

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГУП «ВНИИМС»



Н.В. Иванникова

2018 г.

АНАЛИЗАТОРЫ ИОНОВ НАТРИЯ
«АН – 012М»

Методика поверки
ПИН 105.00.00.000МП

г. Москва
2018 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы ионов натрия «АН-012М», изготавливаемые предприятием ООО «НПП «ТЕХНОПРИБОР», Россия, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Допускается проводить поверку в ограниченном диапазоне измерений, согласованным с пользователем, но лежащим внутри полного диапазона измерений. При этом делают соответствующую запись в паспорте и (или) в свидетельстве о поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции при поверке

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательное проведение операции	
		при выпуске из производства и после ремонта	в эксплуатации
Внешний осмотр	5.1	Да	Да
Опробование	5.2	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	5.3	Да	Да
Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений ЭДС	5.4	Да	Да
Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений температуры пробы	5.5	Да	Да
Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия	5.6	Да	Да

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки выполняют:

- правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок, ГОСТ Р 12.1.019-2009,
- правила пожарной безопасности, ГОСТ 12.1.004-91,
- правила работы с химическими реактивами, ГОСТ 12.1.007-76,
- требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации поверяемого анализатора.

2.2 Прибор должен быть надежно заземлен.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания от 20 г до 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,01$ г, ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- рабочий эталон 3-го разряда по ГОСТ 8.558-2009 – термометр сопротивления эталонный ЭТС-100 (рег. № 19916-10);
- термостат жидкостный прецизионный переливного типа ТПП-1 (рег. № 33744-07);
- измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.15(М) (рег. № 19736-11);
- источник постоянного напряжения регулируемый, диапазон установки напряжения от 0,1 до 2500 мВ, погрешность установки напряжения не более $\pm 0,1$ мВ;
- колбы мерные 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- цилиндры градуированные 1-100-2, ГОСТ 1770-74;

- пипетки градуированные 1-1-2-10, ГОСТ 29227-91;
- стаканчик для взвешивания СН-60/14, ГОСТ 25336-82;
- ГСО 4391-88 состава натрия хлористого, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли натрия хлористого от 99,900 до 100,000 %, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 0,030$ % при $P = 0,95\%$;
- вода обессоленная, с удельной электропроводностью при 25 °С не более 1,5 мкСм/см, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм³, с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм³.

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

При прекращении действия нормативных документов, использованных в тексте методики, новые нормативные документа, взамен отмененных автоматически вводятся в действие в данной методике.

Все средства измерений должны быть поверены и иметь действующие свидетельства или отметки о поверке.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|--|-----------------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20±5 |
| - относительная влажность, %, не более | 80 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |
| - напряжение питания переменного тока, В | от 187 до 242 В или |
| - частота, Гц | от 30,6 до 39,6 В
(50±1) |

4.2 Перед проведением поверки прибор выдерживают в лабораторном помещении не менее 8 ч.

4.3 Перед проведением поверки по п. 5.4 готовят поверочные растворы в соответствии с Приложением А к настоящей методике.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления;
- четкость всех надписей;
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;
- наличие на приборе названия, заводского номера и соответствие маркировки прибора технической документации.

Анализатор считают выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в 5.1.

5.2 Опробование.

5.2.1 Опробование производят в следующем порядке:

- включают питание анализатора;
- гидравлический блок с электродами промывают обессоленной водой.

5.2.2 При опробовании проверяют:

- отсутствие сигнализации о нештатных ситуациях, за исключением обрыва токового выхода;
- отсутствие протечек гидравлического тракта;
- работоспособность регулировочных органов гидравлического блока;
- корректность индикации и работоспособность клавиш измерительного блока.

Анализатор считают выдержавшим поверку, если все операции по 5.2.2 завершены ус-

пешно.

5.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят визуально в меню «Сведения о приборе», где отображается наименование и номер версии ПО.

Результат проверки считают положительным, если идентификационное наименование и номер версии соответствуют или выше указанных в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Наименование электронного блока	Идентификационные данные (признаки)		
	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер ПО), не менее	Цифровой идентификатор ПО
АН-012М	Na_v40.hex	40	Недоступно

5.4 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений ЭДС.

