

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИФТРИ»



А.Н. Щипунов

2011 г.

**РАБОЧИЕ ЭТАЛОНЫ АКТИВНОСТИ ИОНОВ ЙОДА
В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ РЭАИ-ЙОД**

Методика поверки

МГФК.264211.008МП

СОДЕРЖАНИЕ

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	3
3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ.....	3
4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ИСПОЛНИТЕЛЕЙ.....	4
5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	4
6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	4
7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	6
ПРИЛОЖЕНИЕ А. Схема установки для поверки.....	7
ПРИЛОЖЕНИЕ Б. Форма протокола.....	8
ПРИЛОЖЕНИЕ В. Список НТД	9

Настоящая методика поверки распространяется на рабочие эталоны активности ионов йода в водных растворах РЭАИ-йод ТУ 2642-005-02567567-2009 (далее – рабочие эталоны), предназначенный для передачи показателей активности (pI) и единиц активности ионов йода в водных растворах в соответствии с ГОСТ Р 8.641-2008.

Рабочий эталон представляет собой раствор, воспроизводящий значения pI и активность. Метрологические характеристики рабочего эталона соответствуют ГОСТ Р 8.641-2008.

Рабочий эталон может применяться в территориальных центрах стандартизации и метрологии, в поверочных, исследовательских и промышленных лабораториях для поверки, калибровки и градуировки иономеров, потенциометрических анализаторов жидкости и ионоселективных электродов.

Методика поверки разработана в соответствии с РМГ 51-2002.

Методика поверки устанавливает методы первичной поверки и порядок оформления результатов поверки. Периодической поверке рабочие эталоны не подлежат.

1. Операции поверки

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при
		первичной поверке
1 Внешний осмотр	6.1	+
2 Определение абсолютной погрешности воспроизведения pI	6.2	+
3 Определение относительной погрешности воспроизведения активности	6.3	+

2. Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, приведенные в таблице 2. Схема установки приведена в Приложении А.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного средства поверки, обозначение нормативного документа, основные технические характеристики средства поверки
1	2
6.2, 6.3	Государственный первичный эталон ГЭТ 171-2007 (суммарная расширенная неопределённость при коэффициенте охвата $k = 3$ составляет $\pm 0,006$)
	Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74 (объем от 10 до 1000 см ³ , класс точности 2)

3. Условия поверки и подготовка к ней

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены условия по ГОСТ 8.395:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 86 до 106,7 кПа.

3.2 Электропитание средств измерений производится при нормальных значениях параметров электрической сети по ГОСТ 22261:

- напряжение $(220 \pm 4,4)$ В;
- частота $(50 \pm 0,5)$ Гц;
- допускаемый коэффициент высших гармоник не более 5 %.

3.3 Средства измерений должны быть исправны, поверены и иметь свидетельства о поверке по ПР 50.2.006-94.

3.4 Отбор образцов рабочих эталонов для поверки проводят в соответствии с ГОСТ 3885. Отбирают случайную выборку. Объем выборки для партии составляет 3 штуки.

4 Требования к квалификации исполнителей

4.1 Исполнители поверочных работ должны иметь высшее или среднетехническое образование, владеть техникой потенциометрических и амперометрических измерений, знать нормативную и техническую документацию и иметь аттестат поверителя.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки должны выполняться общие правила техники безопасности и производственной санитарии по ГОСТ 12.1.007-76, ГОСТ 12.1.005-88, а также указания соответствующих разделов эксплуатационной документации средств поверки.

5.2 К проведению поверки допускаются лица, изучившие документацию, средства поверки и прошедшие местный инструктаж по технике безопасности.

6. Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяется соответствие отобранных образцов требованиям комплектности, расфасовки, упаковки, маркировки (разделы 4-7 Паспорта).

При положительных результатах внешнего осмотра образцы рабочих эталонов считаются пригодными для дальнейшего проведения поверки.

6.2 Определение абсолютной погрешности воспроизведения pI

6.2.1 Измерения проводить на Государственном первичном эталоне ГЭТ 171-2007. Для измерений использовать компаратор и моноэлементный эталонный раствор ионов йода, входящий в состав ГЭТ 171-2007. Схема установки в Приложении А.

6.2.2 Использовать рабочий эталон в соответствии с паспортом.

