



прДСТУ _____:20__

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ _____:20__

Метрологія
Методика повірки
АНАЛІЗАТОРИ РТУТІ

(Проект, перша редакція)

Київ

20__

прДСТУ _____:20__

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Державне підприємство „ВСЕУКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ВИРОБНИЧИЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦІЇ, МЕТРОЛОГІЇ, СЕРТИФІКАЦІЇ ТА ЗАХИСТУ ПРАВ СПОЖИВАЧІВ”
(ДП „УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ”)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від _____
_____ 20_ р. № _____ з 20__ - ____ - ____

3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 20__

ЗМІСТ

	С.
Вступ	
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	2
3 Терміни та визначення понять.....	3
4 Позначки та скорочення.....	4
5 Операції повірки	4
6 Засоби повірки	6
7 Вимоги до кваліфікації персоналу	8
8 Умови проведення повірки	9
9 Вимоги щодо безпеки	9
10 Підготовка до проведення повірки	10
11 Проведення повірки	12
12 Обробка результатів вимірювання	18
13 Оформлення результатів повірки	23
Додаток А (обов'язковий) Приготування розчинів CRM та оцінювання невизначеності їх концентрацій.....	25
Додаток Б (обов'язковий) Форма протоколу повірки	36
Додаток В (довідковий) Бібліографія.....	37

ВСТУП

Цей стандарт застосовують для повірки законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки – аналізаторів ртуті, що перебувають в експлуатації.

Аналізатори ртуті, призначенні для вимірювання масової концентрації парів ртуті у повітрі та у водних середовищах, згідно з експлуатаційними документами на аналізатори ртуті, чинними нормативними документами або методиками вимірювання, стандартизованими (атестованими) у встановленому порядку.

У цьому стандарті для повірки аналізаторів ртуті наведено наступні методи проведення повірки:

– метод прямих вимірювань значень масової концентрації ртуті у повітрі із застосуванням державного стандартного зразка складу парів ртуті у повітрі (ДСЗУ № 161.24-95);

– метод прямих вимірювань значень масової концентрації ртуті у повітрі із застосуванням генерованої газової ртутно-повітряної суміші, одержаної за допомогою каліброваного генератора газових середовищ;

– метод прямих вимірювань значень масової концентрації Меркурію у спеціально підготованих пробах водних розчинів солі Меркурію.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ**МЕТРОЛОГІЯ****Методика повірки****АНАЛІЗАТОРИ РТУТІ****METROLOGY****Verification procedure****ANALYZER OF MERCURY**

Чинний від _____

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на аналізатори ртуті (далі – аналізатори) та встановлює методику їх повірки.

1.2 Цей стандарт застосовують для проведення періодичної повірки, повірки після ремонту (що не змінює тип засобів вимірювальної техніки), а також можуть застосовувати для проведення позачергової, інспекційної та експертної повірки відповідно до вимог [2].

1.3 Стандарт призначено для застосування науковими метрологічними центрами, метрологічними центрами та повірочними лабораторіями, які відповідно до [1] здійснюють повірку законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки.

1.4 Під час повірки аналізаторів необхідно додатково керуватись експлуатаційними документами на аналізатори та засоби повірки, які зазначені в розділі 6 цього стандарту.

1.5 Міжповірочний інтервал аналізаторів – 1 рік відповідно до [5].

1.6 Повірка аналізаторів, які не застосовують у сфері законодавчо регульованої метрології, може здійснюватися згідно із цим стандартом на добровільних засадах.

1.7 Вимоги щодо безпеки повірки аналізаторів викладено в розділі 9 цього стандарту.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ 7230:2011 Метрологія. Секундоміри механічні. Методика повірки (калібрування)

ДСТУ 7239:2011 ССБП. Засоби індивідуального захисту. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 ССБП. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 1. Основні положення

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння (ISO 36:1987, IDT)

ДСТУ ISO 80000-9:2016 Величини та одиниці. Частина 9. Фізична хімія і молекулярна фізика (ISO 80000-9: 2009; ISO 80000-9: 2009/Amd1:2011, IDT)

ДСТУ-Н ISO Guide 31:2008 Метрологія. Стандартні зразки. Зміст сертифікатів і етикеток (ISO Guide 31:2000, IDT)

ДСТУ-Н ISO/IEC Guide 35:2006 Атестація стандартних зразків. Загальні та статистичні принципи (ISO Guide 35:1989, IDT)

ДСТУ OIML D 8:2008 Метрологія. Еталони. Вибір, визнання, застосування, зберігання та документація (OIML D 8:2004, IDT)

ДСТУ OIML D 23:2008 Метрологія. Принципи метрологічного контролю обладнання для повірки (OIML D 23:1993, IDT)

Примітка 1. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано терміни, наведені в Законі України [1].

Нижче подано терміни, додатково вжиті у цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.1 генератор парів ртуті у повітрі

Пристрій для отримання газової ртутно-повітряної суміші зі встановленою масовою концентрацією ртуті на виході

3.2 сертифікований референтний матеріал (*certified reference material, CRM*, [29]) парів ртуті у повітрі;

Генерована газова ртутно-повітряна суміш на виході генератора зі встановленим атестованим значенням масової концентрації ртуті та розширеною невизначеністю встановленого значення

3.3 сертифікований референтний матеріал (*certified reference material, CRM*, [24]) складу розчину солі Меркурію.

Спеціально підготовлені проби розчину солі Меркурію за методикою, яку наведено у додатку А цього стандарту, зі встановленим атестованим значенням масової концентрації Меркурію та невизначеністю встановленого значення.

4 ПОЗНАКИ ТА СКОРОЧЕННЯ

У цьому стандарті використовують наступні скорочення:

CRM – сертифікований референтний матеріал;

ДСЗУ – державний стандартний зразок;

ЕД – експлуатаційні документи;

ЗВТ – засоби вимірювальної техніки;

МХ – метрологічна характеристика;

ПЗ – програмне забезпечення;

СКВ – середньо квадратичний відхил;

J – позначка кількості CRM;

j – позначка, яку використовують в якості підрядкового індексу, як ідентифікатор конкретного CRM;

N – позначка, яку використовують в якості показів аналізатора, пов'язаних з вимірюванням масової концентрації ртуті.

У цьому стандарті вжито позначення одиниць фізичних величин згідно з [3] та ДСТУ ISO 80000-9.

5 ОПЕРАЦІЇ ПОВІРКИ

5.1 Під час проведення повірки аналізаторів (далі – повірка) виконують операції, наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Ч.ч.	Найменування операції повірки	Номер пункту стандарту	Проведення операції під час повірки після ремонту	Проведення операції під час періодичної (позачергової) повірки
1	Зовнішній огляд	11.1	Так	Так
2	Перевірка працездатності	11.2	Так	Так
2.1	Перевірка електричного опору ізоляції*	11.2.2	Так	Так
2.2	Перевірка аналізатора при дозуванні проби повітря**	11.2.3	Так	Так
2.3	Перевірка герметичности газоповітряного тракту аналізатора**	11.2.4	Так	Так
2.4	Перевірка функціонування	11.2.5	Так	Так
3	Визначення метрологічних характеристик аналізатора	11.3	Так	Так
3.2	Перевірка основної відносної похибки	11.3.1, 11.3.2, 11.3.3	Так	Так
3.3	Перевірка основного відносного СКВ випадкової складової відносної похибки***	11.3.4,	Так	Так
<p>*Проводять, якщо ЕД на аналізатори містить вимоги до електричного опору ізоляції. **Проводять для аналізаторів парів ртуті у повітрі. ***Проводять, якщо в ЕД на аналізатори нормовано СКВ.</p>				

5.2 У випадку отримання негативних результатів будь-якої з операцій повірка припиняється, аналізатор визнається не придатним до застосування.

