

Утверждаю  
Руководитель ГЦИ СИ  
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

Н. И. Ханов



» 2013 г.

## Анализаторы натрия промышленные АН – 71ХХ

### МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

АВДП.414332.007.01 МП

СОГЛАСОВАНО  
Руководитель научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов  
в области физико-химических измерений  
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

 Л.А. Конопелько

"\_\_" 201\_\_ г.

Разработал  
Руководитель сектора  
 И.Б. Максакова

## **Оглавление**

|   |   |
|---|---|
| Область применения .....  | 3 |
| 1 Операции поверки.....   | 3 |
| 2 Средства поверки .....  | 3 |
| 3 Требования безопасности.....                                  | 4 |
| 4 Условия проведения поверки .....                              | 4 |
| 5 Подготовка к поверке.....                                     | 4 |
| 6 Проведение поверки. ....                                      | 5 |
| 7 Оформление результатов поверки .....                          | 7 |
| Приложение А Протокол поверки анализатора натрия .....          | 8 |
| Приложение В Методика приготовления контрольных растворов ..... | 9 |

## Область применения

Настоящие рекомендации устанавливают методы и средства первичной и периодической поверок на анализаторы натрия АН-71XX, состоящих из электродной системы (комплекта датчиков — первичных преобразователей ПП), датчика температуры, измерительного преобразователя (ИП), арматуры (комплекта приспособлений для установки и крепления измерительного преобразователя и электродной системы вместе измерений) и предназначены для непрерывного автоматического измерения активности ( $pNa$ ) и массовой концентрации ( $C_{Na}$ ) ионов натрия, активности ионов водорода ( $pH$ ) и температуры ( $T$ ) контролируемых водных растворов. Методика поверки является составной частью руководства по эксплуатации на анализаторы натрия АН-71XX, выпускаемые по ТУ 4215-096-10474265-2013 ЗАО «НПП «Автоматика» г. Владимира.

Рекомендуемый межповерочный интервал – один год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

| №<br>п/п | Наименование операции   | Номер пункта<br>настоящих<br>рекомендаций | Необходимость проведения<br>операции при |                             |
|----------|---|---|--|-----------------------------|
|          |   |   | первичной<br>проверки                    | периодиче-<br>ской проверки |
| 1        | Внешний осмотр  | 6.1                                       | +  | +                           |
| 2        | Опробование   | 6.2                                       | +  | +                           |
| 3        | Подтверждение соответствия программно-<br>го обеспечения  | 6.3                                       | +  | +                           |
| 4        | Определение основной абсолютной по-<br>грешности измерений $pNa$ , $pH$ и темпе-<br>ратуры контролируемой среды анализатора | 6.4 - 6.6                                 | +  | +                           |

### Примечания

1 Знак «+» означает, что операцию проводят.

2 Характеристики анализатора натрия и измерительного преобразователя (ИП) отражены в ТУ 4215-096-10474265-2013 и руководстве по эксплуатации на выпускаемую модель анализатора.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Для проведения поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2

Таблица 2

| Номер пункта<br>МП | Перечень основных и вспомогательных средств поверки   |
|--------------------|---|
| 6.4                | Рабочие эталоны $pH$ 2-го разряда по ГОСТ 8.135 или Стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов $pH$ 2 и 3 разрядов № Госреестра 31193-06<br>Стандартный образец ионов натрия ГСО 8062-8064<br>Контрольные растворы на основе ГСО согласно приложению |
| 6.4                | Вода деионизированная или бидистиллированная по ГОСТ Р 52501-2005;  |
| 6.4                | Посуда лабораторная мерная по ГОСТ 1770 и ГОСТ 29169-91;  |

|           |   |
|-----------|---|
| 6.4 - 6.5 | Термометр ртутный стеклянный типа ТЛ-2, шкала (0...100) °C, цена деления не более 0,1 °C  |
| 6.5       | Водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 0°C до 100 °C, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды – в пределах ±0,1 °C |

2.2 Средства измерений должны быть исправны, иметь эксплуатационную документацию и свидетельства о поверке по ПР 50.2.006, а оборудование – аттестаты по ГОСТ Р 8.568.

