

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ
Заместитель генерального директора
ФГУ «Ростест-Москва»



А.С. Евдокимов

« 15 » января 2009 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы влажности кулонометрические мод. 831, 756

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Номер Госреестра № 25879 - *ДР*

Москва, 2009 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы влажности кулонометрические моделей 831, 756 фирмы «Metrohm AG», Швейцария, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта документа по методике	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1.	Да	Да
Опробование	6.2.	Да	Да
Определение метрологических характеристик:	6.3.	Да	Да
- относительной погрешности титрования;			
- среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО).	6.3.3.	Да	Да
	6.3.4.	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

Наименование средств поверки, тип	Метрологические характеристики
Лабораторные весы	Специального класса точности с НПВ 210 г по ГОСТ 24104–2001
Мерные колбы	2-го класса точности исполнения 2 по ГОСТ 1770
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Шприцы медицинские стеклянные	по ГОСТ 22967
Реактив Фишера для кулонометрии	КФИ (по ТУ 2638-001-33699038-001-06) или иной, поставляемый с титратором

Допускается использовать другие средства поверки, допущенные к применению в Российской Федерации в установленном порядке, по классу точности не ниже предусмотренных методикой.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021, а при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

3.2 Помещение, в котором осуществляется поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.3 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности при работе с приборами в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Организацию обучения работающих с прибором по безопасности труда производят по ГОСТ 12.0.004.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 25 ± 3 ;
- относительная влажность воздуха, %, не более 60;
- напряжение питающей среды, В 220^{+15}_{-10} .

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные операции:

- после доставки прибора на поверку он должен быть выдержан в помещении не менее 3 часов;
- в соответствии с руководством по эксплуатации осуществить сборку титратора и приготовление титрантов;
- включить прибор в соответствии с руководством по эксплуатации, и прогреть в течение не менее 1 часа;
- Приготовить стандартный раствор согласно Приложению 1.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого прибора следующим требованиям:

- комплектность прибора, а также маркировка должны соответствовать требованиям руководства по эксплуатации;
- прибор должен быть чистым, без коррозии;
- прибор не должен иметь повреждений, влияющих на его работоспособность.

6.2 Опробование.

Осуществить опробование работоспособности всех функций прибора в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.3 Определение метрологических характеристик.

Определение метрологических характеристик проводят по результатам не менее 7 измерений стандартного раствора, приготовленного весовым методом на основе реагента К. Фишера для кулонометрии и дистиллированной воды. Методика приготовления стандартного раствора приведена в Приложении 1.

Шприц заполняют образцом и взвешивают на аналитических весах. С помощью шприца с длиной иглой в ячейку вводят образец объемом примерно 0,3 мл. Массу дозируемого объема определяют на весах как разность показаний весов до и после дозирования.

Проводят не менее 7 измерений определения массовой доли воды. Результат измерений записывают с точностью до четвертой значащей цифры. Полученные результаты отображаются на дисплее титратора или выводятся на печатающее устройство.

Относительная погрешность анализатора рассчитывается по формуле:

$$\sigma = \frac{(W - \bar{W})}{\bar{W}} \times 100, \%$$

где W - содержание воды в анализируемом образце, масс. доля, % (ppm);

\bar{W} - среднее значение массовой доли воды, полученного в результате измерений, масс. доля, % (ppm);

Относительная погрешность анализатора не должна превышать 3,0 %.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений как относительное среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения, и рассчитывают по формуле:

$$CKO = \frac{1}{\bar{W}} \times \sqrt{\frac{\sum (W - \bar{W})^2}{(n-1)}} \times 100\%,$$

где $\bar{W} = \frac{\sum W_i}{n}$, где n - число измерений

Случайная составляющая погрешности анализатора не должна превышать 1,0%.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. На анализатор, прошедший поверку с положительным результатом, выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.2. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причин непригодности, а титратор не допускается к применению.

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНОГО РАСТВОРА

- Для приготовления стандартного раствора используют:
 - реагент Карла Фишера для кулонометрии;
 - воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
 - весы лабораторные специального класса точности с НПВ 200г по ГОСТ 24104-2001;
 - колбу с притертой пробкой вместимостью 50 мл.

Перед приготовлением раствора определяют остаточную массовую долю воды в реагенте Карла Фишера. Навеску массой примерно 10 г вносят с помощью шприца в поверяемый анализатор и фиксируют измеренное значение концентрации (%). За остаточное содержание воды в реагенте Карла Фишера принимают среднее из трех измерений. Рассчитывают среднее арифметическое. Повторяемость полученных результатов (г) не должна превышать 0,05%.

$$r = \frac{w_{\max} - w_{\min}}{w_{\text{ср}}} \times 100\%.$$

где w_{\max} - максимальное полученное значение остаточной массовой доли в реагенте Карла Фишера;

w_{\min} - минимальное полученное значение остаточной массовой доли в реагенте Карла Фишера;

$w_{\text{ср}}$ - среднее полученное значение остаточной массовой доли в реагенте Карла Фишера.

- На аналитических весах взвешивают пустую колбу с притертой пробкой емкостью 50 мл. В колбу вносят около 40 г реагента Карла Фишера. Фиксируют массу с точностью 0,0002 г. Далее в колбу с помощью шприца добавляют дистиллированную воду массой около 0,3 г и фиксируют ее массу (с точностью до 0,0002). Полученный раствор тщательно перемешивают. Массовую долю воды в полученном растворе (С,%) определяют по формуле:

$$C = \frac{(w \times m) / 100 + g}{m + g} \times 100, \text{ где}$$

m - масса реагента Карла Фишера, взятого для приготовления стандартного раствора, г.

w - остаточная массовая доля воды в реагенте Карла Фишера, %;

g - масса дистиллированной воды, введенной в реагент Карла Фишера, г.