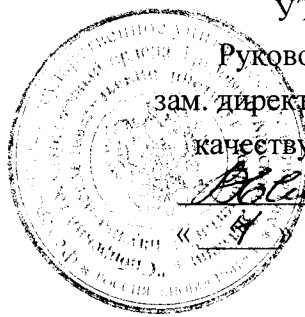


ООО «Научно-производственное предприятие «Томьаналит»



УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ -
зам. директора по метрологии и
качеству ФГУП «СНИИМ»
В.И.Евграфов
04 2011г.

Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ ПАН-As

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

ДПТА.20.0035 МП

Настоящая методика поверки предназначена для проведения первичной и периодической поверки анализатора ПАН-As (далее - анализатора).

Поверке подлежат все вновь выпускаемые, выходящие из ремонта и находящиеся в эксплуатации анализаторы.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 Операции поверки

При проведении поверки осуществляют операции, указанные в таблице 1. Поверка прекращается при получении отрицательных результатов любой из операций, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
3 Контроль диапазона и пределов допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов мышьяка	6.3	Да	Да

2 Средства поверки

При проведении поверки применяют средства измерений, оборудование и материалы, перечень которых представлен в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Метрологические характеристики	
	Диапазон	Погрешность, цена деления, класс точности
1 Государственный стандартный образец состава водных растворов ионов мышьяка (III) (ГСО)	Аттестованное значение 0,10 г/дм ³	Относительная погрешность аттестованного значения не более 1,0 %
2 Вода бидистиллированная		ГОСТ 52501-2005
3 Натрия сульфит, х.ч.		ГОСТ 195-77
4 Трилон Б, х.ч.		ГОСТ 10652-73
5 Калия хлорид, ос.ч.		ТУ 6-09-3678-74
6 Пипетки или дозатор пипеточный (2,0-10) см ³ и дозатор пипеточный (0,10-1,0) см ³	вмест. 10; 5,0; 1,0 см ³ дискретность установки доз 0,10 см ³ дискретность установки доз 0,0050 см ³	1 или 2 класса относительная погрешность дозирования не более 5 % относительная погрешность дозирования не более 5 %

Наименование	Метрологические характеристики	
	Диапазон	Погрешность, цена деления, класс точности
7 Дозатор пипеточный (0,0050-0,050) см ³	Дискретность установки доз 0,00050 см ³	Относительная погрешность дозирования не более 5 %
8 Пробирки мерные	П-1-10-0,1 X, ГОСТ 1770-74	

Приечание - Допускается применение средств, не приведенных в таблице, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик с требуемой точностью.

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования техники безопасности: при работе с химическими реактивами – по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.4.021-75; при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019-79 и ГОСТ 12.2.007.-75.

3.2 Помещение, в котором осуществляется поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

3.3 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности, которые должны соблюдаться при работе с приборами, в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Обучение работающих лиц правилам безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004-90.

4 Условия поверки

- 4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:
- температура окружающей среды: от 15 до 25 °С;
 - относительная влажность воздуха: от 30 до 80 %;
 - атмосферное давление: от 84,0 до 106,7 кПа;
 - напряжение питающей сети: от 198 до 242 В;
 - частота питающей сети: от 49 до 51 Гц.

5 Подготовка к поверке

5.1 Проверяют наличие средств поверки согласно таблице 2.

5.2 Выполняют подготовительные работы в соответствии с разделом 2.2 руководства по эксплуатации ДПТА.20.0030 РЭ (РЭ).

Примечание – Рекомендуются при проведении поверки использовать новый комплект электродов.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие комплектности поверяемого анализатора указанной в РЭ;
- наличие эксплуатационной документации и сведений о предыдущей поверке;
- целостность корпуса, опломбирования, соединительных проводов, отсутствие механических повреждений, препятствующих нормальному функционированию прибора;
- четкость и правильность маркировки в соответствии с РЭ.

6.2 Опробование

При опробовании проверяют общее функционирование анализатора в соответствии с 2.2 РЭ.

