

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ
Генеральный директор
ФНТЦ «Инверсия»



Б.С.Пункевич

2008 г

ФОТОМЕТР ПЛАМЕННЫЙ PFR7

фирма-изготовитель Jenway Ltd., Великобритания

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

лр 22558-02

Настоящая методика поверки распространяется на фотометр пламенный PFP 7 (далее - фотометр) фирмы-изготовителя Jenway Limited, Великобритания и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки.

Фотометр предназначен для измерения массовой концентрации натрия и калия в жидких средах.

Межповерочный интервал – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики
1. Внешний осмотр	6.1
2. Опробование	6.2
3. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности фотометра	6.3

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться:

- государственный стандартный образец состава водного раствора ионов натрия (ГСО 8062-94) с погрешностью аттестованного значения не более $\pm 1,0\%$;
- государственный стандартный образец состава водного раствора ионов калия (ГСО 8092-94) с погрешностью аттестованного значения не более $\pm 1,0\%$;
- колбы мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью 50, 100, 200 см³, 2 класса точности;
- пипетки, градуированные по ГОСТ 29227-91 вместимостью 5, 10, 25 см³, 2 класса точности;
- пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169-91 вместимостью 1, 10, 20, 25 см³, 2 класса точности;
- термометр ртутно-стеклянный лабораторный по ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 50 °С с ценой деления шкалы 1 °С;
- вода деионизованная с удельным сопротивлением 17,7 МОм/см.

Примечание. Допускается применение других средств с техническими характеристиками не хуже указанных.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены рабочие условия эксплуатации фотометра, а именно:

- | | |
|---------------------------------------|-------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 35; |
| - относительная влажность воздуха, % | до 80; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84,0 до 106,7; |
| - электрическое питание: | |
| - напряжение, В | от 187 до 242; |
| - частота, Гц | от 49 до 51. |

- 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 4.1 При проведении поверки должны выполняться требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации фотометра, требования по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019-79 и требования безопасности при работе с баллонами в соответствии с утвержденными Госгортехнадзором 27.11.87 правилами устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

- 5.1 Изучить раздел 4 руководства по эксплуатации фотометра.
- 5.2 Приготовить из ГСО состава водных растворов ионов натрия (ГСО 8062-94) и калия (ГСО 8092-94) градуировочные растворы (РГ) и растворы для поверки (РП) в соответствии с методикой, приведенной в приложении А.
- 5.3 Включить фотометр и дать ему прогреться в течение 15 мин. опустив всасывающую трубку фотометра в емкость (кювету) с деионизованной водой.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

- 6.1 Внешний осмотр
При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие поверяемого фотометра следующим требованиям:
- комплектность должна соответствовать руководству по эксплуатации;
 - на задней панели корпуса фотометра должен быть заводской номер и наименование фирмы-изготовителя;
 - не должно быть дефектов корпуса и органов управления.
- 6.2 Опробование
Для опробования фотометра необходимо после его включения убедиться в наличии пламени, о чем свидетельствует появление на цифровом табло надписи **FLM**. Опустить всасывающую трубку фотометра в емкость (кювету) с деионизованной водой и через 15 мин ручкой **BLANK**, расположенной на передней панели, установить нуль прибора. Показания на дисплее должны быть не более 1÷2 условных единиц (усл. ед.).
- 6.3 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности фотометра
- 6.3.1 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности фотометра проводить на растворах для поверки (РП), приготовленных по 5.2.
Все данные, полученные для определения с помощью калибровочных графиков концентраций ионов (РП), должны быть определены путём осреднения, не менее чем 10 показаний прибора снимаемых через каждые 20 сек.
- 6.3.2 Установить в соответствии с разделом 4.2 руководства по эксплуатации фотометра оптимальный режим горения пламени.
Переключателем **FILTER SELECT** ввести светофильтр, соответствующий режиму определения содержания натрия.
- 6.3.3 Провести градуировку фотометра по градуировочному раствору РГ1.
Опустить всасывающую трубку фотометра в кювету с деионизованной водой (холостой раствор) и ручкой **BLANK** установить нуль прибора (показание на дисплее 000). Опустить всасывающую трубку в кювету с РГ1, ручку грубой настройки чувствительности **SENSITIVITY coarse** установить в положение **coarse III** и ручкой точной настройки чувствительности **SENSITIVITY fine** установить на дисплее показание 200.

Еще раз проверить установку нуля по холостому раствору и при необходимости подрегулировать нуль прибора. Построить график градуировочной зависимости показаний прибора от массовой концентрации натрия в растворах в виде прямой линии, проходящей через начало координат.