2.3 Допускается использование других средств измерений, испытательного оборудования с метрологическими характеристиками не хуже приведённых в таблице 2

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки соблюдают требования охраны труда:

- а) при работе с химическими реактивами – по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021;
- б) 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, которые должны соблюдаться при работе с приборами и оборудованием, в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам и оборудованию. Обучение работающих лиц правилам безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C (20 ± 5);
- относительная влажность воздуха, % от 45 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106;
- напряжение источника питания переменного тока, В (220 ±5);
- частота источника питания переменного тока, Гц (50 ±1);
- температура контрольных растворов, °C (25 ± 0,1);
- время прогрева, мин, не менее 15;
- вибрация, тряски, удары, влияющие на работу прибора не допускаются.

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Для проведения операций поверки собирают установку для поверки анализатора, схема которой приведена в приложениях В .

5.2 Основное и вспомогательное оборудование, указанное в разделе 2, подготавливают к работе в соответствии с требованиями нормативных документов и эксплуатационной документации. Проверяемый анализатор в комплекте с ГП, датчиком температуры и электродами подготавливают к работе в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации на выбранную модель анализатора.

5.3 Контрольные растворы готовят, как указано в инструкции в приложении. Растворы готовят непосредственно перед проведением измерений.

## **6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### **6.1 Внешний осмотр**

При проведении внешнего осмотра проверяют визуально:

- комплектность анализатора (ИП, электроды, соединительные провода) в соответствии с РЭ;
- наличие в РЭ на анализатор его метрологических характеристик;
- наличие автономного источника питания для АН-7102;
- целостность корпусов, электродов, соединительных проводов (кабелей), отсутствие механических повреждений, препятствующих нормальному функционированию анализатора;
- чистоту и целостность соединителей и гнезд;
- четкость и правильность маркировки в соответствии с РЭ (обозначение анализатора, наименование или товарный знак предприятия – изготовителя, заводской номер, обозначение переключателей, соединителей, гнезд, зажимов).

Анализаторы, имеющие дефекты, которые затрудняют эксплуатацию, бракуют и к дальнейшей проверке не допускают.

### **6.2 Опробование.**

6.2.1 В соответствии с РЭ проверяют функционирование анализатора в различных режимах работы. При изменении положения переключателей диапазонов (пределов) измерений и режимов работы и при возвращении их в исходное положение показания прибора должны восстанавливаться.

6.2.2 В соответствии с указаниями РЭ проверяют электрическое сопротивление изоляции цепей ИП, проверка производится при отключенном электропитании мегомметром между корпусом (клемма заземления) и контактами выходных разъёмов, а также между нормально-разомкнутыми контактами исполнительных реле. Сопротивление изоляции должно быть не менее 20 МОм.

6.2.3 Анализаторы, результаты опробования которых не соответствуют требованиям РЭ, бракуют и к дальнейшей проверке не допускают.

### **6.3 Подтверждение соответствия ПО**

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из определения номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии программного обеспечения доступен через несколько секунд после включения анализатора. Подтверждение можно считать успешным, если номер версии совпадает с номером, указанным в описании типа.

### **6.4 Определение основной абсолютной погрешности измерения pNa анализатора.**

6.3.1 Основную абсолютную погрешность измерения pNa определяют в режиме ручной или автоматической термокомпенсации в условиях, оговоренных в разделе 4.

6.4.2 Операции по настоящему подразделу проводят с использованием контрольных растворов, приготовленных в соответствии с методикой, приведенной в приложении В.

6.4.2.1 Определение основной абсолютной погрешности измерения pNa выполняют в трех точках диапазона при значениях pNa анализируемой жидкости равным 5,36 pNa, 5,66 pNa и 4,36 pNa путем сравнения результатов измерений и приписанными значениями pNa контрольных растворов.

