

15496-02

737 KF



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Генерального директора
ФГУ «Росметс-Москва»А.С.Евдокимов
2002 г.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Настоящая методика распространяется на анализаторы влажности кондуктометрические 684KF/ 737 KF/ 756 KF (далее – анализатор) производства фирмы «Metrohm AG», Швейцария, предназначенные для определения содержания воды по методу К.Фишера, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Межповерочный интервал – 1 год.

1. Операции и средства поверки.

При проведении поверки должны выполняться операции указанные в таблице 1.

Таблица 1.

№№ пп	Наименование операции	Номер пункта методики
1.	Внешний осмотр	5.1.
2.	Опробование	5.2.
3	Определение метрологических характеристик	5.3.
	-относительной погрешности	5.3.1.
	-случайной составляющей погрешности	5.3.2.

При проведении поверки применяются следующие средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2.

№ п. методи- ки	Наименование средств поверки, тип	Технические и метро- логические характеристики
5.3.	Вода дистиллированная	По ГОСТ 6709
5.3.	Весы лабораторные аналитические	2-го класса точности с НВП 200 г ГОСТ 24104
5.3.	Шприцы медицинские стеклянные	на 1 мл и 10 мл по ГОСТ 22967
5.3.	Колба с притертой пробкой	Вместимостью 25 мл

Примечание: Допускается использование других средств измерений, соответствующих характеристикам, указанным в таблице 2. Допускается

использование стандартных образцов массовой доли воды с относительной погрешностью аттестации не более 0,5%.

2. Требования безопасности.

При проведении поверки соблюдаются требования безопасности, предъявляемые к средствам поверки, указанным в таблице 2 и поверяемому анализатору.

3. Условия поверки

При проведении поверки обеспечивают следующие условия:

температура воздуха, °С	20±5
относительная влажность воздуха, %	30...80
атмосферное давление, кПа	84...106
напряжение питания, В	220 +22/-33

4. Подготовка к поверке.

Перед проведением поверки выполняются следующие подготовительные операции:

- после доставки прибора на поверку его выдерживают в помещении не менее 3-х часов;
- прибор готовят к поверке, проведя его сборку в соответствии с требованиями настоящего Руководства по эксплуатации;
- заполняют ячейку анализатора соответствующим реагентом Фишера, запускают прибор в этом режим не менее 20 минут.

5. Проведение поверки.

5.1. Внешний осмотр.

При внешнем осмотре проверяют:

- комплектность анализатора;
- наличие маркировки, тип и заводской номер прибора;
- наличие четких надписей на органах управления.

5.2. Опробование

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

5.3. Определение метрологических характеристик.

5.3.1. Определение относительной погрешности анализатора при измерении содержания воды

Определение относительной погрешности анализатора проводится по результатам 10 измерений на растворах приготовленных весовым методом на основе реагента К.Фишера. Методика приготовления и расчета концентрации приведена в приложении 1.

В ячейку титрования поверяемого анализатора дозированием с помощью, предварительно заполненного средой, микрошприца вводят дозу стандартной среды объемом около 0,3 мл. Массу отдозированной среды определяют на весах как разность показаний весов до дозирования и после. При извлечении иглы из ячейки, следует втянуть обратно в шприц каплю раствора, обычно остающуюся на конце иглы.

Расчетное количество воды в навеске стандартной среды W_p рассчитывают по формуле, мг:

$$W_p = B \cdot \frac{C_{СТ}}{100},$$

где: B - масса навески, взятой для измерения, мг;

$C_{СТ}$ - концентрация воды в стандартной среде, %.

Основную относительную погрешность рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{(W_p - W_{np})}{W_p} \times 100,$$

где W_p – расчетное количество воды, в дозируемом объеме, мг;

W_{np} - среднее арифметическое значение результатов десяти измерений, мг

Основная относительная погрешность не должна превышать 3 %.

5.3.2. Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений, как относительное среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения от среднего значения (%), рассчитывают по формуле:

$$S = \frac{1}{W_{np}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (W_{npi} - \bar{W}_{np})^2}{(n-1)}} \times 100,$$

где: W_{npi} – i -ое значение единичного измерения, определенное анализатором, мкг;

\bar{W}_{np} – среднее арифметическое 10 измерений, определенное анализатором, мкг;

n – число измерений (10).

Среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения не должно превышать 1,0 %.

6. Оформление результатов поверки

6.1. На анализатор, прошедший поверку с положительным результатом, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

6.2. При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности с указанием причин непригодности, а анализатор не допускают к применению.

Начальник лаборатории
ФГУ Ростест-Москва



В.В. Рыбин

Главный специалист



Е.И. Вишневская

Приложение 1

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНОГО РАСТВОРА

Для приготовления поверочного раствора используется:
Реагент К.Фишера для кулонометрии
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709
Весы лабораторные аналитические 2-го класса точности с НВП 200 г по
ГОСТ 24104
Колба с притертой пробкой вместимостью 25 мл.
Шприцы медицинские на 1 мл и на 10 мл по ГОСТ 22967

Перед приготовлением раствора определяют наличие воды в реагенте К.Фишера, вводя навеску его в поверяемый титратор примерно 5 г, фиксируя его массу. Количество параллельных определений не менее 3.

На весах взвешивают пустую колбу на 25 мл. В данную колбу вливают реагент К.Фишера порядка 15-17 г и фиксируют его массу. Далее в данную колбу добавляют дистиллированную воду порядка 0,5 г и фиксируют массу. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Концентрацию воды C в полученном растворе определяют по формуле, мг/ мг:

$$C = \frac{A \times c + g}{A + g}$$

Где: A – масса реагента К.Фишера, взятого для приготовления калибровочного раствора, мг;

c – остаточное содержание воды в реагенте К.Фишера, мг/мг;

g – масса воды, введенной в реагент К.Фишера, мг.