6.3 Проверка диапазона определяемых концентраций и относительной погрешности измерения концентрации ионов мышьяка (III)

Проверку относительной погрешности измерения и диапазона измерения концентрации выполняют одновременно путем анализа аттестованных смесей (АС) с массовыми концентрациями ионов мышьяка (III) с массовыми концентрациями 0,00050 мг/дм³; 0,0050 мг/дм³; 0,050 мг/дм³, соответствующими началу, середине и концу диапазона измерений. Коды и массовые концентрации АС приведены в таблице 3. Погрешность АС (при P=0,95) регламентирована в «Методике приготовления аттестованных смесей ионов мышьяка (III)», приведенной в приложении А.

За абсолютную погрешность измерений анализатора принимают разность между средним значением единичных результатов анализа АС и аттестованным значением концентрации АС. Пределы допускаемой абсолютной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов мышьяка (III) на анализаторе ПАН-As приведены в таблице 3.

Таблица 3

Код АС	Массовая концентрация ионов мышьяка (III) в АС, μ , мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов мышьяка (III) в АС, $\pm\Delta$, мг/дм ³	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов мышьяка (III) в АС, $\pm\delta$, %
АС-0,0005	0,00050	0,00020	40
АС-0,005	0,0050	0,0015	30
АС-0,05	0,050	0,015	30


6.3.1 Готовят вспомогательные растворы в соответствии с приложением Б.


6.3.2 Готовят аттестованные смеси в соответствии с приложением А.

6.3.3 Готовят хлорсеребряные электроды и углеродсодержащие электроды к выполнению измерений в соответствии с приложением В.

6.3.4 Проводят градуировку в соответствии с приложением Г.

6.3.5 На дисплее анализатора выбирают пункт меню «Объект анализа».

Примечание - Здесь и далее: выбор пунктов меню осуществляют путем нажатия управляющей кнопки , расположенной слева от наименования пункта.

6.3.6 В открывшемся списке путем нажатия управляющей кнопки  выделяют строку:

- «АС-0,0005» - при анализе АС-0,0005;

- «АС-0,005» - при анализе АС-0,005;

- «АС-0,05» - при анализе АС-0,05.

6.3.7 Подтверждают установку объекта анализа выбором пункта меню «Выбор». На дисплее отобразится системное меню.

6.3.8 Выбирают пункт меню «Анализ».


6.3.9 Наливают в стакан анализатора (10-12) см³ бидистиллированной воды. Вставляют стакан в анализатор.

6.3.10 Выбирают пункт меню «Пуск». Начнется процесс отмывки.

6.3.11 По окончании процесса отмывки ждут, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение.

6.3.12 В стакан анализатора наливают 2,0 см³ насыщенного раствора сульфита натрия, 0,02 см³ раствора Трилона Б 0,1 М и 8,0 см³ анализируемой АС.

6.3.13 Выбирают пункт меню «Пуск». При этом опустится кронштейн, на дисплее будут отображаться выполняемый этап измерения и время до окончания этапа.

6.3.14 По окончании измерений поднимется кронштейн и на дисплее отобразятся три результата единичного измерения массовой концентрации ионов мышьяка в анализируемой АС. Для выхода в системное меню нажмите кнопку .

6.3.15 Для всех результатов единичных измерений массовой концентрации ионов мышьяка (III) в АС-0,0005 (АС-0,005; АС-0,05) проверяют условие:

$$\mu - \Delta \leq X_i \leq \mu + \Delta, \quad (1)$$

где μ - массовая концентрация ионов мышьяка (III) в АС-0,0005 (АС-0,005; АС-0,05);

X_i - результат единичного измерения концентрации ионов мышьяка (III) в АС-0,0005 (АС-0,005; АС-0,05);

Δ - допускаемая абсолютная погрешность измерения массовой концентрации ионов мышьяка (III) в анализируемой АС, приведенная в таблице 3.

6.3.16 Если выполняется условие (1) вычисляют среднее значение измеренной концентрации ионов мышьяка (III) в АС-0,0005 (АС-0,005; АС-0,05).

Если условие (1) не выполняется, то повторяют анализ АС-0,0005 (АС-0,005; АС-0,05), предварительно проверив правильность приготовления насыщенного раствора сульфита натрия (возможно использование другого комплекта электродов).

6.3.17 Рассчитывают абсолютную погрешность измерения массовой концентрации Ионов мышьяка (III) в АС-0,0005 (АС-0,005; АС-0,05):

$$\Delta_x = \bar{X} - \mu, \quad (2)$$

где \bar{X} - средний результат измерения концентрации ионов мышьяка (III) в АС-0,0005 (АС-0,005; АС-0,05).

