 по Госреестру СИ РФ)   |
| 4                         | Психрометр аспирационный<br>МВ-4-М или МВ-4-2М  | ТУ 25-1607.054-85<br>(№10069-01 по Госреестру СИ РФ)   |

Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение характеристик с требуемой точностью.

Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

### **3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ, ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

3.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на анализатор. При получении данных, необходимых для поверки, допускается привлечение персонала, обслуживающего прибор (под контролем поверителя).

3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в настоящем Руководстве по эксплуатации в разделе 1.

### **4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ**

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25 °С
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа
- относительная влажность воздуха от 30 до 90 %
- напряжение питающей сети переменного тока (220<sup>+22</sup><sub>-33</sub>) В
- частота (50±1) Гц.

При проведении поверки спектрометр должен быть защищен от прямого воздействия ярких источников света.

### **5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

Подготовить анализатор к работе в соответствии Руководством по эксплуатации анализатора (раздел 8), в том числе с учетом требованиями настоящей методики поверки.

Перед проведением периодической поверки должны быть выполнены регламентные работы, предусмотренные в Руководстве по эксплуатации в разделе 10.

### **6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

#### **6.1 Внешний осмотр**

При внешнем осмотре должно быть установлено:

Наличие маркировки, подтверждающей тип и идентификационный номер анализатора.

Отсутствие на наружных поверхностях анализатора повреждений, влияющих на его работоспособность.

Соответствие фактической комплектности анализатора указанной в руководстве по эксплуатации (без запасных частей).

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

#### **6.2 Опробование**

Опробование спектрометра заключается в его включении и загрузке программы для определения ртути.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее не появляется сообщений об ошибках.

#### **6.3 Определение метрологических характеристик**

В зависимости от модели анализатора измерения проводят в следующих режимах:

- для анализаторов моделей Mercur и Mercur Plus – в атомно-флуоресцентном режиме;
- для анализаторов моделей Mercur AA и Mercur AA Plus – в атомно-абсорбционном режиме;

- для анализаторов моделей Mercur DUO и Mercur DUO Plus – в атомно-абсорбционном и атомно-флуоресцентном режиме;

В качестве информационного параметра выходного (аналитического) сигнала используется значение амплитуды измеряемого сигнала (амплитудная регистрация).

### 6.3.1 Определение чувствительности

6.3.1.1 В соответствии с инструкцией по применению ГСО приготовить поверочный раствор с массовой концентрацией ионов ртути от 5,0 до 6,0 мкг/дм<sup>3</sup>.

6.3.1.2 Чувствительности ( $S$ ) рассчитывается на основании результатов измерения оптической плотности атомного пара (или интенсивности флуоресценции) холостой пробы (дистиллированной воды) и оптической плотности атомного пара (или интенсивности флуоресценции) поверочного раствора, приготовленного в соответствии с п. 6.3.1 настоящей методики, по формуле:

$$K = \frac{A_{\max} - A_{\text{хол max}}}{C} \quad (1)$$

где:  $C$  – массовая концентрация ртути в поверочном растворе, мкг/дм<sup>3</sup>;

$A_{\max}$  – среднее арифметическое значение амплитуды выходного сигнала для поверочного раствора массовой концентрации  $C$  (при  $n=5$ );

$A_{\text{хол max}}$  – среднее арифметическое значение амплитуды выходного сигнала холостой пробы, у.е. (при  $n=5$ ).

### 6.3.2 Определение относительного СКО выходного сигнала<sup>1</sup> ( $S_r$ )

Относительное СКО рассчитывается по формуле (2) по результатам измерений величины выходного сигнала для поверочного раствора, указанного в п.6.3.1.1:

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (N - N_i)^2}{n - 1}} \quad (2)$$

где:  $N$  – среднее арифметическое результатов  $n$  измерений величины выходного сигнала;

$N_i$  –  $i$ -ое значение результата измерений величины выходного сигнала;

$n$  – число измерений.

