

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"



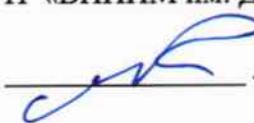
Н.И.Ханов

10 апреля 2014 г.

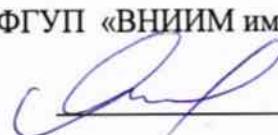
АНАЛИЗАТОРЫ РТУТИ РЕ-1

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-1660-2014

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

 Л.А. Конопелько

Ст.научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.А. Мешалкин

Инженер
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Л.А. Ерофеевская

Санкт-Петербург
2014

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ртути моделей РЕ-1 и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввоза в РФ и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики по- верки	Обязательность проведения опе- рации при	
			первичной проверке	периодической проверке
1.	Внешний осмотр.	п.6.1.1	да	да
2.	Опробование.	п. 6.2	да	да
3.	Проверка общего функциони- рования.	п. 6.2.1	да	да
4.	Подтверждение соответствия ПО	п.6.2.2	да	да
5.	Определение метрологических характеристик:	п. 6.3	да	да
6.	Определение предела обнаружения.	п. 6.3.1	да	да
7.	Определение относительного СКО выходного сигнала.	п. 6.3.2	да	да

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2.

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогатель- ного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
	6.3	Стандартный образец водного раствора ионов ртути	ГСО 8004-93
	6.3	Вода не хуже второй степени очистки	ГОСТ 52501-2005
	6.3	Колба мерная 2(4)-50-2	ГОСТ 1770-74
	6.3	Пипетка вместимостью 0,5 см ³	ГОСТ 29227-91
	4.1	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С
	4.1	Барометр-анероид М-98	ТУ 25-11-1316-76.
	4.1	Психрометр аспирационный МБ-4М	ГОСТ 6353-52, диапазон измерения относительной влажности (10 - 100) %

- 2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, класс точности и характеристики которых не хуже указанных.
- 2.3. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

- 3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации (далее в тексте –РЭ) анализаторов.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

диапазон температуры окружающей среды	от 15 до 30 °C;
диапазон атмосферного давления	от 84 до 106,7 кПа;
диапазон относительной влажности воздуха	от 45 до 80 %;
напряжение питания	(220 ⁺²² -33) В;
частота питания переменного тока	(50 ± 1) Гц.
Напряжение линий должно быть устойчивым и свободным от скачков.	

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- 1) анализаторы следует выдержать при температуре помещения, в котором будет проводится поверка, не менее двух часов;
- 2) поверяемые анализаторы должны быть подготовлены к работе в соответствии с РЭ на них.

5.2. Приготовить поверочные растворы, указанные в таблице 3.

Таблица 3

№	Контрольный раствор ¹	Массовая концентрация определяемого компонента
1	Водные растворы ионов ртути	10 мкг/л
2	Водные растворы ионов ртути	50 мкг/л

Для разбавления используется вода не хуже второй степени очистки по ГОСТ 52501-2005.

5.3. К проведению измерений по поверке допускаются лица, изучившие техническое описание, руководство по эксплуатации и методику поверки анализаторов.

Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализатор (под контролем поверителя).

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.

6.1. Внешний осмотр

¹ методом разбавления в воде не хуже второй степени очистки по ГОСТ 52501-2005 (по объему).

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки анализаторов технической документации на него.
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность анализаторов;
- четкость всех надписей;
- исправность органов управления, настройки и коррекции.

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

6.2. Опробование

6.2.1. Проверка общего функционирования.

Проверка общего функционирования производится автоматически после включения питания. В случае успешного прохождения проверки на экране появляется стартовое окно программы управления прибором.

Перед проведением измерений необходимо прогреть прибор в течение не менее 30 минут. Анализатор считается выдержавшим поверку по п.6.2.1, если после прогрева анализатор функционируют нормально.

6.2.2. Подтверждение соответствия ПО

6.2.2.1 Определение номера версии (идентификационного номера) встроенного программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help». В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «Version», в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия окна идентификации приведена на рисунке 1.