6.4.2.2 Измерения проводят в следующей последовательности:

- заполняют калибровочные полиэтиленовые бачки контрольными растворами;
- проводят измерения на каждом растворе и фиксируют значения  $p\text{Na}$ ;

6.4.2.3 Основную абсолютную погрешность  $\Delta p\text{Na}$  определяют по разности между измеренным и приписанными значениями  $p\text{Na}$  по формуле:

$$\Delta p\text{Na} = p\text{Na изм} - p\text{Na к}; \quad (1)$$

где  $p\text{Na изм}$  — измеренное анализатором значение  $p\text{Na}$  контрольного раствора;

$p\text{Na к}$  — значение  $p\text{Na}$  в контрольном растворе.

6.4.3 Если для каждого выбранного контрольного раствора значение  $\Delta p\text{Na}$ , рассчитанное по формуле (1), не превышает основной абсолютной погрешности измерений, указанной в РЭ, анализатор признают пригодным к дальнейшему проведению поверки. В противном случае измерения повторяют на свежеприготовленных контрольных растворах. Если при повторных измерениях погрешность не соответствует требованиям РЭ, анализатор считают не прошедшим поверку.

## 6.5 Определение основной абсолютной погрешности измерения температуры контролируемой среды анализатора.

6.5.1 Определение основной абсолютной погрешности измерения температуры выполняют в трех точках диапазона измерения 5, 20, 50 °C путем сравнения результатов измерений температуры жидкости анализатором и показаний термометром ТЛ-4.

6.5.2 Измерения проводят в следующей последовательности:

- датчик температуры анализатора и термометр помещают в термостат с заданной температурой;
- после установления показаний проводят измерения на каждом контрольном значении температуры и фиксируют значения для каждой температуры.

6.5.3 Основную абсолютную погрешность анализатора при измерении температуры  $\Delta t$  определяют по разности между измеренным и эталонным значениями температуры по формуле:

$$\Delta t = t \text{ изм} - t \text{ к}; \quad (2)$$

где  $t \text{ изм}$  — измеренное анализатором значение температуры контрольного раствора;

$t \text{ к}$  — показания термометра ТЛ-4.

6.5.4 Если основная абсолютная погрешность, рассчитанный по формуле (2), не превышает основной абсолютной погрешности измерений, указанной в РЭ, анализатор признают пригодным к дальнейшему проведению поверки. В противном случае измерения повторяют.

Если при повторных измерениях погрешность не соответствует требованиям РЭ, анализатор считают не прошедшим поверку.

## 6.6 Определение основной абсолютной погрешности измерения pH.

6.6.1 Определение основной абсолютной погрешности измерения pH выполняют по рабочим эталонам pH 2-го разряда ГОСТ 8.135 или стандарт-титр для приготовления рабочих эталонов pH 2 и 3 разрядов № Госреестра 31193-06. Контрольные растворы на основе стандарт-титров готовят в соответствии с инструкцией на стандарт-титры. Проводят градуировку по двум растворам pH 6,86 и pH 9,18. Готовят контрольный раствор pH 10,00.

6.6.2 Измерения проводят в следующей последовательности:

- погружают электрод pH в стакан с раствором рабочего эталона pH (10,00 pH);
- проводят три измерения и фиксируют значения pH.

6.6.3 Основную абсолютную погрешность измерения  $\Delta \text{pH}$  определяют по разности между измеренным и приписанными значениями pH по формуле:

$$\Delta \text{pH} = \text{pH изм} - \text{pH к}; \quad (3)$$

$\text{pH изм}$  — измеренное анализатором значение pH раствора;

$\text{pH к}$  — приписанное значение pH эталонного раствора.

## **7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ**

7.1 При проведении поверки необходимо вести протокол поверки по форме, приведенной в приложении А.

7.2 Результаты поверки считаются положительными, если анализатор удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки.

7.3 Положительные результаты поверки оформляются записью в паспорте на анализатор результата и даты поверки. При этом запись должна быть удостоверена клеймом.

7.4 Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие анализатора хотя бы одному требованию настоящей методики поверки.