6.3.18 Рассчитывают относительную погрешность результатов измерений массовой концентрации ионов мышьяка (III) в АС-0,0005 (АС-0,005; АС-0,05):

$$\delta_x = \pm \frac{\Delta_x}{\bar{X}} \cdot 100 (\%) \quad (3)$$

6.3.19 Проверяют условие:

$$\delta_x \leq \delta, \quad (4)$$

где δ - допускаемая относительная погрешность измерения массовой концентрации ионов мышьяка (III) в анализируемой АС, приведенная в таблице 3.

6.3.20 Результаты поверки положительные, если выполняется условие (4) для результатов измерений массовой концентрации ионов мышьяка (III) в АС-0,0005; АС-0,005 и АС-0,05.

7 Оформление результатов поверки

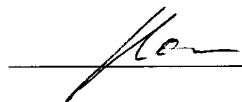
7.1 Результаты поверки оформляют протоколом. Рекомендуемая форма протокола периодической поверки для внесения результатов измерений и расчетов приведена в приложении Д.

7.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке или ставят поверительное клеймо в соответствии с ПР 50.2.006.

7.2.1 По окончании первичной поверки с положительными результатами проводят опломбирование нижней части анализатора.

7.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают негодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство или гасят клеймо и выдают извещение о непригодности прибора с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Методика поверки ДПТА.20.0035 МП «Анализаторы ПАН-As» разработана
ООО «НПП «Томьаналит»
Зам. директора по метрологии

 /Носкова Г.Н./

Приложение А

(обязательное)

Методика приготовления аттестованных смесей ионов мышьяка (III)

А.1 Назначение и область применения методики

Методика регламентирует приготовление аттестованных смесей (АС) ионов мышьяка (III) с массовыми концентрациями 10; 1,0; 0,5; 0,05; 0,005 и 0,0005 мг/дм³. АС предназначены для проведения поверки анализатора ПАН-As.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики АС приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Код АС	Массовая концентрация ионов мышьяка (III), мг/дм ³	Погрешность АС, мг/дм ³ (при P=0,95)
АС-10	10,0	±0,1
АС-1	1,0	±0,02
АС-0,5	0,50	±0,02
АС-0,05	0,050	±0,003
АС-0,005	0,0050	±0,0004
АС-0,0005	0,00050	±0,00005

А.3 Средства измерений

Дозатор пипеточный (0,0050-0,050) см³

ТУ 9452-002-33189998-2002

Дозатор пипеточный (100-100) см³

ТУ 9452-002-33179998-2002

Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов мышьяка (III) с массовой концентрацией 0,10 г/дм³ (ГСО)

ГСО 7143-95

Пробирки мерные П-1-10-0,1 ХС

ГОСТ 1770-74

Примечание - Допускается применение других аналогичных средств измерений, обеспечивающих приготовление АС с погрешностью, не превышающей указанной в таблице А.1.

А.4 Процедура приготовления

АС готовят разбавлениями растворов ионов мышьяка (III) соответственно в мерных пробирках вместимостью 10,0 см³ бидистиллированной водой согласно таблице А.2.

Таблица А.2

Исходный раствор для приготовления			Приготовленная АС		
Код	Концентрация, мг/дм ³	Отбираемый объем, см ³	Код	Концентрация, мг/дм ³	Срок хранения, не более
ГСО	100	1,0	АС-10	10,0	7 дней
АС-10	10	1,0	АС-1	1,0	1 день
АС-10	10	0,5	АС-0,5	0,50	1 день
АС-0,5	0,50	1,0	АС-0,05	0,050	Готовят перед использованием
АС-0,05	0,050	1,0	АС-0,005	0,0050	
АС-0,005	0,0050	1,0	АС-0,0005	0,00050	

А.5 Требования безопасности

Соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными веществами ГОСТ 12.1.005-88.

А.6 Требования к квалификации оператора

АС готовит инженер или лаборант со средним специальным образованием, имеющий навыки работы в химической лаборатории.

А.7 Требования к упаковке и маркировке

АС помещают в пробирку с пришлифованной пробкой. На пробирку наклеивают этикетку (наносит маркировку) с указанием кода аттестованной смеси, массовой концентрации ионов мышьяка (III) и датой приготовления.

