

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ

Заместитель генерального директора

ФБУ «Ростест-Москва»

А.С. Евдокимов



16

(ГЦИ СИ) «22» февраля 2013 г.

«Анализаторы влажности кулонометрические модели 899 Coulometer»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП РТ 1870-2013

Москва
2013

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы влажности кулоно-метрические модели 899 Coulometer, фирмы «Metrohm AG», Швейцария (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п.п	Наименование операции	Номер пункта документа по методике	Проведение операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр	6.1.	Да	Да
2.	Опробование	6.2.	Да	Да
3.	Определение метрологических характеристик: Определение относительной погрешности анализаторов и среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО) при измерении содержания воды по методу Карла Фишера.	6.3.	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки необходимо применять следующие средства поверки:

- весы лабораторные класса точности специальный по ГОСТ 24104-2001 с пределом взвешивания 200 г;
- ГСО 9233-2008 «СО массовой концентрации воды в органической жидкости (МТ-HWS-1.0)».

2.2 Средства измерений, используемые для поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО должны иметь действующие паспорта.

2.3 Допускается применение других средств поверки по классу точности не ниже предусмотренных методикой и допущенных к применению в установленном порядке.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реагентами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021, а 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 при работе с анализаторами в соответствии с прилагаемыми инструкциями. Организацию обучения персонала работающего по безопасности труда с анализаторами производят по ГОСТ 12.0.004.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | 25±3; |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 60; |
| - атмосферное давление, кПа | 84 ... 106; |
| - напряжение питающей среды, В | 220±22. |

Режимные параметры устанавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации в зависимости от выбранного режима титрования.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные операции:

- после доставки анализатора на поверку его выдерживают в помещении не менее 3 часов;
- в соответствии с руководством по эксплуатации производят сборку системы и модулей;
- включают анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации, и прогревают в течение не менее 30 мин.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого анализатора следующим требованиям:

- комплектность анализатора, и маркировка должны соответствовать требованиям руководства по эксплуатации;
- анализатор должен быть чистым, без следов коррозии;
- анализатор не должен иметь повреждений, влияющих на его работоспособность.

6.2 Опробование.

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

Определить идентификационные характеристики ПО. При включении прибора на управляющем устройстве отображаются его идентификационные данные – номер версии прибора, который должен соответствовать версии 5.899.0010.

6.3 Определение метрологических характеристик.

Определение относительной погрешности титрования и среднего квадратического отклонения результата измерений (СКО) при титровании методом Карла Фишера.

Для поверки используется методика определения массовой концентрации воды в стандартном образце (ГСО 9233-2008).

Соберите прибор в соответствии с руководством по эксплуатации, в зависимости от типа генераторного электрода, залейте рабочие растворы: для генераторного электрода без диафрагмы (один реактив) залейте анолит в титровальную ячейку, для генераторного электрода с диафрагмой, используются два реагента, католит залейте в электрод, а анолит в титровальную ячейку. Включите программу предтитрования. Работу можно начинать при стабилизации работы прибора.

Для определения относительной погрешности титрования и случайной составляющей погрешности используют ГСО 9322-2008 «Стандартный образец массовой концентрации воды в органической жидкости (МТ-HWS-1.0)». Вскройте ампулу. Промойте шприц образцом. Наберите в шприц весь объем образца. Шприц взвешивают на аналитических весах с точностью до 4 знака. С помощью шприца с длинной иглой вводят в ячейку по 0,5...1,0 мл образца. Массу дозируемого объема определяют на весах как разность показаний массы до и после дозирования.

Проводят не менее 7 измерений определения массовой доли воды. Результат измерений записывают с точностью до четвертой значащей цифры. Полученные результаты отображаются на дисплее управляющего устройства.

Относительная погрешность анализатора рассчитывается по формуле:

$$\sigma = \frac{(\bar{W} - W)}{W} \times 100, \%$$

где W - содержание воды в анализируемом образце, масс. доля, % (ppm);

\bar{W} - среднее значение массовой доли воды, полученного в результате измерений, масс. доля, % (ppm).

Относительная погрешность анализатора не должна превышать $\pm 3,0 \%$.

Случайную составляющую погрешности определяют по результатам измерений как относительное среднее квадратическое отклонение результатов единичного измерения, и рассчитывают по формуле:

$$CKO = \frac{1}{\bar{W}} \times \sqrt{\frac{\sum (W - \bar{W})^2}{(n-1)}} \times 100 \%,$$

где $\bar{W} = \frac{\sum W_i}{n}$, где n - число измерений

Случайная составляющая погрешности не должна превышать 1,5 %.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 На анализаторы влажности кулонометрические модели 899 Coulometer, прошедшие поверку с положительным результатом, выдается свидетельство о поверке установленной формы.

7.2 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причин непригодности, а анализаторы влажности кулонометрические 899 Coulometer не допускается к применению.

Начальник лаборатории поверки
и испытаний оптико-физических
и физико-химических СИ №448

В.В. Рыбин

Инженер по метрологии второй категории
Лаб.№ 448 ФБУ "Ростест-Москва"

Ю.А.Иванова