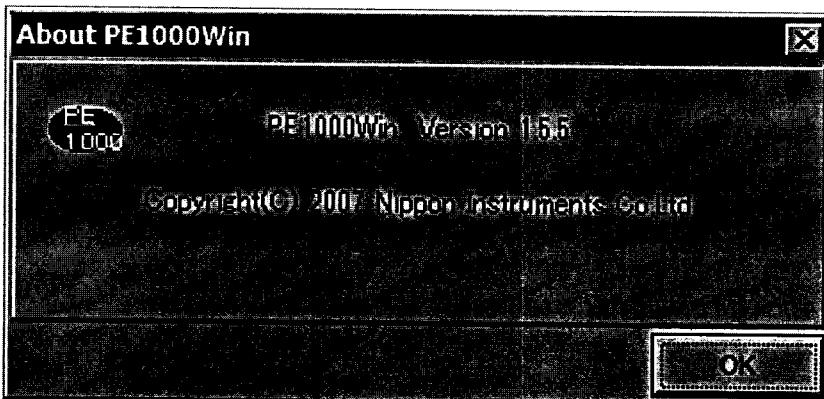


Рис.1 Окно с идентификационными данными ПО.

6.2.2.2 Анализатор считается выдержавшим поверку по п.6.2.2, если версия ПО соответствует номеру 1.5.5. или выше.

6.3. Определение метрологических характеристик.

6.3.1. Определение предела обнаружения.

6.3.1.1. Определение предела обнаружения проводят по поверочному водному раствору ионов ртути 10 мкг/л и воде не хуже второй степени очистки по ГОСТ 52501-2005.

6.3.1.2. Объем вводимой пробы – 10 мкл.

6.3.1.3. Последовательно ввести пробу водного раствора ионов ртути 10 мкг/л в прибор и зафиксировать площадь пика. Повторяют операцию три раза.

6.3.1.4. Рассчитать среднее арифметическое результатов трех измерений пробы:

$$N_{\text{пробы}} = \frac{1}{3} \sum_i^3 N_i \quad (1)$$

где N_i – i-е значение результата измерений.

6.3.1.5. Последовательно ввести пробу воды не хуже второй степени очистки по ГОСТ 52501-2005 (фоновый раствор) в прибор и зафиксировать площадь пика . Повторяют операцию десять раз.

6.3.1.6. Рассчитать среднее арифметическое результатов десяти измерений фонового раствора:

$$N_{\text{фона}} = \frac{1}{10} \sum_i^{10} N_i \quad (2)$$

6.3.1.7. Рассчитать стандартное отклонение площади пика сигнала фонового раствора:

$$S_{\text{фона}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (N_{\text{фона}} - N_i)^2}{n-1}} \quad (3)$$

где: $N_{\text{фона}}$ – среднее арифметическое результатов n- измерений;

N_i – i-е значение результата измерений;

n – число измерений.

6.3.1.8. Рассчитать предел обнаружения:

$$\text{ПрO} = 3 \times S_{\text{фона}} \times \frac{C_{\text{пробы}}}{N_{\text{пробы}} - N_{\text{фона}}} \quad (4)$$

где: $S_{\text{фона}}$ – стандартное отклонение интенсивности сигнала фонового раствора (вода не хуже второй степени очистки по ГОСТ 52501-2005);

$C_{\text{пробы}}$ – массовая концентрация ртути в пробе =10 мкг/л (при объёме инжекции 10 мкл);

$N_{\text{пробы}}$ – интенсивность сигнала пробы (площадь пика) (среднее по 3 измерениям);

$N_{\text{фона}}$ – интенсивность сигнала фона (среднее по 10 измерениям).

6.3.1.9. Анализатор считается прошедшим поверку по п. 6.3.1, если рассчитанные пределы обнаружения ПрO не превышает 0,1 мкг/л.

6.3.2. Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.3.2.1. Определение относительного СКО выходного сигнала проводят по поверочному водному раствору ионов ртути 50 мкг/л.

6.3.2.2. Последовательно ввести пробу в прибор и зафиксировать площадь пика. Повторяют операцию десять раз. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

6.3.2.3. Рассчитать относительное СКО:

$$S = \frac{100}{N} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (N - N_i)^2}{n-1}} \quad (5)$$

где: N – среднее арифметическое результатов n- измерений;

N_i – i-е значение результата измерений;

n – число измерений.

6.3.2.4. Анализатор считается выдержавшим поверку по п.6.3.2, если относительное СКО выходного сигнала, вычисленное в п.6.3.2.3. не более 3%.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении 1.

7.2. Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**АНАЛИЗАТОР РТУТИ РЕ-1**

Зав.№ _____
Дата выпуска _____
Дата поверки _____
Наименование документа, по которому проведена поверка _____
Средства поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °C;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты проверки общего функционирования _____
3. Результаты определения предела обнаружения _____
4. Результаты определения относительного СКО выходного сигнала _____

Заключение _____

Поверитель _____
(подпись)