5.4.1 Определение погрешности измерений ЭДС в диапазоне -2400 мВ до +2400 мВ проводят сравнением результатов измерений поверяемого анализатора с действительными значениями напряжения, устанавливаемого на входе «Na» анализатора от источника постоянного напряжения.

При поверке используют не менее трех значений напряжения, соответствующих началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.4.2 Средства измерений и вспомогательное оборудование подключают по схеме Приложения Б. Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку проводят при значениях напряжения, устанавливаемого на входе анализатора, равных -2400 мВ, -1000 мВ, 0 мВ, +1000 мВ и +2400 мВ.

Показания ЭДС анализатора регистрируют через 1 минуту после установки напряжения на источнике.

5.4.3 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении ЭДС рассчитывают по формуле (1)

$$\Delta C(i) = |C_d(i) - C(i)| \quad (1)$$

где $C(i)$ – i -тый результат измерений ЭДС, мВ,

$C_d(i)$ – действительное значение ЭДС, мВ.

Полученные значения погрешности не должны превышать ± 1 мВ.

5.5 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений температуры пробы.

5.5.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры пробы проводят в жидкостных термостатах методом сравнения с эталонным термометром.

Погрешность определяют в трех температурных точках, равномерно расположенных в диапазоне измерений, соответствующих 1; 25 ± 1 и 49 °С.

5.5.2 Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Зонд эталонного термометра и датчик температуры анализатора помещают в термостат. При использовании жидкостного термостата весь корпус датчика температуры анализатора погружают в термостат, за исключением разъема и кабеля.

5.5.3 В соответствии с эксплуатационной документацией на термостат устанавливают температурную точку.

5.5.4 После установления заданной температуры и установления теплового равновесия между эталонным термометром, датчиком температуры и термостатирующей средой (стабилизации показаний), снимают визуально не менее 3 показаний (в течение 5 минут) с дисплея анализатора.

5.5.5 Обработывают полученные данные и рассчитывают абсолютную погрешность согласно формуле (2)

$$\Delta = \pm(t_{\text{изм}} - t_{\text{э}}) \quad (2)$$

где Δ – значение абсолютной погрешности измерений температуры;

$t_{\text{изм}}$ – измеренное среднее арифметическое значение температуры пробы, °С;

$t_{\text{э}}$ – среднее арифметическое значение показаний эталонного термометра, °С.

5.5.6 Выполняют операции по п. 5.5.3 - 5.5.5 для всех контрольных температурных точек.

5.5.7 Полученные значения погрешности не должны превышать: $\pm 0,3$ °С (в поддиапазонах измерений от 0 до +15 °С включ.; св.+35 до +50 °С) и $\pm 0,4$ °С (в поддиапазоне измерений св.+15 до +35 °С включ.).

5.6 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия.

5.6.1 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия проводят с применением поверочных растворов и сравнивают результаты измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех поверочных растворов, в которых массовая концентрация ионов натрия соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора. Допускается проводить поверку конкретного экземпляра анализатора в том диапазоне измерений, в котором он используется на предприятии, с указанием этого диапазона в свидетельстве о поверке.

5.6.2 Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверочные растворы подают через проточную ячейку анализатора в порядке возрастания массовой концентрации ионов натрия в растворе. Перед подачей первого раствора и после завершения поверки по последнему раствору гидравлический тракт промывают обессоленной водой.

Действительные значения массовой концентрации ионов натрия в поверочных растворах приведены в таблице А.1 Приложения А.

Анализ поверочных растворов выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Измеренные значения массовой концентрации ионов натрия регистрируют с периодичностью в 1 минуту, начиная с 10-й минуты после подачи раствора.

5.6.4. Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации ионов натрия рассчитывают по формуле (1), где $C(i)$ – i -тый результат измерений массовой концентрации ионов натрия, мкг/дм³, $C_d(i)$ – действительное значение массовой концентрации ионов натрия, мкг/дм³.

Полученные значения погрешности не должны превышать $\pm(0,03 + 0,1 \cdot C)$, где C – измеренное значение массовой концентрации ионов натрия, мкг/дм³.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол (Приложение В).

6.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержания свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России №1815 от 02.07.2015 г.).

6.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержания свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России №1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела 205 ФГУП «ВНИИМС»




С.В. Вихрова

Зам. начальника отдела 207 ФГУП «ВНИИМС»



Е.В. Родионова

Ст. науч. сотр. отдела 205 ФГУП «ВНИИМС»



И.А. Питерских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов хлорида натрия в воде, предназначенных для поверки анализаторов ионов натрия «АН-012М». Аттестованные значения массовой концентрации ионов натрия в растворах находятся в диапазоне от 50 до 100000 мкг/дм³.

