

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ
ФГУП «ВНИИФТРИ»



А.Н. Щипунов

2011 г.

**РАБОЧИЕ ЭТАЛОНЫ АКТИВНОСТИ НИТРАТ-ИОНОВ
В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ РЭАИ-НИТРАТ**

Методика поверки

МГФК.264211.010МП

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 нитрат-ионов в водных растворах РЭАИ-нитрат ТУ 2642-005-02567567-2009 (далее – рабочие эталоны), предназначенные для передачи показателей активности (pNO_3) и единиц активности нитрат-ионов в водных растворах в соответствии с ГОСТ Р 8.641-2008.

Рабочие эталоны представляет собой растворы, воспроизводящие pNO_3 и активность. Метрологические характеристики рабочих эталонов 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 pNO_3	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 $(20 \pm 5) ^\circ C$;
- 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 $p\text{NO}_3$

6.2.1 Измерения проводить на Государственном первичном эталоне ГЭТ 171-2007. Для измерений использовать компаратор и моноэлементный эталонный раствор нитрат-ионов, 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 нитрат-ионов. В правую полуячейку электрохимической ячейки компаратора налить 150 см^3 исследуемого рабочего эталона с $p\text{NO}_3$ 1,12.

6.2.4 Подготовить электроды нитрат-селективные к работе согласно руководству по эксплуатации на электроды.

6.2.5 Температура раствора должна быть ($25 \pm 0,2$) °С.

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

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

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

6.2.9 Поменять местами электроды. Подсоединить к входу вольтметра (клемма «LO») электрод (3).

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

6.2.11 Записать показание вольтметра U_2 (мВ). Измерения повторить 10 раз через 30 с. Отсоединить входы вольтметра от электродов. Вынуть электроды из раствора и промыть 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 рабочего эталона по формуле (3):

$$pNO_3 = pNO_{3,эт} + \frac{F}{2R \cdot T \cdot \ln 10} \cdot (\overline{U}_1 - \overline{U}_2), \quad (3)$$

где 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 Повторить п.п. 6.2.6-6.2.13 два раза.

6.2.15 Найти среднее значение pNO_3 .

6.2.16 Результаты поверки положительные, если абсолютная погрешность воспроизведения pNO_3 не более (4):

$$\Delta pNO_3 = |pNO_{3,эт} - pNO_3| \leq 0,01, \quad (4)$$

где $pNO_{3,эт}$ – значение показателя активности моноэлементного эталонного раствора нитрат-ионов;

pNO_3 – по п. 6.2.15.

6.2.17. При отрицательных результатах поверки партия рабочих эталонов бракуется.

6.3 Определение относительной погрешности воспроизведения активности

6.3.1 Рассчитать активность нитрат-ионов по формуле (5):

$$a = M_0 \cdot 10^{-pNO_3}, \text{ моль/дм}^3 \quad (5)$$

где $M_0 = 1$ моль/дм³;

pNO_3 – рассчитано в п. 6.2.15.

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

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

где a_p – рассчитано в п. 6.3.1;

$a_{д}$ – действительное значение активности нитрат-ионов 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.

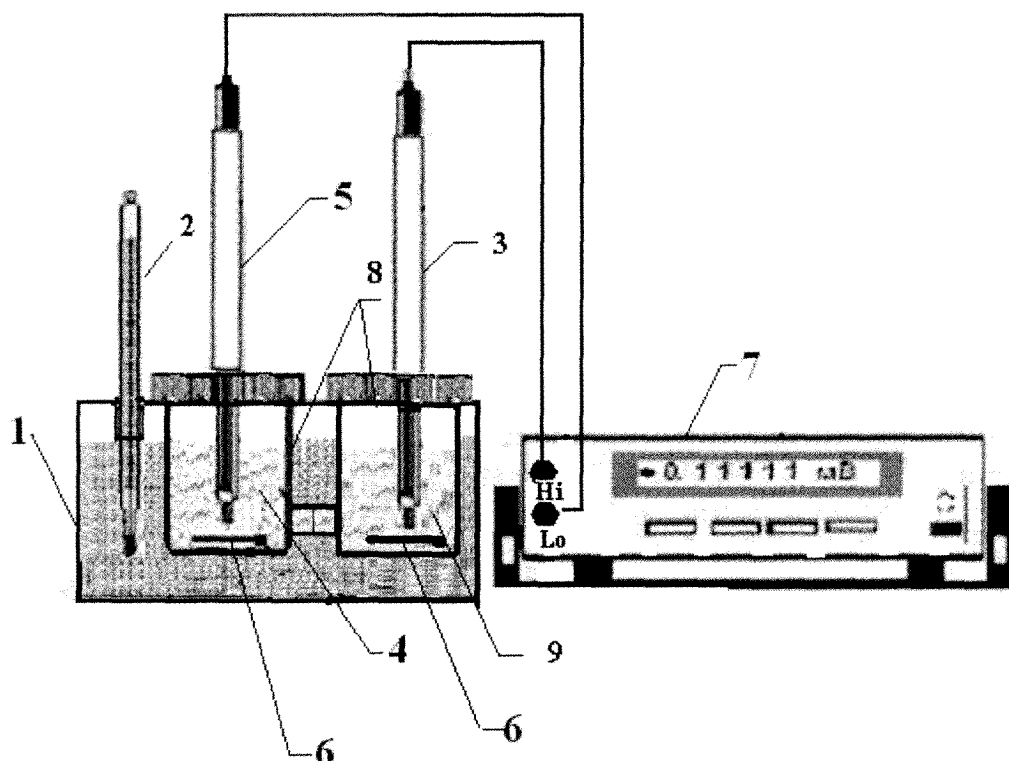
Ведущий технолог  Звездина В.А.

Техник 1 категории  Фролов Д.А.

Приложение А

(обязательное)

Схема установки для поверки рабочего эталона



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

Приложение Б

(рекомендуемое)

Протокол поверки № _____

Наименование организации, проводившей поверку _____

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

заводской № _____

Изготовлен _____

Внешний осмотр

Наименование метрологических характеристик	Значение по НД	Измеренное значение	Допускаемая погрешность воспроизведе- ния	Полученная погрешность воспроизведе- ния	Соответст- вие
Показатель активности pNO_3	1,12		$\pm 0,01$		
Активность нитрат-ионов	$7,52 \cdot 10^{-2}$ 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