Анализатор считается прошедшим поверку по п.п. 6.3.1 и 6.3.2, если значения коэффициентов чувствительности и относительного СКО выходного сигнала не превышают значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Чувствительность и относительное СКО выходного сигнала

| Режим измерений       | Предельные допускаемые значения     |                   |
|-----------------------|-------------------------------------|-------------------|
|                       | $K$ , не менее                      | $S_r$ %, не более |
| Атомно-абсорбционный  | 0,008 Б / (мкг/дм <sup>3</sup> )    | 2,0               |
| Атомно-флуоресцентный | 0,032 у.е. / (мкг/дм <sup>3</sup> ) | 2,0               |

### 6.3.3 Определение пределов обнаружения

<sup>1</sup> Выходной сигнал атомно-абсорбционной ячейки – оптическая плотность; выходной сигнал атомно-флуоресцентной ячейки – интенсивность спектральной линии ртути, выраженная в условных единицах.

6.3.3.1 В зависимости от модели анализатора провести 10-и кратное ( $n=10$ ) измерение величины выходного сигнала при использовании в качестве пробы дистиллированной воды в атомно-абсорбционном режиме ( $D_{iw}$ ) и/или атомно-флуоресцентном режиме ( $I_{iw}$ ). Перед проведением измерений дважды провести процедуру промывки анализатора (см. Руководство по эксплуатации, раздел № 7.3.1.).

6.3.3.2 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений оптической плотности  $\bar{D}_w$ :

$$\bar{D}_w = \frac{\sum_{i=1}^n D_{iw}}{n} \quad (3)$$

стандартное отклонение  $\sigma_w$ :

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (D_{iw} - \bar{D}_w)^2}{(n-1)}} \quad (4)$$

и предел обнаружения ртути в атомно-абсорбционном режиме:

$$C_{np} = \frac{3 \times \sigma_w \times 2,28}{K} \quad (5)$$

где: 2,28 - коэффициент Стьюдента для  $p=0,95$  и  $n=10$ .  
 $K$  - чувствительность, рассчитанная по формуле (1).

6.3.3.3 Рассчитать среднее арифметическое измеренных значений интенсивности флуоресценции  $\bar{I}_w$ :

$$\bar{I}_w = \frac{\sum_{i=1}^n I_{iw}}{n} \quad (6)$$

стандартное отклонение  $\sigma_w$ :

$$\sigma_w = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{iw} - \bar{I}_w)^2}{(n-1)}} \quad (7)$$

и предел обнаружения ртути в атомно-флуоресцентном режиме:

$$C_{np} = \frac{3 \times \sigma_w \times 2,28}{K} \quad (8)$$

где: 2,28 - коэффициент Стьюдента для  $p=0,95$  и  $n=10$ .  
 $K$  - чувствительность, рассчитанная по формуле (1).

6.3.3.4 Анализатор считается прошедшим поверку по п. 6.3.3, если рассчитанные пределы обнаружения  $C_{np}$  не превышают значений, приведенных в таблице 4.

| Режим                 | Предел обнаружения, мкг/дм <sup>3</sup> , не более |
|-----------------------|--|
| Атомно-абсорбционный  | 0,15   |
| Атомно-флуоресцентный | 0,06   |

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки вносятся в протокол. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении 1.

7.2 Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению и на него выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускается и на него выдается извещение о непригодности к применению с указанием причин.

Протокол поверки  
анализатора ртути модели \_\_\_\_\_

Зав.№ \_\_\_\_\_  
Принадлежит \_\_\_\_\_  
ИНН владельца \_\_\_\_\_  
Дата выпуска \_\_\_\_\_  
Дата поверки \_\_\_\_\_

## Условия поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;  
атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;  
относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

Наименование документа, по которому проведена поверка \_\_\_\_\_

Средства поверки \_\_\_\_\_

## РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра: \_\_\_\_\_;
2. Результаты опробования: \_\_\_\_\_;
3. Определение метрологических характеристик:
  - 3.1. Атомно-абсорбционный режим:
    - чувствительность: \_\_\_\_\_
    - предел обнаружения: \_\_\_\_\_
    - относительное СКО выходного сигнала: \_\_\_\_\_
  - 3.2. Атомно-флуоресцентный режим:
    - чувствительность: \_\_\_\_\_
    - предел обнаружения: \_\_\_\_\_
    - относительное СКО выходного сигнала: \_\_\_\_\_

Заключение: *метрологические характеристики соответствуют/не соответствует требованиям.*

**Поверитель:**