А.8 Условия хранения

АС хранят при комнатной температуре не более срока, указанного в таблице А.2.

Приложение Б

(обязательное)

Приготовление вспомогательных растворов

Б.1 Приготовление раствора Трилона Б 0,1 М

1) Фиксанал 0,1 моль-эквивалент (18,6 г) разводят бидистиллированной водой в колбе объемом 500 см³;

2) 9,3 г Трилона Б, растворяют в колбе вместимостью 500 см³ теплой бидистиллированной водой, охлаждают и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят не более 6 месяцев.

Б.2 Приготовление насыщенного раствора натрия сульфита

В колбе вместимостью 500 см³ нагревают до кипения 300 см³ бидистиллированной воды. Снимают колбу с плитки и постепенно добавляют (200-230) г натрия сульфита при перемешивании раствора. Раствор охлаждают. На дне колбы должны присутствовать кристаллы натрия сульфита. Раствор хранят не более 3 месяцев.

Приложение В

(обязательное)

Подготовка электродов к работе

В.1 Подготовка хлорсеребряных электродов

Хлорсеребряный электрод представляет собой спираль из серебряной проволоки, покрытой серебром хлоридом, помещенную в корпус с полупроницаемой пробкой, который заполнен одномолярным раствором калия хлорида. Конец серебряной проволоки имеет токовыводящий контакт для подключения к прибору.

Перед работой корпус электрода заполняют с помощью дозатора или шприца одномолярным раствором калия хлорида. Электрод перезаполняют новым раствором калия хлорида ежедневно. Заполненный хлорсеребряный электрод хранят в бидистиллированной воде. Незаполненный хлорсеребряный электрод хранят на воздухе.

В.2 Подготовка углеродсодержащих (рабочих) электродов


В.2.1 Готовят поверхность углеродсодержащих электродов, срезав устройством для среза электродов торец электрода толщиной (0,3-0,5) мм и промыв бидистиллированной водой.

В.2.2 Включают анализатор по 2.2.3 РЭ.

В.2.3 Вставляют в прибор три углеродсодержащих и два хлорсеребряных электрода (данные хлоридсеребряные электроды используют только для подготовки электродов к работе). Хлорсеребряные электроды заполняют хлоридом калия непосредственно перед использованием.

Установку и съем электродов производят с помощью защитных электродных колпачков. Для этого надевают колпачок на электрод, совмещают конусное углубление хвостовика электрода с выступающим конусом держателя на кронштейне анализатора, прижимают электрод к держателю и поворачивают на 90° по часовой стрелке. Снимают колпачок с электрода.

В.2.4 Выбирают пункт меню «Подготовка электродов».

Примечание - Выбор пунктов меню осуществляют путем нажатия управляющей кнопки , расположенной слева от наименования пункта.

В.2.5 Наливают в стаканчик (14-15) см³ бидистиллированной воды. Устанавливают стаканчик в анализатор.

В.2.6 Выбирают пункт меню «Пуск». Начнется процесс отмывки.

В.2.7 По окончании процесса отмывки ждут, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение.

В.2.8 В отдельный стаканчик наливают 13,5 см³ бидистиллированной воды, добавляют 1,5 см³ раствора для модифицирования поверхности углеродсодержащих электродов. Стаканчик устанавливают в анализатор.

В.2.9 Выбирают пункт меню «Пуск». На дисплее высвечивается время до окончания процесса подготовки электродов.

В.2.10 По окончании процесса модифицирования поверхности углеродсодержащих электродов поднимется кронштейн. Вынимают стаканчик с модифицирующим раствором. Раствор из стаканчика не выливают, его хранят в этом же стаканчике, закрытом крышечкой, используют для последующих накоплений пленки золота (до 50 накоплений из одного раствора). В случае истощения раствора на дисплее анализатора появится соответствующая надпись.

В.2.11 Наливают в стаканчик (14-15) см³ бидистиллированной воды. Устанавливают стаканчик в анализатор.

В.2.12 Выбирают пункт меню «Пуск». Начнется процесс отмывки.

В.2.13 По окончании процесса отмывки ждут, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение.

В.2.14 Готовые электроды хранят на воздухе в защитных колпачках.