Примітка 2. У випадку проведення експертної повірки перелік операцій повірки може бути скорочений згідно з [2].

6 ЗАСОБИ ПОВІРКИ

6.1 Перелік еталонів, засобів повірки та допоміжного обладнання, а також операції повірки (пункти цього стандарту), під час яких їх застосовано, зазначено в таблиці 2 та таблиці 3.

Таблиця 2 – Еталони, необхідні для проведення повірки

Пункт(и) стандарту	Назва еталона (стандартні зразки), метрологічні характеристики
10.4, 10.6, 11.3.1 11.3.2, 11.3.3,	<p>ДСЗУ № 161.24-95 складу парів ртуті у повітрі: діапазон масової концентрації ртуті у повітрі від $9,5305 \times 10^{-6}$ мг/см³ до $46,1047 \times 10^{-6}$ мг/см³ за температури від 15 °С до 35 °С, розширена відносна невизначеність $U_{\text{відн}}$ атестованого (сертифікованого) значення масової концентрації ртуті у повітрі не більше ніж 1 % за довірчої ймовірності $P = 0,95$</p> <p>Або ДСЗУ складу водного розчину солі Меркурію з масовою концентрацією ртуті 1,00 (0,10) мг/см³, розширена відносна невизначеність $U_{\text{відн}}$ атестованого (сертифікованого) значення масової концентрації ртуті не більше ніж 1 % за довірчої ймовірності $P = 0,95$</p> <p>Або генератор газової суміші еталонний (парів ртуті у повітрі) з атестованою концентрацією парів ртуті у діапазоні від 500 нг/м³ до 20000 нг/м³ та розширеною відносною невизначеністю $U_{\text{відн}}$ атестованого значення масової концентрації ртуті у генерованій суміші на виході генератора не більше ніж 10 % за довірчої ймовірності $P = 0,95$</p>

Таблиця 3 – Засоби повірки, допоміжне обладнання, необхідні для проведення повірки

Пункт (и) стандарту	Засоби повірки, допоміжне обладнання, метрологічні або основні технічні характеристики
1	2
Розділ 8	Вимірювач параметрів атмосфери Атмосфера-1: – діапазон вимірювань температури від 0 °С до 40 °С, границі допустимої абсолютної похибки $\pm 0,5$ °С; – діапазон вимірювання відносної вологості повітря від 10 % до 90 %, границі допустимої абсолютної похибки ± 2 %; – діапазон вимірювання атмосферного тиску від 650 гПа до 1080 гПа, границі допустимої абсолютної похибки – ± 1 гПа
11.2.2	Мегаомметр М 4100/3 згідно з [23], з діапазоном вимірювання від 0 МОм до 100 МОм та вихідною напругою (500 \pm 50) В
10.3, 2)	Термостат водяний 1ТЖ-0-03 згідно з [27], допустиме відхилення від сталої температури $\pm 0,1$ °С, ємність кювети 15 дм ³ , або інший, допустиме відхилення від сталої температури якого не більше ніж $\pm 0,1$ °С
11.2.2	Секундомір 3 класу точності згідно з ДСТУ 7230 максимальна відносна похибка – $\pm (0,17/T + 0,00075)$ %, Т – виміряний інтервалу часу, у секундах
11.2.3.1	Лічильник газовий барабанний ГСБ-400 згідно з [28] клас точності 1,0
11.2.4.1	Мановакуумметр рідинний МВ–600 згідно з [21]
10.3, 4)	Шприци медичні згідно з [22] місткістю 0,1; 1,0 та 2,0 см ³
10.3, 3)	Термометр ТЛ-4 4-Б2 згідно з [19] діапазон вимірювань від 0 до 55 °С
11.2.4.1	Трубка силіконова медична 5 x 1,5
Додаток А	Піпетки згідно з [24]
Додаток А	Колби мірні згідно з [20]
11.2.4.1	Груша гумова
11.3.2	Фільтр, що поглинає ртуть (для подачі на вхід аналізатора повітря, що не містить ртуть)

Кінець таблиці 3

1	2
11.2.4.1	Затискувач медичний
9.7	Витяжна шафа
11.2.4.1	Трійник

Можна застосувати інші еталони та засоби повірки, що забезпечують повірку з необхідною точністю.

Примітка 3. Співвідношення між розширеною невизначеністю вимірювань за довірчої ймовірності 0,95, що забезпечує еталон (ДСЗУ, CRM) та максимально допустимою похибкою аналізаторів, що підлягають повірці, становить не менше ніж 1:3.

Примітка 4. Еталон (генератор газових сумішей) повинен бути каліброваним з дотриманням міжкалібрувального інтервалу. Простежуваність еталону повинна бути документально підтверджена.

Застосування еталонів повинно відповідати вимогам, встановленим у розділі 5 ДСТУ OIML D 8, ДСТУ OIML D 23

Примітка 5. Засоби повірки повинні мати чинні свідоцтва про повірку або сертифікати/свідоцтва про калібрування.

Примітка 6. ДСЗУ, повинні мати встановлені значення властивостей з відповідними невизначеностями та простежуваністю відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 35, супроводжуючи їх документами відповідно до ДСТУ-Н ISO Guide 31, з чинними строками застосування.

7 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ПЕРСОНАЛУ

7.1 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки аналізаторів, повинен відповідати вимогам [4].

7.2 Персонал, відповідальний за виконання робіт з повірки аналізаторів, повинен вивчити порядок роботи з аналізаторами, ЕД на аналізатори, і ЕД на засоби повірки та правила техніки безпеки на робочому місці.

8 УМОВИ ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

Повірку проводять за таких умов:

- температура навколишнього повітря – від $(15 \pm 1) ^\circ\text{C}$ до $(25, \pm 1) ^\circ\text{C}$;
- відносна вологість повітря – від 30 % до 80 %;
- атмосферний тиск – від 86 кПа до 104 кПа;
- живлення від мережі змінного струму: частота 50 Гц, напруга від 187 В до 242 В або через адаптер (живлення від постійного струму – напруга від 11 В до 13,5 В);
- механічні впливи на аналізатор повинні бути відсутні;
- вміст агресивних і токсичних компонентів у повітрі робочої зони – в межах санітарних норм згідно з [13].

Умови проведення повірки документують у протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час проведення повірки необхідно дотримувати вимог щодо безпеки умов праці, охорони навколишнього середовища, а також вказівок щодо техніки безпеки, наведених в ЕД на аналізатори та засоби повірки.

9.2 Приміщення, в яких виконують повірку, повинні бути обладнані пожежною сигналізацією відповідно до [7] та забезпечені первинними засобами пожежогасіння згідно з [11] і [17].

9.3 Обладнання у лабораторних приміщеннях повинно бути заземлене та захищене від статичної електрики згідно з вимогами [11], [16], [17] та [18].

9.4 Приміщення, де виконують роботи з повірки, повинно бути обладнане припливно-витяжною вентиляцією згідно з [9] та ДСТУ БА.3.2-12, водопровідною системою та каналізацією згідно з [8].

9.5 Ртуть є токсичною речовиною. Під час повірки необхідно запобігати вдиханню повітря, що містить пари ртуті.

9.6 Під час повірки треба використовувати засоби індивідуального захисту згідно з ДСТУ 7239 та дотримуватись вимог [11] і [14].

9.7 Повірку аналізаторів виконують у витяжній шафі.

9.8 До повірки допускаються фахівці, що вивчили інструкцію з техніки безпеки на робочому місці, принцип дії аналізаторів і пройшли інструктаж з охорони праці в установленому порядку.

9.9 Процес проведення повірки належить до робіт зі шкідливими умовами праці.

10 ПІДГОТОВКА ДО ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

10.1 Перед проведенням повірки необхідно:

– пересвідчитись у наявності метрологічного маркування за результатами оцінки відповідності для тих аналізаторів, що введені в обіг після набуття чинності технічного регламенту [6] або свідоцтва про попередню повірку, відбитка повірочного тавра тощо;

– перевірити наявність ЕД;

– аналізатори та засоби повірки витримати в приміщенні, в якому проводиться повірка, до вирівнювання їх температури з температурою приміщення, але не менше, ніж дві години.

10.2 Проводять підготовку аналізаторів до роботи згідно з ЕД.

10.3 Якщо проводять повірку аналізаторів з використанням ДСЗУ № 161.24-95 (далі ДСЗУ) виконують наступні операції:

1) проводять підготовку ДСЗУ № 161.24-95 відповідно до "Інструкції із застосування стандартного зразка парів ртуті в повітрі";

2) встановлюють температуру рідини в термостаті ($25,0 \pm 0,1$) °С;

3) вміщують посудину з ДСЗУ у робочу кювету термостата на 2/3 його висоти та витримують не менше ніж 1,5 години. Температуру ДСЗУ в кюветі контролюють термометром.

4) для насичення шприців ртуттю відбирають ними із посудини з ДСЗУ насичені пари ртуті і загерметизовують голки шприців з використанням вакуумної гуми товщиною не менше 10 мм, залишають шприци в герметизованому положенні протягом 1 години.

10.4 Проводять підготовку генератора газових сумішей (далі – генератор) та відповідного допоміжного обладнання відповідно до ЕД, якщо проводять повірку аналізаторів з використанням генератора.

10.5 Виконують градування аналізаторів, які піддають повірці, якщо це передбачено ЕД.

10.6 Якщо під час повірки аналізаторів використовують CRM водних розчинів солі Меркурію, то їх готують за температури (25 ± 2) °С до роботи відповідно до методики, яку наведено у додатку А цього стандарту. Атестовані значення масової концентрації Меркурію, приготованих CRM, повинні відповідати першій, другій та третій третинам діапазону вимірювання аналізатору, з врахуванням вимог методики вимірювання, яку використовує лабораторія під час роботи з аналізатором..

Примітка 7. Дозволяється використовувати методику готування CRM розчинів солі Меркурію, затверджену для використання в певній лабораторії, або взяту з інших джерел (наприклад ЕД на аналізатор, документації на ДСЗУ, у нормативній документації тощо).

11 ПРОВЕДЕННЯ ПОВІРКИ

11.1 Зовнішній огляд

11.1.1 Зовнішній огляд проводять візуально.

11.1.2 Результати вважаються задовільними, якщо під час зовнішнього огляду встановлено:

– відсутність зовнішніх пошкоджень, які заважають нормальному функціонуванню аналізаторів, або призводять до порушень вимог безпеки праці, виробничої санітарії і охорони навколишнього середовища;

– комплектність аналізаторів забезпечує можливість проведення повірки;

– аналізатор розміщено на робочій поверхні у відповідності до вимог ЕД та, за потреби, підключено до комп'ютера;

– відповідність версії ПЗ (за наявності) аналізатора з даними, встановленими під час оцінки відповідності;

11.1.3 Результати зовнішнього огляду документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

11.2 Перевірка працездатності

11.2.1 Перед проведенням повірки перевіряють заземлення для всіх засобів повірки згідно з ЕД на них.

Примітка 8. Всі процедури, пов'язані з перевіркою працездатності та під час визначення МХ аналізаторів, виконують згідно з ЕД.

Для перевірки працездатності здійснюють такі операції:

– перевірка електричного опору ізоляції;

– перевірка аналізатора при дозуванні проби повітря;

- перевірка герметичності газоповітряного тракту аналізатора;
- перевірка функціонування;

11.2.2 Перевірку електричного опору ізоляції виконують таким чином.

Підключають мегаомметр до клеми “Земля” та до закорочених контактів кабелю живлення аналізатора, що повіряють. Вимикач живлення аналізатора при цьому повинен знаходитись у положенні «Увімкнено». Через одну хвилину після прикладення випробувальної напруги фіксують покази мегаомметра.

Покази мегаомметра повинні становити не менше, ніж 20 МОм (або іншого значення, нормованого в ЕД на аналізатори).

Примітка 9. Перевірка проводиться за умов наявності в ЕД на аналізатори відповідних вимог та порядку перевірки електричного опору ізоляції і може бути уточнена відповідно до ЕД на аналізатори конкретного типу.

11.2.3 Перевірка аналізатора при дозуванні проби повітря

11.2.3.1 Підключають до входу блока аналізу й індикації газовий барабанний лічильник. Фіксують початкові покази лічильника.

11.2.3.2 Встановлюють на аналізаторі фіксований об’єм проби відповідно до ЕД на аналізатор (у випадку аналізатора газортутного «АГП-01» – перемикач «ОБЪЕМ» у фіксоване положення, наприклад «0,5 л»). Виконують процедуру відбору проби (у випадку аналізатора газортутного «АГП-01» натискають та відпускають кнопку «ПУСК»). Фіксують покази лічильника після закінчення відбору проби. Обчислюють об’єм прокачаної проби $Q_{ок}$ як різницю між початковими та кінцевими показами лічильника.

11.2.3.3 Встановлюють об’єм проби відповідно до ЕД на аналізатор у інші фіксовані положення (у випадку аналізатора газортутного «АГП-01» перемикач «ОБЪЕМ» послідовно у положення «1,0 л», «5,0 л», «10,0 л»), та повторюють операції згідно з 11.2.3.1, 11.2.3.2.

Результати визначень показів лічильника за 11.2.3.1, 11.2.3.2, 11.2.3.3 для кожного k -го фіксованого на аналізаторі положення об’єму прокачаної

проби (перемикача «ОБЪЕМ») документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

11.2.4 Перевірка герметичності газоповітряного тракту аналізатора

11.2.4.1 Підключають мановакуумметр рідинний до повітрязабірнику блока аналізу й індикації аналізатора у відповідності до схеми за рисунком 1.

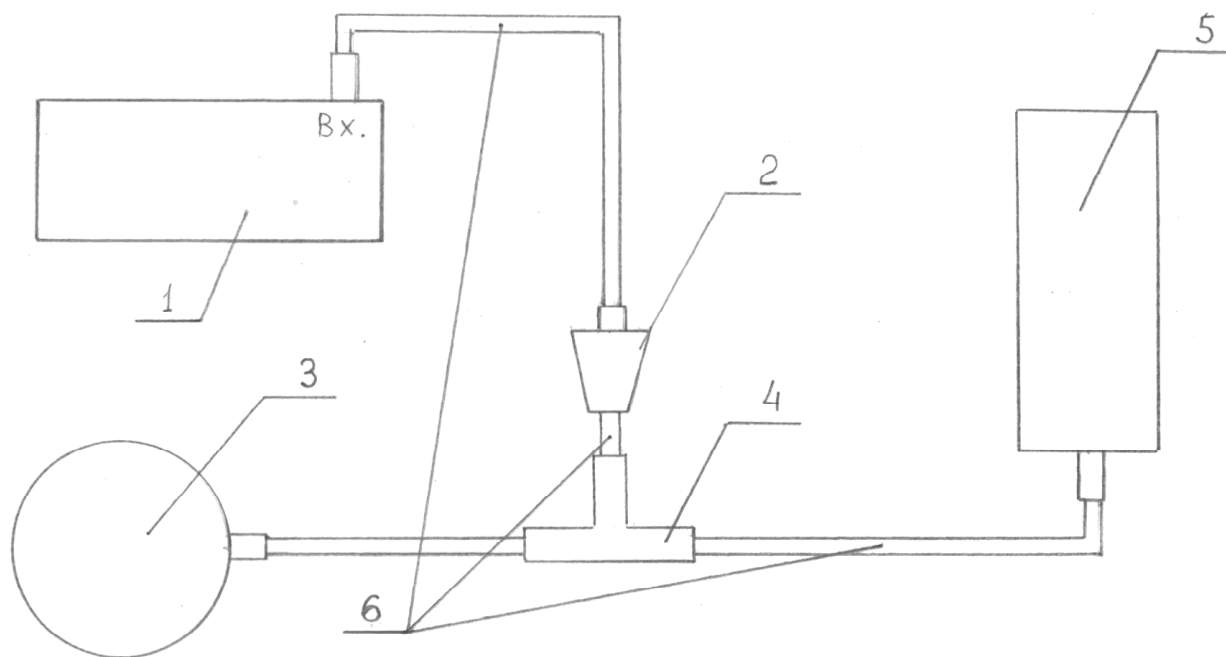


Рисунок 1. Схема повірки герметичності газоповітряного тракту аналізатора

1 – аналізатор; 2 – пробовідбірник; 3 – гумова груша; 4 – трійник;
5 – мановакуумметр рідинний; 6 – з'єднувальні трубки.

11.2.4.2 Перевірку проводять при відключеному електричному живленні. У блоці аналізу й індикації аналізатора затискачем перекривають патрубок, що з'єднує ротаметр із мікронасосом.

11.2.4.3 За допомогою гумової груші створюють розрідження в системі до $(1,568 \pm 0,523)$ кПа і включають секундомір. Фіксують зміну розрідження через 6 хвилин.

Результат операції повірки вважається позитивним, якщо зміна розрідження не перевищує 0,523 кПа.

11.2.5 Повірка функціонування аналізатора

11.2.5.1 Ввімкнути аналізатор відповідно до ЕД. При цьому повинна з'явитися світлова індикація про вмикання.

Перевіряють наявність і чистоту фільтрів у вхідному кінці повітрязабірника і у вхідному штуцері блока аналізу й індикації. При наявності значних забруднень фільтри необхідно замінити.

11.2.5.2 Встановити перемикач «ОБЪЕМ», розташований на передній панелі блока аналізу і індикації, в положення «0,5 л», натиснути та відпустити кнопку «ПУСК». При цьому повинен увімкнутися насос відбору проби.

11.2.5.3 Витримати аналізатор у включеному стані не менше ніж 1,5 години та за потреби, відкоригувати контрольне число відповідно до ЕД аналізатора.

Результати перевірки працездатності документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

Примітка 10. Порядок перевірки працездатності може бути скорегований відповідно до ЕД на конкретний аналізатор.

11.3 Визначення метрологічних характеристик аналізатора

11.3.1 Перевірка основної відносної похибки аналізатора з використанням ДСЗУ складу парів ртуті у повітрі

11.3.1.1 Під'єднують до вхідного штуцера блока аналізу і індикації за допомогою силіконової трубки додатковий сорбент із комплекту аналізатора.

11.3.1.2 Переводять аналізатор у режим проведення вимірювання (наприклад для аналізатора газортутного «АГП-01» – тумблер «ИЗМЕР – КАЛИБР» в положення «ИЗМЕР»), та встановлюють на аналізаторі об'єм

проби відповіно до ЕД на аналізатор (у випадку аналізатора газортутного «АГП-01» – перемикач «ОБЪЕМ» у фіксоване положення, наприклад «1 л»).

11.3.1.3 Виконують перевірку початкових показань аналізатора N_{ko} відповідно до ЕД аналізатора. У разі потреби виконують продування газодинамічної системи аналізатора шляхом виконання ряду холостих вимірювань.

11.3.1.4 Фіксують покази термометра, встановленого у кюветі з ДСЗУ, перед проведенням відбору насичених парів ртуті.

11.3.1.5 Відбирають відповідно до "Інструкції із застосування стандартного зразка складу парів ртуті в повітрі" із посудини з ДСЗУ шприцем пробу насичених парів ртуті ємністю $0,1 \text{ см}^3$ для введення в аналізатор. Перед тим провести "полоскання" шприца, відбираючи із посудини з ДСЗУ насичені пари ртуті і випускаючи потім вміст шприца у посудину з поглинальним розчином, приготованим відповідно до "Інструкції із застосування стандартного зразка складу парів ртуті в повітрі".

11.3.1.6 Запускають процес вимірювання, короткочасно натиснувши кнопку «ПУСК».

11.3.1.7 Після закінчення перехідного процесу, пари ртуті із шприца негайно вводять у газоповітряний тракт аналізатора проколюванням силіконової трубки, що з'єднує додатковий сорбент із вхідним штуцером блока аналізу й індикації в безпосередній близькості від вхідного штуцера. Затримка часу від моменту відбору парів ртуті із посудини з ДСЗУ до моменту введення їх в аналізатор не повинна перевищувати 5 с.

Фіксують сталі покази аналізатора N_{ki} , у міліграмах.

11.3.1.8 Повторюють операції згідно з 11.3.2.3 –11.3.2.7, вводячи в аналізатор проби насичених парів ртуті k –тої ємності, а саме – $1,0 \text{ см}^3$ і $2,0 \text{ см}^3$.

Результати визначень маси ртуті у повітрі N_{ki} , у міліграмах, документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

11.3.2 *Перевірка основної відносної похибки аналізатора з використанням генератора газової суміші*

Включити аналізатор, підключивши до вхідного штуцера блоку аналізу і індикації фільтр, що поглинає ртуть. Виконати вимірювання початкового показання аналізатора N_0 відповідно до ЕД.

Проводять підготовку генератора до роботи: вибирають режим, що забезпечує генерування газової ртутно-повітряної суміші на виході генератора з j -ою атестованою масовою концентрацією ртуті, значення якої знаходиться в першій третині діапазону роботи аналізатора.

За мінімально можливий час переносять трубку від змішувальної камери генератора на вхідний штуцер аналізатора і виконують вимірювання (натиснути кнопку «Пуск») N_j . Повторюють вимірювання n разів ($n = 10$, якщо під час повірки оцінюють СКВ).

Примітка 11. Результатом вимірювання є середнє арифметичне декількох результатів n одиничних (паралельних) визначень, або результат одного визначення ($n = 1$) в залежності від того, як це встановлено ЕД та методикою вимірювання.

Виконати вимірювання концентрації ртуті на аналізаторі (для всіх його k режимів дозування проби) для режимів роботи генератора, які забезпечують генерування газової ртутно-повітряної суміші на виході генератора з атестованою концентрацією ртуті, значення якої знаходиться в середині і наприкінці діапазону аналізатора.

Результати визначень N_{k0} та N_{jki} , у нанограмах, для всіх J генерованих генератором концентрацій ртуті, для всіх k режимів дозування об'єму проби аналізатора, документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

11.3.3 *Перевірка основної відносної похибки аналізаторів ртуті у водних розчинах*

Для кожного j -го розчину, приготованого згідно з 10.6, відповідно до ЕД на аналізатори та, за наявності, відповідною методикою вимірювання в умовах збіжності за ДСТУ ГОСТ ИСО 5725-1 [6]. отримують n ($n = 10$, якщо під час повірки оцінюють СКВ) результатів вимірювання масової концентрації Меркурію N_{ij} ($i = 1, 2 \dots n$).

Примітка 12. Результатом вимірювання є середнє арифметичне декількох результатів n одиничних (паралельних) визначень, або результат одного визначення ($n = 1$) в залежності від того, як це встановлено ЕД та методикою вимірювання.

Результати визначень масової концентрації Меркурію N_{ij} , у нанограмах, для всіх, приготованих згідно з 10.6 J водних розчинів, документують в протоколі повірки, форму якого наведено у додатку Б цього стандарту.