7.5 Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности и внесением соответствующей записи в паспорт на анализатор.

Приложение А  
(рекомендуемое)  
Протокол поверки

1 Поверяемый прибор: анализатор натрия промышленный АН-71ХХ

№ \_\_\_\_\_, выпущенный (отремонтированный) \_\_\_\_\_

дата выпуска или ремонта

\_\_\_\_\_, принадлежащий \_\_\_\_\_

предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие  
организации

наименование

2. Условия поверки: температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_<sup>0</sup>С;  
атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;  
относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

3. Сведения о средствах поверки (№ партии, срок годности стандарт титра) \_\_\_\_\_

4 Результаты поверки

| Операции поверки  | Допускаемое значение параметра   | Установленное значение параметра по результатам поверки |
|---|--|---|
| 1 Внешний осмотр  | 1 Маркировка четкая и полная<br>2 Комплектность полная<br>3 Дефекты корпуса отсутствуют  |   |
| 2 Опробование   | 1 Работает световая индикация включения анализатора<br>2 Работает звуковая сигнализация исправности<br>3 Высвечиваются положительные результаты проверки |   |
| 3 Подтверждение соответствия ПО   | Номер версии ПО соответствует номеру, указанному в описании типа   |   |
| 4 Определение основной абсолютной погрешности в диапазонах:<br>pNa<br>T<br>pH |  |   |

На основании результатов поверки внесена запись в паспорт (выдано извещение о непригодности № \_\_\_\_\_ )

Поверитель \_\_\_\_\_ Дата поверки “ \_\_\_\_ ” 20 \_\_\_\_ г.

## Приложение В

### МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ pNa

2,36 pNa – 100 мг/л  
4,36 pNa – 1000 мкг/л  
5,36 pNa — 100 мкг/л  
5,66 pNa — 50 мкг/л

Для приготовления калибровочных растворов используется только деионизированная или бидистиллированная вода с удельной электропроводностью не более 0,08 мкСм/см по ГОСТ Р 52501-2005 (или конденсат турбин).

#### 1. Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией ионов натрия 10,0 мг/дм<sup>3</sup> (3,36 pH).

Из раствора, содержащего 1000 мг/дм<sup>3</sup> натрия (ГСО 8062-8064) взять 10 см<sup>3</sup> пипеткой (здесь и далее пипетки типа 2-1-2-10 и 2-2-1-100, ГОСТ 1770-74) и перенести его в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Долить в колбу обессоленную воду, недоливая до метки 1...3 см. Термостатировать колбу при температуре (20±1) °C не менее 0,5 ч. Довести объем раствора обессоленной водой до метки, закрыть пробкой и тщательно перемешать. Перелить раствор в стеклянную или полиэтиленовую (полипропиленовую) емкость с плотно закрывающейся крышкой. Срок хранения раствора - не более 6 мес.

#### 3 Приготовление раствора с массовой концентрацией ионов натрия 1,0 мг/дм<sup>3</sup> (pNa = 4,36)

Для приготовления раствора нужно в мерную емкость поместить 100 см<sup>3</sup> исходного раствора с массовой концентрацией ионов натрия 10,0 мг/дм<sup>3</sup>. Добавляя обессоленную воду порциями и тщательно перемешивая, довести объем раствора до 1 дм<sup>3</sup>.

#### 4 Приготовление раствора с массовой концентрацией ионов натрия 100 мкг/дм<sup>3</sup> (pNa = 5,36)

Для приготовления раствора нужно в мерную емкость поместить 10 см<sup>3</sup> исходного раствора с массовой концентрацией ионов натрия 10,0 мг/дм<sup>3</sup>. Добавляя обессоленную воду порциями и тщательно перемешивая, довести объем раствора до 1 дм<sup>3</sup>.

Приготовление градуировочных растворов требует высокой аккуратности и чистоты помещений. Для приготовления градуировочных растворов можно использовать только полиэтиленовую или полипропиленовую посуду.

Приготовленные градуировочные растворы не следует хранить более 2-х суток.