6.2.3 В левую полуячейку электрохимической ячейки компаратора налить 150 см^3 моноэлементного эталонного раствора ионов йода. В правую полуячейку электрохимической ячейки компаратора налить 150 см^3 исследуемого рабочего эталона.

6.2.4 Подготовить электроды йодидселективные к работе согласно руководству по эксплуатации на электроды.

6.2.5 Температура раствора должна быть $(25 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$.

6.2.6 Подсоединить ко входу вольтметра (клемма «ЛО») электрод (5).

6.2.7 Подсоединить ко входу вольтметра (клемма «НІ») электрод (3).

6.2.8 Включить вольтметр. Записать показание вольтметра U_1 (мВ). Измерения повторить 10 раз через 30 с. Отсоединить входы вольтметра от электродов. Промыть электроды измеряемым раствором.

6.2.9 Подсоединить ко входу вольтметра (клемма «ЛО») электрод (3).

6.2.10 Подсоединить ко входу вольтметра (клемма «НІ») электрод (5).

6.2.11 Записать показание вольтметра U_2 (мВ). Измерения повторить 10 раз через 30 с. Отсоединить входы вольтметра от электродов. Промыть электроды измеряемым раствором.

6.2.12 По результатам измерений найти средние значения $\overline{U}_1$ и $\overline{U}_2$ по формулам (1) и (2):

$$\overline{U}_1 = \frac{1}{10} \sum_{j=1}^{10} U_{1j} \quad (1)$$

$$\overline{U}_2 = \frac{1}{10} \sum_{j=1}^{10} U_{2j} \quad (2)$$

6.2.13 Рассчитать показатель активности ионов йода pI по формуле (3):

$$pI = pI_{\text{эт}} + \frac{F}{2R \cdot T \cdot \ln 10} \cdot (\overline{U}_1 - \overline{U}_2), \quad (3)$$

где $pI_{\text{эт}}$ – значение показателя активности моноэлементного эталонного раствора ионов йода,

F – постоянная Фарадея, $F = 96485$ Кл/моль;

R – газовая постоянная, $R = 8,314$ Дж/К·моль;

T – значение температуры раствора $T = 298$ К;

$\overline{U}_1$ и $\overline{U}_2$ рассчитаны по формулам (1), (2).

6.2.14 Вылить растворы из полуячеек в мерные колбы. Налить по 30 дм³ соответствующих свежих растворов в каждую полуячейку, сполоснуть полуячейки и вылить растворы в колбы. Налить свежие растворы.

6.2.15 Повторить п.п. 6.2.6-6.2.14 два раза.

6.2.16 Найти среднее значение pI .

6.2.17 Результаты поверки положительные, если абсолютная погрешность воспроизведения pI не более (4):

$$\Delta pI = |pI_{\text{эт}} - pI| \leq 0,01, \quad (4)$$

где pI – рассчитано в п. 6.2.16.

6.2.18. При отрицательных результатах поверки партия рабочих эталонов бракуется.

6.3 Определение относительной погрешности воспроизведения активности

6.3.1 Рассчитать активность ионов йода по формуле (5):

$$a = M_0 \cdot 10^{-pI}, \text{ моль/дм}^3 \quad (5)$$

где $M_0 = 1$ моль/дм³;

pI – рассчитано в п. 6.2.16.

6.3.2 Рассчитать относительную погрешность воспроизведения активности по формуле (6):

$$\delta = \frac{a_p - a_{\text{д}}}{a_p}, \quad (6)$$

где a_p – рассчитано в п. 6.3.1;

$a_{\text{д}}$ – действительное значение активности ионов йода эталонного раствора.

6.3.3 Результаты поверки положительные, если $\delta \leq 0,005$.

7. Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки заносят в протокол. Форма протокола в Приложении Б.

7.2 При положительных результатах поверки выдается свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006. При этом возможно нанесение наклейки на свидетельство о поверке.

7.3 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности в соответствии с требованиями ПР 50.2.006 с указанием причины непригодности.

Методику поверки разработали:

Ведущий научный сотрудник НИО-6 _____ Кутовой В.Д.