11.3.4 *Перевірка відносного СКВ випадкової складової відносної похибки аналізатора*

Відносний СКВ випадкової складової відносної похибки аналізатора S_j визначають за результатами 10 одиничних вимірювань аналізатора, отриманими за 11.3.1.3 –11.3.1.7, або 11.3.2, або 11.3.3 в умовах збіжності відповідно до ДСТУ ГОСТ ИСО 5725.

12 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ

12.1 За результатами визначень показів лічильника, отриманими за 11.2.3 для k -го положення перемикачем «ОБЪЕМ», обчислюють відносну похибку аналізатора при дозуванні проби повітря δ_{Q_k} , у відсотках, за формулою:

$$\delta_{Qk} = \frac{Q_{ak} - Q_{0k}}{Q_{0k}} \times 100, \quad (1)$$

де: Q_{ak} – об'єм проби повітря, що встановлений перемикачем «ОБЪЕМ» у k -му положенні, л;

Q_{0k} – об'єм прокачаної проби, обчислений як різниця між початковими та кінцевими показами лічильника у k -му положенні перемикача «ОБЪЕМ».

Результати визначення відносної похибки аналізатора при дозуванні проби повітря для всіх перевірених положень перемикача «ОБЪЕМ» вважають позитивними, якщо отримані значення за модулем не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 13. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносної похибки аналізатора при дозуванні проби повітря для всіх перевірених положень перемикача «ОБЪЕМ» не перевищують за модулем максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

12.2 За результатами визначень отриманими за 11.3.2, під час повірки аналізатора за використання ДСЗУ складу парів ртуті у повітрі, відносну похибку аналізатора δ_{ki} , у відсотках, для k -го об'єму проби обчислюють за формулою:

$$\delta_{ki} = \frac{N_{ki} - N_{ko}}{N_{koi}} \cdot 100, \quad (2)$$

де
$$N_{ko} = V_k \cdot C_{t_k}, \quad (3)$$

де V_k – об’єм насичених парів ртуті, введений в аналізатор, см³;

C_{t_k} – масова концентрація ртуті в насиченому її парами повітрі при температурі t_k в посудині з ДСЗУ, мг/см³.

Примітка 14. Масова концентрація ртуті визначається за таблицею, наведеною в “Інструкції із застосування стандартного зразка парів ртуті в повітрі”.

Результати визначення відносної похибки аналізатора для всіх перевірених об’ємів проби вважають позитивними, якщо отримані значення за модулем не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 15. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносної похибки аналізатора для всіх перевірених об’ємів проби не перевищують за модулем максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

12.3 За результатами визначень, отриманими за 11.3.3, під час повірки аналізатора за використання генератора, відносну похибку аналізатора δ_{jk} , у відсотках, для k -го об’єму проби та j -ї генерованої суміші обчислюють за формулою:

$$\delta_{jk} = \frac{(\bar{N}_{jk} - N_0) - Cd_j \cdot V_{jk}}{Cd_j \cdot V_{jk}} \cdot 100 \quad (4)$$

де \bar{N}_{jk} – середнє арифметичне значення результатів одиничних вимірювань N_{jki} аналізатора в j -й генерованій суміші для k -го об’єму проби, обчислене за формулою (5), нг;

$$\bar{N}_{jk} = \frac{\sum_{i=1}^n N_{jki}}{n} \quad (5)$$

N_{ji} – виміряне значення початкових показів, нг;

Cd_j – паспортне значення масової концентрації ртуті на виході генератора за встановленого режиму, мкг/м³;

V_{jk} – об'єм проби, дм³.

Результати визначення відносної похибки аналізатора для всіх обраних точок діапазону вимірювання (для обраних об'ємів проби) вважають позитивними, якщо отримані значення за модулем не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 16. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносної похибки аналізатора для всіх обраних точок діапазону вимірювання (для обраних об'ємів проби) не перевищують за модулем максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

12.4 За результатами визначень отриманими за 11.3.4, під час повірки аналізаторів для вимірювання Меркурію у водних розчинах, відносну похибку аналізатора δ_{jk} , у відсотках, для j -го CRM обчислюють наступним чином:

1) для кожного j -го CRM, підготованого за 10.6, обчислюють середнє арифметичне отриманих результатів вимірювання \bar{N}_j , за формулою (6) та оцінюють абсолютну похибку аналізатора Δ_j за формулою (7):

$$\bar{N}_j = \frac{\sum_{i=1}^n N_{ij}}{n}, \quad (6)$$

$$\Delta_j = \bar{N}_j - Cd_j, \quad (7)$$

де Cd_j – атестоване значення масової концентрації Меркурію в j -му CRM.

2) основну відносну похибку аналізатору δ_j , у відсотках, для кожного j -го CRM оцінюють за формулою:

$$\delta_j = \frac{\Delta_j}{\tilde{N}d_j} \cdot 100 \quad (8)$$

Результати визначення відносної похибки аналізатора для всіх обраних точок діапазону вимірювання вважають позитивними, якщо отримані значення за модулем не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 17. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати перевірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносної похибки аналізатора для всіх обраних точок діапазону вимірювання не перевищують за модулем максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

12.5 За результатами визначень отриманими за 11.3.5 обчислюють відносний СКВ випадкової складової відносної похибки аналізатора S_j , у відсотках, за формулою:

$$S_j = \frac{100}{\tilde{N}d_j} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (N_{ji} - \bar{N}_j)^2}{9}}, \quad (9)$$

де N_{ij} – одиничні вихідні покази аналізатора для j -ї аналізуємої проби.

Результати визначення відносного СКВ результату вимірювання аналізатора для всіх перевірених точок діапазону вимірювання вважають позитивними, якщо отримані значення не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 18. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо отримані значення відносного СКВ результату вимірювання аналізатора для всіх перевірених точок діапазону вимірювання не перевищують максимально допустимі значення, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

Результати вимірювань та розрахунків документують у протоколі повірки.

13 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ПОВІРКИ

13.1 Результати повірки аналізаторів вважають позитивними, якщо їх метрологічні і технічні характеристики відповідають вимогам, встановленим під час оцінки відповідності за технічним регламентом [6] або національними стандартами, що надають презумпцію відповідності технічному регламенту [6].

Примітка 19. Для аналізаторів, введених в обіг до набуття чинності [6], результати повірки вважають позитивними, якщо їх МХ не перевищують границі допустимих значень, встановлені під час затвердження типу, або за результатами метрологічної атестації аналізаторів.

13.2 Позитивні результати повірки аналізаторів засвідчують оформленням свідоцтва про повірку аналізаторів за формою згідно з додатком 2 до [2].

13.3 У разі негативних результатів анулюють свідоцтво про повірку та оформлюють довідку про непридатність аналізатора за формою згідно з додатком 4 до [2].

13.4 За результатами експертної повірки персонал, що проводив повірку, складає висновок у довільній формі, який затверджує керівник організації виконавця.

У висновку зазначаються результати повірки аналізаторів в обсязі, визначеному в заяві на проведення експертної повірки.

13.5 За результатами інспекційної повірки складають довідку згідно з додатком 5 до [2], яку підписує персонал, що проводив повірку, та керівник організації виконавця.

ДОДАТОК А

(обов'язковий)

ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНІВ CRM ТА ОЦІНЮВАННЯ НЕВИЗНАЧЕНОСТІ ЇХ
КОНЦЕНТРАЦІЙ

А.1 Розчин із заданим значенням концентрації готують так.

За допомогою піпетки відбирають попередньо визначену аліквоту вихідного розчину (V_0), в кубічних сантиметрах), переносять її до мірної колби об'ємом V_1 (в кубічних сантиметрах), та змішують в колбі із розчинником, об'єм якого дорівнює приблизно половині V_1 . Після цього розчинником доводять об'єм суміші до мітки.

Примітка А.1. Вихідним розчином може бути або ДСЗУ, або вже приготований розчин з більшою концентрацією.

А.2 Концентрацію приготованого розчину C_1 , у мікрограмах у кубічному сантиметрі, в обчислюють за формулою:

$$C_1 = V_0 / V_1 \cdot C_0 \quad (\text{A.1})$$

де C_0 – концентрація вихідного розчину, $\text{мкг} \cdot \text{см}^{-3}$.

А.3 У відповідності з формулою (А.1) вихідна величина C_1 є функцією вхідних величин V_0 , V_1 та C_0 :

$$C_1 = f(V_0, V_1, C_0) \quad (\text{A.2})$$

А.4 Враховуючи (А.2), стандартну невизначеність значення C_1 оцінюють за формулою:

$$u(C_1) = \sqrt{c_{V_0}^2 u_{V_0}^2 + c_{V_1}^2 u_{V_1}^2 + c_{C_0}^2 u_{C_0}^2}, \quad (\text{A.3})$$

де c_{V_0} , c_{V_1} , c_{C_0} – коефіцієнти впливу вхідних величин (див. таблицю А.1);

u_{V_0} , u_{V_1} , u_{C_0} – значення невизначеності вхідних величин.

А.5 Коефіцієнти впливу обчислюють за формулами, наведеними в таблиці А.1:

Таблиця А.1 – Формули для обчислення коефіцієнтів впливу вхідних величин

Назва та позначення вхідної величини	Позначення коефіцієнту впливу вхідної величини	Формула для розрахунку коефіцієнту впливу
Об'єм аліквоти вихідного розчину, V_0	c_{V_0}	$\frac{C_0}{V_1}$
Об'єм приготованого розчину, V_1	c_{V_1}	$-\frac{V_0 \cdot C_0}{V_1^2}$
Концентрація вихідного розчину, C_0	c_{C_0}	$\frac{V_0}{V_1}$

А.5 Стандартну невизначеність концентрації вихідного розчину u_{C_0} , у мікрограмах у кубічному сантиметрі, оцінюють, припускаючи нормальний розподіл значень концентрації у нормованому за $P = 0,95$ довірчому інтервалі C_0 ($\pm \delta$, якщо вказують довірчі границі похибки, та $\pm U$, якщо вказують границі розширеної невизначеності C_0). Таким чином, $u_{C_0} = \delta/2$ або $u_{C_0} = U/2$.

Якщо відомо відносні величини довірчих границь похибки ($\pm \delta_0$) або розширеної невизначеності C_0 ($\pm U_0$), то $u_{C_0} = \delta_0 \cdot C_0/2$ або $u_{C_0} = U_0 \cdot C_0/2$ відповідно.

А.6 Сумарну стандартну невизначеність об'єму приготованого розчину u_{V_1} , у кубічних сантиметрах, обчислюють за формулою:

$$u_{V_1} = \sqrt{u_{V_{1c}}^2 + u_{V_{1t}}^2 + u_{V_{1f}}^2} . \quad (\text{A.4})$$

де $u_{V_{1c}}$ – стандартна невизначеність градування мірної колби, см³;

$u_{V_{1t}}$ – стандартна невизначеність, зумовлена відхиленням температури зразка від температури, за якої проводили градування мірної колби (20 °С), см³;

$u_{V_{1f}}$ – стандартна невизначеність, зумовлена випадковою похибкою заповнення мірної колби, см³.

А.6.1 Значення $u_{V_{1c}}$ обчислюють за формулою:

$$u_{V_{1c}} = \frac{\Delta_{V_{1c}}}{\sqrt{3}} , \quad (\text{A.5})$$

де $\Delta_{V_{1c}}$ – допустима похибка номінальної місткості мірної колби згідно з [20], см³.

Примітка А.2. Величини допустимих похибок номінальних місткостей мірних колб згідно з [20] наведено в таблиці А.2. Для мірних колб імпортного виробництва ці величини, як правило, вказані на корпусі та/або у сертифікаті фірми-виробника.

Таблиця А.2 – Допустимі похибки номінальних місткостей мірних колб

Номінальна місткість колби, см ³	Границі допустимої похибки номінальної місткості колби, ±, см ³	
	1 клас	2 клас
5	0,025	0,05
10	0,025	0,05
25	0,04	0,08
50	0,06	0,12
100	0,1	0,2
200	0,15	0,3
250	0,15	0,3
300	0,2	0,4

500	0,25	0,5
1000	0,4	0,8
2000	0,6	1,2

А.6.2 Відхилення температури розчину від 20 °С призводить до зміни номінального значення об'єму V на величину $\alpha \cdot (T-20) \cdot V$, де α – температурний коефіцієнт розширення розчину, значення якого приймають рівним 0,00021 °С⁻¹ (величина температурного коефіцієнту розширення води), а T – температура розчину, °С.

Якщо відомо, що температура розчину під час заповнення колби розчинником до мітки може відхилитися від 20 °С на величину, яка знаходиться в межах $\pm \Delta t_1$ (в градусах Цельсія), то значення $u_{V_{1f}}$ обчислюють за формулою:

$$u_{V_{1f}} = \frac{\alpha \cdot \Delta t_1 \cdot V_1}{\sqrt{3}} \quad (\text{A.6})$$

Примітка А.3. В тому випадку, коли термостатування розчину не проводять, приймають, що температура розчину дорівнює температурі повітря в приміщенні лабораторії.

А.6.3 Значення $u_{V_{1f}}$ оцінюють як середнє квадратичне відхилення (далі – СКВ) результатів визначень маси очищеної води, якою лаборант заповнює колбу номінальною місткістю V_1 в умовах збіжності (якщо в лабораторії досліджували прецизійність готування розчинів).

Якщо таких досліджень не проводили, для оцінювання $u_{V_{1f}}$ використовують значення відповідного СКВ, наведені з літератури.

Примітка А.4. Деякі СКВ результатів визначення маси води, якою лаборант в умовах збіжності заповнює мірну колбу, наведені в таблиці А.4.

Таблиця А.4 – СКВ результатів визначень маси води, якою лаборант заповнює мірну колбу в умовах збіжності

Об'єм колби, см ³	Величина СКВ, см ³	Літературне джерело
(100 ± 0,1)	0,02	[30]
1000	0,034	[30]

А.7 Сумарну стандартну невизначеність об'єму аліквоти вихідного розчину (u_{V_0} , у сантиметрах кубічних) обчислюють за формулою:

$$u_{V_0} = \sqrt{u_{V_{0c}}^2 + u_{V_{0t}}^2 + u_{V_{0f}}^2} . \quad (\text{A.7})$$

де $u_{V_{0c}}$ – стандартна невизначеність градування піпетки, см³;

$u_{V_{0t}}$ – стандартна невизначеність, зумовлена відхиленням температури зразка від температури, за якої проводили градування піпетки (20 °С), см³;

$u_{V_{0d}}$ – стандартна невизначеність, зумовлена випадковою похибкою дозування розчину піпеткою, см³.

А.7.1 Значення $u_{V_{0c}}$ обчислюють за формулою:

$$u_{V_{0c}} = \frac{\Delta_{V_{0c}}}{\sqrt{3}} , \quad (\text{A.8})$$

де $\Delta_{V_{0c}}$ – допустима похибка номінального об'єму розчину, що відбирається піпеткою, згідно з [24], см³.

Примітка А.5. Величини допустимих похибок номінальних об'ємів розчину, що відбираються піпеткою, згідно з [24] наведені в таблиці А.5. Для піпеток імпортного

виробництва ці величини, як правило, вказані на корпусі та/або у сертифікаті фірми-виробника.