6.3.4 Провести измерение массовой концентрации натрия в РП1.

Опустить всасывающую трубку в кювету с РП1 и после установления показаний провести отсчет показаний на дисплее. По градуировочной зависимости найти измеренное значение массовой концентрации натрия в растворе C , мг/дм

6.3.5 Провести градуировку фотометра по градуировочным растворам РГ2 - РГ4.

Опустить всасывающую трубку фотометра в кювету с деионизованной водой и ручкой **BLANK** установить нуль прибора. Опустить всасывающую трубку в кювету с РГ2, повернуть ручку **SENSITIVITY coarse** на одно деление влево (**coarse II**) и ручкой **SENSITIVITY fine** установить на дисплее показание 200. Еще раз проверить установку нуля по холостому раствору и при необходимости подрегулировать нуль прибора. Опустить всасывающую трубку последовательно в кювету с растворами РГ3 и РГ4, проверяя и при необходимости регулируя нуль прибора по холостому раствору после каждого измерения, и зафиксировать показания на дисплее. По полученным данным построить градуировочную зависимость показаний прибора от массовой концентрации натрия в растворах, соединяя точки графика прямыми линиями.

6.3.6 Провести измерения массовой концентрации натрия в РП2 и РП3.

Опустить всасывающую трубку последовательно в кювету с РП2 и РП3, проверяя и при необходимости регулируя нуль прибора по холостому раствору после каждого измерения, и после установления показаний провести отсчет показаний на дисплее. По градуировочной зависимости найти измеренные значения массовой концентрации натрия в растворах C , мг/дм³.

6.3.7 Переключателем **FILTER SELECT** ввести светофильтр, соответствующий режим определения содержания калия, по методике п. 6.3.3 провести градуировку фотометра по градуировочному раствору РГ5 и построить график градуировочной зависимости показаний прибора от массовой концентрации калия в растворах в виде прямой линии, проходящей через начало координат.

6.3.8 Провести измерение массовой концентрации калия в РП4.

Опустить всасывающую трубку в кювету с РП4 и после установления показаний провести отсчет показаний на дисплее. По градуировочной зависимости найти измеренное значение массовой концентрации калия в растворе C , мг/дм³.

6.3.9 По методике п. 6.3.5 провести градуировку фотометра по градуировочным растворам РГ6 - РГ8 и по полученным данным построить градуировочную зависимость показаний прибора от массовой концентрации калия в растворах, соединяя точки графика прямыми линиями.

6.3.10 По методике п. 6.3.6 провести измерения массовой концентрации калия в растворах РП5, РП6 и по градуировочной зависимости найти измеренные значения массовой концентрации калия в растворах C , мг/дм .

Примечание. Результаты измерений массовой концентрации натрия и калия в растворах можно определить, пользуясь аналитическими выражениями градуировочной зависимости:

- для градуировочных графиков, построенных по РГ1, РГ5:

$$C_{\text{изм}} = A \cdot X_{\text{изм}}; \quad A = C_{1(5)} / X_{1(5)}; \quad (1)$$

- для градуировочных графиков, построенных по РГ2 - РГ4, РГ6 - РГ8:

$$C_{\text{изм}} = A \cdot X_{\text{изм}} + B; \quad A = (C_i - C_{i-1}) / (X_i - X_{i-1}); \quad B = C_{i-1} - X_{i-1} \cdot (C_i - C_{i-1}) / (X_i - X_{i-1}); \quad (2)$$

где $X_{\text{изм}}$ - осреднённые 10 показаний фотометра, снятые с интервалом 20 сек., усл. ед.;

$C_{\text{изм}}$ - соответствующие показаниям фотометра $X_{\text{изм}}$ результаты измерений массовой концентрации натрия (калия) в РП, мг/дм³;

$C_{1(5)}$ - действительные значения массовой концентрации натрия (калия) в градуировочных растворах РГГ (РГ5), мг/дм³;

C_i, C_{i-1} - действительные значения массовой концентрации натрия (калия) в градуировочных растворах РГ2 - РГ4, (РГ6 - РГ8), соответствующие двум точкам графика, соединенным прямой линией, мг/дм³;

$X_{1(5)}$ - показания фотометра, соответствующие действительным значениям массовой концентрации натрия (калия) в градуировочных растворах РГ1 (РГ5), усл. ед.

X_i, X_{i-1} - показания фотометра, соответствующие действительным значениям массовой концентрации натрия (калия) в градуировочных растворах РГ2 - РГ4, (РГ6 - РГ8), усл. ед.