В.2.15 Хлорсеребряные электроды вынимают из анализатора. В дальнейшем данные хлорсеребряные электроды используют только для проведения модифицирования поверхности углеродсодержащих электродов.

Приложение Г

(обязательное)

Градуировка анализатора


Г.1 Перед проведением градуировки выполняют подготовительные операции по 2.2.4 руководства по эксплуатации анализатора ПАН-As.

Г.2 Включают анализатор ПАН-As. Ждут, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение.

Г.3 Устанавливают электроды в разъемы кронштейна в соответствии со схемой расположения электродов, расположенной на кронштейне: С – электрод сравнения: один хлоридсеребряный электрод; P₁, P₂, P₃ – рабочие электроды. Рабочие электроды являются взаимозаменяемыми.

Установку и съем электродов производят с помощью защитных электродных колпачков. Для этого надевают колпачок на электрод, совмещают конусное углубление хвостовика электрода с выступающим конусом держателя на кронштейне анализатора, прижимают электрод к держателю и поворачивают на 90° по часовой стрелке. Снимают колпачок с электрода.

Г.4 Выбирают пункт меню «Построение ГГ».

Примечание - Выбор пунктов меню осуществляют путем нажатия управляющей кнопки  , расположенной слева от наименования пункта.

Г.5 Наливают в стакан (10-12) см³ бидистиллированной воды. Устанавливают стакан в анализатор.

Г.6 Выбирают пункт меню «Пуск». Начнется процесс отмывки.


Г.7 По окончании процесса отмывки ждут, пока кронштейн для установки электродов поднимется в крайнее верхнее положение. При этом на дисплее отобразится таблица с концентрацией градуировочного раствора. Выливают воду из стакана.

Г.8 Градуировочный раствор готовится непосредственно в стакане анализатора. Для этого в стакан наливают:

- 2,0 см³ насыщенного раствора сульфита натрия;
- 8,0 см³ бидистиллированной воды;
- 0,02 см³ 0,1 М раствора Трилона Б;
- 0,02 см³ аттестованной смеси мышьяка АС-1 с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³, приготовленной в соответствии с приложением А.

Г.9 Выбирают пункт меню «Пуск». Опустится кронштейн, на дисплее будет отображаться выполняемый этап построения градуировочного графика и время до окончания этапа.

Г.10 По окончании градуировки кронштейн поднимется в верхнее положение.

Г.11 Выходят в системное меню, нажав кнопку  . Просмотреть градуировочные графики можно, выбрав пункт системного меню «Просмотр ГГ». В системном меню обратить внимание на пункт системного меню «Построение ГГ». В случае мигания пункта системного меню «Построение ГГ» выбирают его и просматривают надпись на дисплее. При необходимости повторяют построение градуировочного графика.

Примечание - В случае трехкратной рекомендации необходимости повторения построения градуировочного графика проводят модифицирование поверхности углеродсодержащих электродов, предварительно удалив имеющуюся пленку срезанием тонкого слоя специальным резакром или скальпелем с торца электрода (толщиной примерно 0,3-0,5 мм).

Г.12 Для просмотра градуировочных графиков в ходе выполнения измерений необходимо выбрать пункт «Меню» и в появившемся системном меню выбрать пункт «Просмотр ГГ».

Приложение Д

(справочное)

Рекомендуемая форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ

поверки периодической анализатора ПАН-As № _____

принадлежащего _____

ИНН _____

Д.1 Условия проведения поверки

Температура окружающего воздуха: _____ °С;

Относительная влажность при 25 °С: _____ %;

Атмосферное давление: _____ кПа

Д.2 Средства поверки

Таблица Д.1

Наименование	Метрологические характеристики	
	Диапазон	Погрешность, цена деления, класс точности, НД

Примечание – Таблица Д.1 заполняется в соответствии с таблицей 2 и характеристиками применяемых при поверке средств измерений.

Д.3 Результаты поверки

Таблица Д.2

Определяемая техническая характеристика	Нормируемое значение	Максимальное значение, определенное в ходе поверки
Относительная погрешность измерений массовой концентрации ионов мышьяка (III)	±40 %	
	±30 %	

Д.4 Заключение:

Межповерочный интервал: 1 год.

Дата поверки: _____

Поверитель: _____