А.2 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий настоящая методика обеспечивает получение поверочных растворов с относительной погрешностью аттестованных значений массовых концентраций ионов натрия не превышающей при вероятности 0,95 доверительных интервалов ($\pm\delta_n$), приведенных в таблице Б.1.

А.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Для приготовления поверочных растворов применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания до 20 или до 200 г, погрешность взвешивания $\pm 0,01$ г, ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- цилиндры градуированные 1-100-2 и 1-50-2 ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-1-2-10 и 1-1-2-5 ГОСТ 29227-91;
- стандартный образец состава натрия хлористого (ГСО 4391-88), интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли натрия хлористого от 99,900 до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,030$ % при $P = 0,95\%$;
- стаканчик для взвешивания СН-60/14, ГОСТ 25336-82;
- вода обессоленная с удельной электропроводностью при 25 °С не более 1,5 мкСм/см, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм³, с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм³.

А.4 Требования безопасности

А.4.1 При проведении испытаний выполняют:

- правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок, ГОСТ Р 12.1.019-2009,

- правила пожарной безопасности, ГОСТ 12.1.004-91,
- правила работы с химическими реактивами, ГОСТ 12.1.007-76,
- требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации анализатора.

А.4.2 Корпус измерительного блока и панель гидроблока должны быть заземлены медным проводом сечением 2,5 мм² согласно Руководству по эксплуатации анализатора.

А.5 Требования к квалификации оператора

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

А.6 Условия приготовления поверочных растворов

Приготовление поверочных растворов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, °С, 20 ± 2;
- атмосферное давление, кПа, от 84 до 106,7;
- относительная влажность воздуха
- при температуре 22 °С не более, % 80.

А.7 Подготовка к приготовлению поверочных растворов

А.7.1 Посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, ополаскивают водой и высушивают.

А.7.2 Воду и химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить раствор, не менее 2 часов.

А.8 Процедура приготовления поверочных растворов

Все растворы, включая исходный, готовят в мерных колбах вместимостью 1 дм³.

А.8.1 Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией ионов натрия 1 г/дм³.

Навеску ГСО, массой (m , г) рассчитанной по формуле (А.1), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. В колбу с навеской вливают воду до ¼ объема колбы, раствор тщательно перемешивают, затем доводят объем раствора водой до метки.

Раствор переносят в емкость из полиэтилена с герметичной крышкой. Срок хранения – 6 месяцев

$$m = \frac{1}{C_A \cdot 0,393} \quad (\text{А.1})$$

где C_A – аттестованное значение массовой доли основного компонента в ГСО 4391-88;
0,393 – массовая доля ионов натрия в хлориде натрия.

А.8.2 Приготовление поверочных растворов

Для приготовления поверочных растворов отбирают аликвоты растворов, приведенные в табл. А.1, средствами измерения (цилиндры, пипетки), указанными в А.3, вместимость которых равна объему аликвоты, переносят в мерные колбы вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки водой. Растворы тщательно перемешивают. Срок хранения растворов – 7 суток.

Таблица А.1 – Метрологические характеристики поверочных растворов

Индекс раствора	Раствор для разбавления	Объем аликвоты для разбавления, см ³	Действительное значение массовой концентрации ионов натрия, С, мкг/дм ³	Относительная погрешность действительного значения массовой концентрации ионов натрия, δ _С , %
1	Исходный	100	100000	1,2
2	Исходный	50	50000	1,2
3	Исходный	10	10000	1,2
4	Раствор 3	100	1000	1,6
5	Раствор 3	10	100	2,0
6	Раствор 3	5	50	2,7

А.9 Оценка метрологических характеристик поверочных растворов

А.9.1 Погрешность действительного значения массовой концентрации ионов натрия в исходном растворе (δ_{Сн}, %) рассчитывают по формуле (А.2)

$$\delta_{Сн} = 110 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta C_a}{C_a}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C_f}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2} \quad (A.2)$$

где ΔC_a – погрешность аттестованного значения массовой доли натрия хлористого в ГСО или исходном растворе, %;

ΔC_ф – максимальное допустимое значение массовой концентрации ионов натрия в обессоленной воде (фоновое содержание ионов натрия в растворителе), мкг/дм³;

С – массовая концентрация ионов натрия в готовом растворе, мкг/дм³;

Δm – погрешность весов в используемом диапазоне взвешивания, г.