6.3.11 Для каждого результата измерений РП рассчитать абсолютную погрешность фотометра Δ , мг/дм³, по формуле

$$\Delta = C_{\text{изм}} - C_{\text{д}}, \quad (3)$$

где $C_{\text{изм}}$ - результат измерения массовой концентрации натрия или калия в РП, мг/дм³;

$C_{\text{д}}$ - действительное значение массовой концентрации натрия или калия в РП, мг/дм³.

Значения абсолютной погрешности для всех результатов измерений по абсолютной величине не должны превышать значений:

- при измерении массовой концентрации натрия и калия C :
 - от 0,5 до 5,0 мг/дм³ - $(0,03C + 0,5)$ мг/дм³;
 - свыше 5,0 мг/дм³ - $0,04 C$ мг/дм³.

6.3.12 Определение диапазона измерений проводить одновременно с определением абсолютной погрешности фотометра.

Диапазон измерений составляет от 0,5 до 1000 мг/дм³ по натрию и от 0,5 до 400 мг/дм³ по калию, если значения абсолютной погрешности соответствуют требованиям п. 6.3.11.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

- 7.1 При проведении поверки необходимо вести протокол поверки. Форма протокола приведена в приложении Б.
- 7.2 Результаты поверки считаются положительными, если фотометр удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки.
- 7.3 Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке установленной формы по ПР50.2.006-94.
- 7.4 Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие фотометра хотя бы одному требованию настоящей методики поверки.
- 7.5 Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности по ПР50.2.006-94.

Главный метролог

ГЦИ СИ ОАО ФНТЦ «Инверсия»



Н.В.Ильина

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ГРАДУИРОВКИ И ПОВЕРКИ

А. 1 Растворы для градуировки (РГ) и поверки (РП) готовят перед их использованием из ГСО состава водных растворов натрия и калия с номинальными значениями массовой концентрации натрия или калия 1,0 г/дм³. В мерную колбу, заполненную на 0,5 объема деионизованной водой, вносят аликвоту ГСО, объем в колбе доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

А.2 Приготовление растворов для градуировки и поверки проводят в соответствии с таблицей А1.

Таблица А. 1

Раствор	Аликвота ГСО, см ³	Вместимость мерной колбы, см ³	Номинальное значение массовой концентрации ионов натрия или калия в растворе, мг/дм ³
Водные растворы ионов натрия (приготавливают из ГСО 8062-94)			
РГ1	1,0	200	5,0
РГ2	20	50	400
РГ3	30	50	600
РГ4	25	без разбавления	1000
РП1	0,5	200	2,5
РП2	25	50	500
РП3	40	50	800
Водные растворы ионов калия (приготавливают из ГСО 8092-94)			
РГ5	1,0	200	5,0
РГ6	15	100	150
РГ7	25	100	250
РГ8	20	50	400
РП4	0,5	200	2,5
РП5	10	50	200
РП6	35	100	350

Примечание. Действительное значение массовой концентрации натрия или калия в РГ и РП рассчитывают с учетом аттестованного значения в соответствии с инструкциями по применению ГСО

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1. Поверяемый прибор: фотометр пламенный PFP7 фирмы Jenway Limited
№ _____, выпущенный (отремонтированный) _____
дата выпуска или ремонта _____

_____, принадлежащий _____
предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие _____ наименование организации _____

2. Результаты поверки

Наименование операции	Допускаемое значение параметра	Установленное значение параметра по результатам поверки	Заключение о пригодности (годен, не годен)
1. Внешний осмотр	Комплектность соответствует руководству по эксплуатации. Заводской номер имеется. Дефекты корпуса отсутствуют	(Соответствует, не соответствует)	
2. Опробование 2.1 Наличие пламени и световой индикации FLM 2.2 Установка нуля прибора	1. На дисплее появляется надпись FLM 2. Ноль прибора устанавливается		
3. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности. фотометра: - 3.1 Предел абсолютной погрешности Δ , мг/дм ³ : - 3.1.1. при измерении массовой концентрации С натрия или калия от 0,5 до 5,0 мг/дм ³ - 3.1.2. при измерении массовой С концентрации натрия свыше 5,0 до 1000 мг/дм ³ - 3.1.3 при измерении массовой С концентрации калия свыше 5,0 до 400 мг/дм ³ - 4. Диапазон измерений: - 4.1. по натрию, мг/дм ³ - 4.2. по калию, мг/дм ³	$\pm (0,03 C + 0,5)$ $\pm 0,04 C$ $\pm 0,04 C$ от 0,5 до 1000 от 0,5 до 400		

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности).

№ _____

Поверитель _____

Дата поверки “___” _____