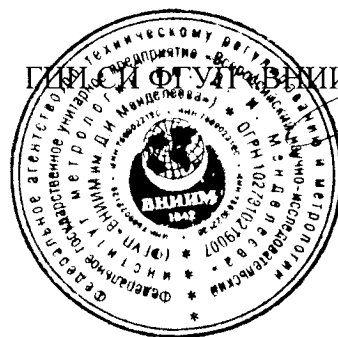




УТВЕРЖДАЮ

Руководитель

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

Н.И. Ханова

"22" февраля 2011 г.

Титраторы автоматические кулонометрические серии МКС

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1075-2011

Руководитель отдела

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

Л.А. Конопелько

Инженер-метролог

А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2011

1.1. Настоящая методика распространяется на титраторы автоматические кулонометрические серии МКС, изготавливаемые «Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd», Япония и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Данная методика распространяется на все титраторы автоматические кулонометрические серии МКС, в том числе выпущенные ранее.

Межповерочный интервал - 1 год

1. Операции поверки

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

№	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			первичной	периодической
1.	Внешний осмотр, проверка комплектности	7.1.	да	да
2.	Опробование и проверка общего функционирования	7.2.	да	да
3.	Определение метрологических характеристик	7.3.	да	да

2. Средства поверки

- 1). Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- 2). Весы лабораторные аналитические специального класса точности с пределом взвешивания 210 г по ГОСТ 24104-2001;
- 3). Шприц, обеспечивающий дозирование в ячейку навески 10 мг;

Примечание: допускается применение других средств поверки, допущенных к применения в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

3. Условия поверки

3.1. При проведении поверки должны выполняться следующие условия:

температура окружающего воздуха в помещении	$(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$
относительная влажность воздуха	не более 80%
атмосферное давление	не более 107 кПа
напряжение питания переменного тока	$(220 \pm 5)\text{В}$
частота переменного тока	$(50 \pm 5)\text{Гц}$

3.3. Установка и подготовка титратора к поверке, подключение соединительных линий, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с «Руководством по эксплуатации» (далее РЭ).

4. Требования безопасности

4.1. Требования безопасности изложены в РЭ и в "Правилах технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г.

5. Требования к квалификации поверителей

- 5.1. К проведению измерений по поверке допускаются лица:
- имеющие опыт работы с электронными средствами измерений;
 - изучившие техническое описание поверяемого прибора и методику поверки конкретного типа прибора;

- прошедшие обучение в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже 1, согласно "Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12 1984г.

6. Подготовка к поверке

Перед проведением поверки титраторов следует выполнить следующие подготовительные операции.

6.1. Произвести профилактику ячейки для титрования: удалить реагенты и остатки анализируемого продукта, промыть ячейку в соответствии с РЭ.

6.2. Собрать ячейку в соответствии с требованиями РЭ. Залить свежие реагенты КФ.

6.3. Установить результат измерения в мг воды, время перемешивания равное 15 с., время ожидания равное 5 с. и запустить программу титрования: титратор переходит в режим «Предтитрование», в результате выполнения которой вода, попавшая в ячейку с влажным воздухом или поглощенная растворителем, вступает в реакцию и расходуется. После достижения заданного уровня величины дрейфа (Stable) программа переходит в режим ожидания и готовности к проведению измерений. Если небольшой приток воздуха из окружающей среды увеличит величину дрейфа сверх заданной, режим предтитрования включится автоматически для его компенсации.

7. Проведение поверки

7.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие измерителя следующим требованиям:

- Наличие эксплуатационной документации на русском языке;
- Соответствие комплектности прибора спецификации;
- Отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия;
- Целостность показывающих приборов;
- Надписи и обозначения на приборе должны быть четкими и соответствовать технической документации фирмы-изготовителя;
- Прибор должен размещаться на рабочей поверхности стола в соответствии с Руководством по эксплуатации.

7.2. Опробование и проверка общего функционирования титраторов

Опробование прибора происходит в автоматическом режиме. В случае успешного самотестирования после включения на дисплее появится главное меню программы управления прибором. В случае, если прибор не прошел тестирование, на дисплее появится сообщение об ошибке.

7.3. Определение метрологических характеристик

7.3.1. Определение относительной погрешности проводят по результатам измерений массы введенной воды. Шприц промывают дистиллированной водой не менее трех раз через иглу, поочередно заполняя и опорожняя шприц. Заполняют водой, движением поршня вытесняют пузырьки воздуха из шприца и иглы и накалывают кусочек резиновой септы (стопор) на конец иглы во избежание потерь при переноске. Шприц со стопором взвешивают с погрешностью $\pm 0,1$ мг. Нажимают клавишу «Старт», освобождают иглу от стопора и вводят ее в ячейку через септу.

Проводят анализ, шприц вынимают из ячейки, надевают стопор на конец иглы и снова взвешивают. Массу введенной воды определяют как разницу показаний весов до дозирования и после. Считывают с дисплея результат титрования результат в мг оттитрованной воды. Проводят по два измерения с навесками воды 10 и 50 мг.