А.9.2 Погрешность действительного значения массовой концентрации ионов натрия в поверочных растворах рассчитывают по формуле (А.3)

$$\delta_C = 110 \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta_{Сн}}{110}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C_f}{C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2} \quad (A.3)$$

где ΔV₁ – предел погрешности используемой пипетки или цилиндра, см³;

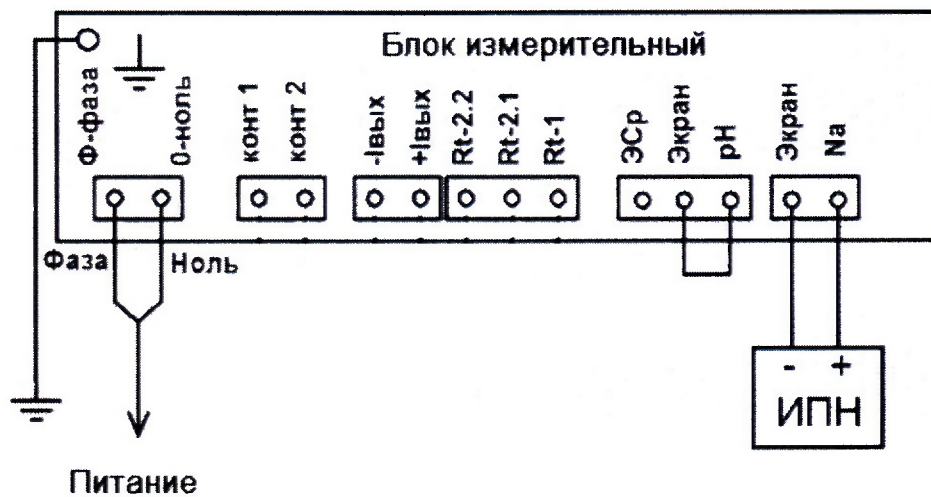
V₁ – объем раствора, отмеряемого пипеткой или цилиндром, см³;

ΔV₂ – предел погрешности используемой колбы, см³;

V₂ – объем мерной колбы, см³.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Схема подключения оборудования



Вспомогательное оборудование: ИПН – источник постоянного напряжения регулируемый, точность установки напряжения не менее $\pm 0,1$ мВ.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(рекомендуемое)

Протокол поверки

1 Наименование: _____

Зав. номер _____

Тип _____

Год выпуска _____

2 Производитель: _____

3 Принадлежит _____ ИНН _____

4 Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- атмосферное давление, кПа _____

- относительная влажность, % _____

5 Средства измерений, применяемые при поверке:

Таблица 1

Наименование СИ	Тип СИ	Заводской №	Диапазон измерений	Класс, разряд, погрешность	Дата очередной поверки

6 Наименование документа, в соответствии с которым проводится поверка: _____

7 Операции поверки:

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

7.2 Опробование

7.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

7.4 Определение метрологических характеристик

7.4.1 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений ЭДС

Таблица 2

Диапазон измерений ЭДС, мВ					
Действительное значение ЭДС, мВ					
Результат измерений ЭДС, мВ					
Погрешность абсолютная, $\pm\Delta_0$, мВ					
Пределы допускаемой абсолютной погрешности, $\pm\Delta_0^{lim}$, мВ					

7.4.2 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений температуры пробы

Таблица 3

Уставка, °С	Температура эталонного термометра, °С	Результат измерений температуры пробы, °С	Абсолютная погрешность, °С	Пределы допускаемой погрешности, °С

Погрешность измерений не превышает _____ в диапазоне от _____ до _____.

7.4.3 Определение диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия

Таблица 4

Индекс поверочного раствора	Действительное значение массовой концентрации ионов натрия, С, мкг/дм ³	Результат измерений массовой концентрации ионов натрия, С _i , мкг/дм ³	Абсолютная погрешность, мкг/дм ³	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, мкг/дм ³
1				
2				
3				

Погрешность измерений не превышает _____ в диапазоне от _____ до _____.

Вывод: _____

Подпись поверителя _____

Дата _____