Таблиця А.5 – Допустимі похибки номінальних об'ємів розчину, що відбираються піпеткою згідно з [24]

Номінальний об'єм V_0 , см^3	Границі допустимої похибки номінального об'єму V_0 , \pm , см^3				
	Піпетки з однією відміткою		Градуйовані піпетки		
	1 клас	2 клас	ціна найменшої поділки шкали	1 клас	2 клас
0,5	0,005	0,01	0,01	0,005	-
1	0,008	0,015	0,01	0,006	0,01
2	0,01	0,02	0,02	0,01	0,02
5	0,015	0,03	0,05	0,03	0,05
10	0,02	0,04	0,1	0,05	0,1
15	0,02	0,04	-	-	-
20	0,03	0,06	-	-	-
25	0,03	0,06	0,1	0,1	-
			0,2	0,1	0,2
50	0,05	0,01	-	-	-
100	0,08	0,15	-	-	-
200	0,1	0,2	-	-	-

А.7.2 Якщо відомо, що температура вихідного розчину під час відбирання його аліквоти може відхилитися від 20 °С на величину, яка знаходиться в межах $\pm \Delta t_0$ (в градусах Цельсія), то значення $u_{V_0,t}$ обчислюють за формулою:

$$u_{V_{0t}} = \frac{\alpha \cdot \Delta t_0 \cdot V_0}{\sqrt{3}} \quad (\text{A.6})$$

А.7.3 Значення $u_{V_{0t}}$ оцінюють як середнє квадратичне відхилення (далі – СКВ) результатів визначень маси очищеної води з об'ємом V_0 , яку лаборант відбирає за допомогою піпетки в умовах збіжності (якщо в лабораторії досліджували прецизійність готування розчинів).

Якщо таких досліджень не проводили, для оцінювання $u_{V_{0t}}$ використовують значення відповідного СКВ, наведені в літературі.

Примітка А.6. Деякі СКВ результатів визначення маси води з об'ємом $u_{V_{0t}}$, яку лаборант в умовах збіжності відбирає за допомогою піпетки, наведені в таблиці А.6.

Таблиця А.6 – СКВ результатів визначень маси води з об'ємом V_0 , яку лаборант відбирає за допомогою піпетки в умовах збіжності

Номінальний об'єм V_0 , см ³	Піпетки з однією відміткою		Градуйовані піпетки	
	Величина СКВ, см ³	Літературне джерело	Величина СКВ, см ³	Літературне джерело
1	0,001	[31]	-	-
	0,005*	[31]	-	-
5	0,003	[31]	0,008	[31]
10	0,004	[31]	-	-
25	0,0092	[31]	-	-
50	0,009	[31]	-	-

*Результат недосвідченого оператора. Всі інші результати отримані досвідченими операторами.

А.8 Далі наведено приклад розрахунку невизначеності значення концентрації розчину, приготованого для калібрування аналізатору ртуті (Меркурію).

Приклад

А.8.1 Вихідні дані:

Вихідний розчин: ДСЗУ 022.7-96

Концентрація вихідного розчину C_0 , мкг·см⁻³:

1000 (згідно з Паспортом ДСЗУ)

Довірчі границі відносної похибки C_0 , %:

± 1 (згідно з Паспортом ДСЗУ)

Характеристика піпетки для відбирання аліквоти: піпетка 1-2-2-10 згідно з [24]

Об'єм відібраної аліквоти (V_0), см³: 5

Термостатування вихідного розчину:

не виконують

СКВ випадкової похибки дозування розчину піпеткою, см³:

не досліджували

Характеристика мірної колби для готування розчину:

колба 2-50-2 згідно з [20]

Термостатування розчину під час його готування:

не виконують

СКВ випадкової похибки заповнення мірної колби, см³:

не досліджували

Можливе відхилення температури повітря лабораторії від 20 °С, °С:

± 5

Концентрацію розчину обчислюють за формулою (А.1):

$$C_1 = \frac{V_0}{V_1} \cdot C_0 = \frac{5}{50} \cdot 1000 = 100 \text{ (МКГ·СМ}^{-3}\text{)}$$

А.8.1 Згідно з Паспортом ДСЗУ, відносна похибка атестованого значення C_0 не перевищує 1 % ($\delta_0: \pm 0,01$). Таким чином, стандартну невизначеність концентрації вихідного розчину u_{c_0} оцінюють як

$$u_{c_0} = \delta_0 \cdot C_0 / 2 = 0,01 \cdot 1000 / 2 = 5 \text{ (мкг} \cdot \text{см}^{-3}\text{)}.$$

А.8.2 Сумарну стандартну невизначеність об'єму приготованого розчину u_{V_1} обчислюють так.

– оцінюють стандартну невизначеність градування мірної колби $u_{V_{1c}}$; оскільки для колби 2-50-2 за [24] допустима похибка номінальної місткості знаходиться в межах $\pm 0,12 \text{ см}^3$ (таблиця А.2), то, за формулою (А.5),

$$u_{V_{1c}} = \frac{\Delta_{V_{1c}}}{\sqrt{3}} = \frac{0,12}{\sqrt{3}} = 0,069 \text{ (см}^3\text{)}$$

- оцінюють стандартну невизначеність, зумовлену відхиленням температури зразка від температури, за якої проводили градування мірної колби ($20 \text{ }^\circ\text{C}$) $u_{V_{1t}}$; оскільки термостатування розчину під час його готування не проводили, температуру розчину вважають рівною температурі повітря в лабораторії. Можливе відхилення температури повітря лабораторії від $20 \text{ }^\circ\text{C}$ знаходиться в межах $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$, і, за формулою (А.6):

$$u_{V_{1t}} = \frac{\alpha \cdot \Delta t_1 \cdot V_1}{\sqrt{3}} = \frac{0,00021 \cdot 5 \cdot 50}{\sqrt{3}} = 0,030 \text{ (см}^3\text{)}$$

- оцінюють стандартну невизначеність, зумовлену випадковою похибкою заповнення мірної колби $u_{V_{1f}}$; оскільки СКВ випадкової похибки заповнення мірної колби в лабораторії не досліджували, використовують дані

таблиці А.4, допускають, що характеристики заповнення мірної колби місткістю 50 см³ близькі до таких для мірної колби місткістю 100 см³, і приймають, що

$$u_{V_{1f}} = 0,02 \text{ (см}^3\text{)}.$$

Сумарну стандартну невизначеність об'єму приготованого розчину u_{V_1} обчислюють за формулою (А.4):

$$u_{V_1} = \sqrt{u_{V_{1c}}^2 + u_{V_{1t}}^2 + u_{V_{1f}}^2} = \sqrt{0,069^2 + 0,030^2 + 0,02^2} = 0,078 \text{ (см}^3\text{)}$$

А.8.4 Сумарну стандартну невизначеність об'єму аліквоти вихідного розчину u_{V_0} обчислюють так.

- оцінюють стандартну невизначеності градування піпетки $u_{V_{0c}}$;

оскільки для піпетки 1-2-2-10 за [24] допустима похибка номінальної місткості знаходиться в межах $\pm 0,1 \text{ см}^3$ (таблиця А.2), то, за формулою (А.5)

$$u_{V_{0c}} = \frac{\Delta_{V_{0c}}}{\sqrt{3}} = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,058 \text{ (см}^3\text{)}$$

- оцінюють стандартну невизначеність, зумовлену відхиленням температури розчину від температури, за якої проводили градування піпетки (20 °С) $u_{V_{0t}}$; оскільки термостатування під час відбору аліквоти не проводили, цю температуру розчину вважають рівною температурі повітря в лабораторії. Можливе відхилення температури повітря лабораторії від 20 °С знаходиться в межах $\pm 5 \text{ °С}$, і, за формулою (А.6):

$$u_{V_{0t}} = \frac{\alpha \cdot \Delta t_0 \cdot V_1}{\sqrt{3}} = \frac{0,00021 \cdot 5 \cdot 5}{\sqrt{3}} = 0,003 \text{ (см}^3\text{)}$$

- оцінюють стандартну невизначеність, зумовлену випадковою похибкою дозування розчину $u_{V_{0d}}$; оскільки СКВ випадкової похибки дозування в лабораторії не досліджували, використовують дані таблиці А.6, допускають, що характеристики дозування піпеткою місткістю 10 см^3 близькі до таких для піпетки місткістю 5 см^3 , і приймають, що

$$u_{V_{0d}} = 0,008 (\text{см}^3).$$

Сумарну стандартну невизначеність об'єму аліквоти вихідного розчину u_{V_0} обчислюють за формулою (А.4):

$$u_{V_0} = \sqrt{u_{V_{0c}}^2 + u_{V_{0f}}^2 + u_{V_{0d}}^2} = \sqrt{0,058^2 + 0,003^2 + 0,008^2} = 0,058 (\text{см}^3)$$

А.8.5 Обчислюють коефіцієнти впливу за формулами, наведеними в таблиці А.1:

$$c_{V_0} = \frac{C_0}{V_1} = \frac{1000}{50} = 20 (\text{мкг} \cdot \text{см}^{-6}),$$

$$c_{V_1} = -\frac{V_0 \cdot C_0}{V_1^2} = -\frac{5 \cdot 1000}{2500} = -2 (\text{мкг} \cdot \text{см}^{-6})$$

$$c_{C_0} = \frac{V_0}{V_1} = \frac{5}{50} = 0,1$$

А.8.6 Обчислюють сумарну стандартну невизначеність значення концентрації приготованого розчину C_1 за формулою (А.3):

$$\begin{aligned} u(C_1) &= \sqrt{c_{V_0}^2 u_{V_0}^2 + c_{V_1}^2 u_{V_1}^2 + c_{C_0}^2 u_{C_0}^2} = \sqrt{20^2 \cdot 0,058^2 + (-2)^2 \cdot 0,078^2 + 0,1^2 \cdot 5^2} = \\ &= 1,279 \approx 1,3 (\text{мкг} \cdot \text{см}^{-3}) \end{aligned}$$

ДОДАТОК Б
(обов'язковий)

ФОРМА ПРОТОКОЛУ ПОВІРКИ

<i>Підприємство, яке проводить повірку</i>	ПРОТОКОЛ ПОВІРКИ № від " " _____ 20__ р.	<i>Робоче місце</i>
<i>Адреса</i>		
<i>(Відділ, лабораторія)</i>		Сторінки 1/1

Загальні відомості

Тип аналізатора		Зав. №	
Виробник			
Належить			
Діапазон вимірювання масової концентрації ртуті, нг/дм ³			
Границі допустимої основної похибки аналізатора			
Повірка проводилась відповідно до	ДСТУ ____ :20__		
Еталони, CRM, що застосовувались під час повірки:сертифікат			
Умови повірки			
<i>T, °C</i>		<i>φ, %</i>	<i>P, кПа</i>

Результати повірки

1 Зовнішній огляд	<i>відповідає/не відповідає</i>
2 Перевірка працездатності	<i>відповідає/не відповідає</i>
3 Визначення метрологічних характеристик	

3.1 Визначення основної відносної похибки та відносного СКВ аналізатора

C_{dj} , нг/дм ³	V_k , л	Покази газового лічильника		Покази аналізатора, N_{jik}		Значення відносної похибки δ_j , %		Значення відносного СКВ S_j , %
		Q_{0k}	Q_{zk}	N_0	N_{jik}	При дозуванні	При вимірюванні	

Висновок за результатами повірки:

Визнається *придатним/непридатним* та *допускається/не допускається* до застосування

Особа, яка виконала повірку

Підпис

П.І.Б.

ДОДАТОК В
(довідковий)
БІБЛІОГРАФІЯ

1 Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність» від 05 червня 2014 № 1314-VII

2 Порядок проведення повірки законодавчо регульованих засобів виміральної техніки, що перебувають в експлуатації, та оформлення її результатів, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 08 лютого 2016 року N 193, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 24 лютого 2016 року за N 278/28408

3 Про затвердження визначень основних одиниць SI, назв та визначень похідних одиниць SI, десяткових кратних і частинних від одиниць SI, дозволених позасистемних одиниць, а також їх позначень та Правил застосування одиниць вимірювання і написання назв та позначень одиниць вимірювання і символів величин. затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України від 04 серпня 2015 року N 914, зареєстрованим у Міністерстві юстиції України 25 серпня 2015 року за N 1022/27467

4 Критерії, яким повинні відповідати наукові метрологічні центри, державні підприємства, які належать до сфери управління Міністерства економічного розвитку і торгівлі України та провадять метрологічну діяльність, та повірочні лабораторії, які уповноважуються або уповноважені на проведення повірки законодавчо регульованих засобів виміральної техніки, що перебувають в експлуатації, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі

прДСТУ____: 20__

України 23.09.2015 № 1192, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 7 жовтня 2015 р. за № 1213/27658

5 Міжповірочні інтервали законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, що перебувають в експлуатації, за категоріями, затверджено наказом Міністерства економічного розвитку і торгівлі України 13.10.2016 № 1747, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 01 листопада 2016 р. за № 1417/29547

6 Технічний регламент законодавчо регульованих засобів вимірювальної техніки, затверджений постановою Кабінету Міністрів України від 13 січня 2016 р. № 94

7 ДБН В.2.5-56-2014 Системи протипожежного захисту

8 ДБН В.2.5-64:2012 Внутрішній водопровід та каналізація

9 ДБН В.2.5-67:2013 Опалення, вентиляція та кондиціонування

10 НАПБ А.01.001-2014 Правила пожежної безпеки в Україні, затверджено наказом Міністерства внутрішніх справ України від 30.12.2014 № 1417, зареєстровано в Міністерстві юстиції України 05.03.2015 за № 252/26697

11 НПАОП 40.1-1.01-97 Правила безпечної експлуатації електроустановок

12 НПАОП 73.1-1.11-12 Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях

13 ГОСТ 12.1.005-88 (2001) Система стандартів безпеки труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

14 ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартів безпеки труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

15 ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартів безпеки труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

16 ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

17 ГОСТ 12.1.030-81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление

18 ГОСТ 12.4.124-83 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

19 ГОСТ 215-73 Термометры ртутные стеклянные лабораторные. Технические условия

20 ГОСТ 1770-74. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

21 ГОСТ 9933-75 Манометры абсолютного давления и мановакуумметры двухтрубные. Технические условия

22 ГОСТ 22967-90 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний

23 ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

24 ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

25 ТУ 25-11.1513-79 Барометр-анероїд. Технические условия

26 ТУ 25-042131-78 Мегаомметр М 4100/3. Технические условия

27 ТУ 64-1-3229-80 Термостат водяний 1ТЖ-0-03 (2Т2.998.038 ТУ)

28 ТУ 425-04-2261 Лічильник газовий барабанний ГСБ-400

29 BIPM. International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM)

30 EURACHEM/CITAC Guide. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Third Edition

прДСТУ____: 20__

31 Richard Lawn. Practical Laboratory Skills Training Guides.
Measurement of Volume // Ed. Elizabeth Prichard - Royal Society of
Chemistry, 2003

Код УКНД 17.020

Ключові слова: методика повірки, аналізатори ртуті, масова концентрація, генератор газових сумішей , державні стандартні зразки, відносна похибка.