7.3.2. Относительную погрешность титратора вычисляют по формуле (1).

$$\delta = \frac{m_{\text{изм}} - m_{\text{введ}}}{m_{\text{введ}}} \times 100 \%, \text{ где:} \quad (1)$$

$m_{\text{изм}}$ – результат измерения прибора, мг;

$m_{\text{введ}}$ – измеренная весовым методом масса введенной воды, мг.

Титратор считается выдержавшим поверку, если относительная погрешность каждого измерения не превышает $\pm 3,0 \%$.

7.3.3. Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности проводят по результатам пяти измерений массовой концентрации воды в поверочном растворе по Приложению 2. Устанавливают результат измерения в %. Шприц промывают поверочным раствором не менее трех раз, поочередно заполняя и опорожняя шприц через иглу. Набирают полный шприц, движением поршня вытесняют пузырьки воздуха из шприца и иглы и накалывают кусочек резиновой септы (стопор) на конец иглы во избежание потерь при переноске. Шприц со стопором взвешивают с погрешностью $\pm 0,1$ мг. Нажимают клавишу «Старт», освобождают иглу от стопора и вводят ее в ячейку через септу. Проводят анализ, шприц вынимают из ячейки, надевают стопор на конец иглы и снова взвешивают. Вводят в прибор массу шприца до и после ввода образца и получают результат титрования в %. Рекомендуемый объем поверочного раствора для проведения одного измерения 0,5 мл.

Вычисление относительного СКО случайной составляющей погрешности титратора производят по формуле (2):

$$S_r = \frac{100}{C_{\text{средн}}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - C_{\text{средн}})^2}{n-1}}, \% \quad (2)$$

где: C_i – результат i -ого измерения, %;

$C_{\text{средн}}$ – среднее арифметическое значение результатов « n » измерений массы воды, введенной в ячейку, %;

n – число измерений = 5.

Полученное значение относительного СКО случайной составляющей погрешности не должно превышать 1,5%.

8. Оформление результатов поверки

8.1. При проведении поверки работы прибора составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие прибора предъявляемым требованиям.

8.2. Титратор, удовлетворяющий требованиям настоящей инструкции, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке.

8.3. На титратор, признанный не годным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование:

Зав. номер _____

Тип _____

Дата выпуска _____

Представлен _____

Поверка проводится согласно документу МП 242-1075-2011 «Титраторы автоматические кулонометрические серии МКС. Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ ФГУП ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» 22 февраля 2011 г.

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С

- атмосферное давление, кПа

- относительная влажность, %

Средства поверки:

Результат определения метрологических характеристик

Таблица 1

№ п/п	$m_{\text{изм}}$, мг	$m_{\text{введ}}$, мг	Относительная погрешность, %

Таблица 2

№ п/п	Результат определения массовой доли воды в поверочном растворе, %
СКО, %	

Относительная погрешность и СКО титратора не превышает (превышает) нормируемых значений, приведенных в описании типа.

Заключение _____

Подпись поверителя _____

Дата _____

Приложение 2

Методика приготовления поверочного раствора

Поверочный раствор готовят весовым методом на основе реагента Карла Фишера и дистиллированной воды.

1. Для приготовления стандартного раствора используют:

- Реагент Карла Фишера для кулонометрии;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Весы лабораторные аналитические специального класса точности с пределом взвешивания 210 г по ГОСТ 24104-2001;
- Колба с притертой крышкой вместимостью 10 мл;
- Шприц медицинский вместимостью 1 мл и 10 мл.

2. Определяют остаточную концентрацию воды в реагенте Карла Фишера. Вводят навеску массой примерно 10 г в проверяемый титратор и фиксируют измеренное значение концентрации. За остаточную концентрацию воды в реагенте Карла Фишера принимают среднее из трех измерений, при этом сходимость полученных результатов не должна превышать 0,05%.

Взвешивают пустую колбу вместимостью 10 мл. Наливают в колбу примерно 8 г реагента Карла Фишера, взвешивают и фиксируют ее массу. С помощью шприца добавляют в колбу примерно 0,08 г дистиллированной воды, взвешивают и фиксируют ее массу. Тщательно перемешивают полученный раствор.

Концентрацию воды в полученном стандартном растворе определяют по формуле:

$$C_{\text{ат}} = \frac{(0,01 * m_{\text{рКФ}} * C + m_{\text{H}_2\text{O}})}{m_{\text{рКФ}} + m_{\text{H}_2\text{O}}} * 100, \%$$

где:

$m_{\text{рКФ}}$ - масса реагента Карла Фишера взятого для приготовления стандартного раствора, г;

C – остаточная массовая доля воды в реагенте Карла Фишера, %;

$m_{\text{H}_2\text{O}}$ – масса дистиллированной воды, введенной в реагент Карла Фишера, г.

3. Относительная погрешность раствора, приготовленного по данной методике, не превышает $\pm 1,0\%$.