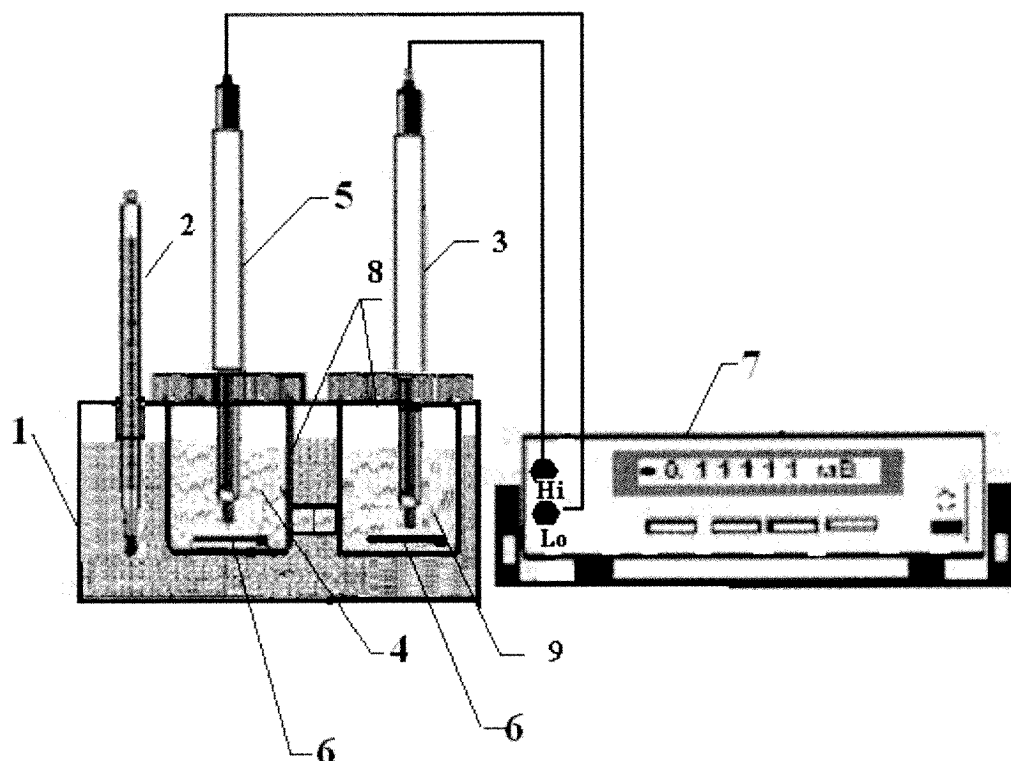
Ведущий технолог _____ Звездина В.А.

Техник 1 категории _____ Фролов Д.А.

Приложение А

(обязательное)

Схема установки для поверки рабочего эталона



1 - термостат, 2 - термометр, 3 - йодидселективный электрод № 1; 4 - эталонный моноэлементный раствор; 5 - йодидселективный электрод №2, 6 - мешалки магнитные; 7 – вольтметр; 8 - измерительная ячейка, состоящая из левой и правой полужеек; 9 – рабочий эталон (поверяемый раствор).

Приложение Б

(рекомендуемое)

Протокол поверки № _____

Наименование организации, проводившей поверку _____

Рабочий эталон активности ионов йода в водных растворах РЭАИ-йод
ТУ 2642-005-02567567-2009

заводской № _____

Изготовлен _____

Внешний осмотр

Наименование метрологических характеристик	Значение по НД	Измеренное значение	Допускаемая погрешность воспроизведения	Полученная погрешность воспроизведения	Соответствие
Показатель активности pI	1,12		$\pm 0,01$		
Активность ионов йода	$7,59 \cdot 10^{-2}$ моль/дм ³		$\pm 0,005$		

Результаты поверки _____

Выдано свидетельство о поверке № _____.

Поверку проводил _____

Дата

Приложение В
(справочное)

СПИСОК НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ

РМГ 51-2002	Государственная система обеспечения единства измерений. Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения
ГОСТ Р 8.641-2008	ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерения рХ
ГОСТ 8.395-80	ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования
ГОСТ 12.1.007-76	Система стандартов безопасности труда. Изделия электро-технические. Общие требования безопасности
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 3885-73	Реактивы и особо чистые вещества. Правила приёмки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
ПР 50.2.006-94	Правила по метрологии. Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений