



**СОГЛАСОВАНО**

Директор ГЦИ СИ «ЦИКВ»

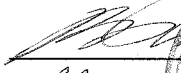
  
\_\_\_\_\_  
Н.П. Ушаков  
« 23. » 04, 2002

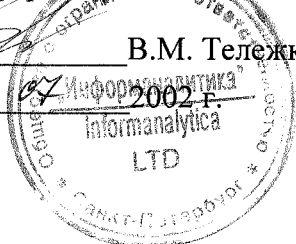


**УТВЕРЖДАЮ**

Директор

ООО «Информаналитика»

  
\_\_\_\_\_  
В.М. Тележко  
« 22 » 04, 2002 г.



**УСТАНОВКА КУЛОНОМЕТРИЧЕСКАЯ  
«КУЛОН»**

**Методика поверки**

**ЛШЮГ.413411.014 Д**

т.р. 25299-03

Санкт-Петербург

2002 г.

Настоящая методика распространяется на установку кулонометрическую «Кулон» и устанавливает методы и средства ее первичной и периодической поверки.

Установка кулонометрическая «Кулон» (далее – установка) предназначена для измерения молярной концентрации ионов тяжелых металлов  $Cd^{+1}$ ,  $Pb^{+2}$ ,  $Cu^{+2}$ ,  $Zn^{+2}$ ,  $Fe^{+3}$ ,  $Ni^{+2}$ ,  $Co^{+2}$ ,  $Hg^{+2}$ ,  $Mn^{+2}$ ,  $Ti^{+4}$ ,  $Sb^{+3}$ ,  $V^{+5}$ ,  $Sn^{+4}$  в стандартных образцах состава водных растворов, в том числе при их аттестации.

Поверка установки осуществляется с периодичностью один раз в два года.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки
1 Внешний осмотр	6.1
2 Опробование	6.2
3 Определение неисключенной относительной систематической погрешности при измерении количества электричества	6.3
4 Определение относительной средней квадратической погрешности среднего арифметического результатов измерений молярной концентрации ионов тяжелых металлов	6.4
5 Определение диапазона измерений молярной концентрации ионов тяжелых металлов в водных растворах	6.5
Примечание – Поверка установки должна производиться с поверенными в установленном порядке нановольтметром В2-38, входящим в состав установки, и встроенными измерительными катушками электрического сопротивления Р321 и Р331	

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться:

- Компаратор напряжений типа Р3003 по ТУ 3.458.100, класса 0,0005;
- Элемент нормальный насыщенный типа НЭ65 по ГОСТ 1954-82, класса 0,005;
- Катушка электрического сопротивления измерительная типа Р321 класса 0,01 с номинальным значением сопротивления 10 Ом;
- Катушки электрического сопротивления измерительные типа Р331 класса 0,01 с номинальными значениями сопротивления 100, 1000 и 10000 Ом;
- Частотомер электронно-счетный типа Ф5041 по ТУ 25-04-2415-74, класса 0,05;
- Весы лабораторные с погрешностью не более 0,0002 г в диапазоне взвешивания до 200 г;
- Термометр лабораторный по ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 55 °С, цена деления 0,1 °С;
- Пикнометр стеклянный номинальной вместимости 10 см<sup>3</sup>;
- Термостат жидкостный типа У-10, диапазон регулирования температуры от 0 до 100 °С с погрешностью ±0,1 °С.

- Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов свинца, №№ по Госреестру 7012-93 и 7014-93  
или:  
государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кадмия, №№ по Госреестру 6690-93 и 6692-93,  
или:  
государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов никеля, №№ по Госреестру 8001-93 и 8003-93,  
или:  
государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов цинка, №№ по Госреестру 8053-94 и 8055-94.
- Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов железа, №№ по Госреестру 8032-94 и 8034-94,  
или:  
государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов ртути, №№ по Госреестру 8004-93 и 8006-93,  
или:  
государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов меди, №№ по Госреестру 7998-93 и 8000-93.

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- |  |                   |
|--|-------------------|
| – температура окружающего воздуха, °С                      | от 18 до 22;      |
| – относительная влажность воздуха без конденсации влаги, % | от 30 до 80;      |
| – атмосферное давление, кПа                                | от 84,0 до 106,7; |
| – электропитание:  |                   |
| – напряжение, В  | 220 +22/-33;      |
| – частота, Гц  | 50 ± 1.           |

### 4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.019-79.

4.2 Кулонометрическую ячейку установки необходимо поместить в вытяжном шкафу и все работы с ней проводить при включенной вытяжке.

4.3 Использованные растворы необходимо сливать в закрытую емкость для их дальнейшей переработки и утилизации.

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Подготовить установку к работе в соответствии с разделом 6 паспорта ЛШЮГ.413411.014 ПС.

5.2 Собрать эквивалент кулонометрической ячейки по схеме, изображенной на рисунке 1.

5.3 Включить установку по 6.4 паспорта ЛШЮГ.413411.014 ПС и прогреть ее в течение 30 мин.

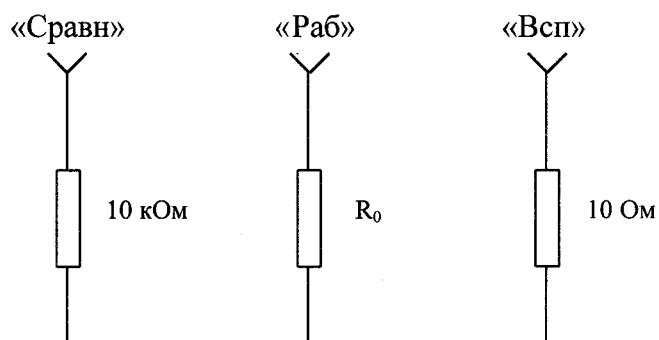


Рисунок 1 – Эквивалент кулонометрической ячейки

- Здесь: -  $R_0$  – катушка электрического сопротивления R321 или R331;  
 - Вывод «Сравн», подсоединен к разьему «Электрометр» потенциостата;  
 - Выводы «Раб» и «Всп», подсоединен к разьему «Выход» потенциостата.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают соответствие комплектности проверяемой установки требованиям раздела 4 паспорта ЛШЮГ.413411.014 ПС.

### 6.2 Опробование

Включить ПЭВМ, загрузить управляющую программу и войти в главное меню программы по 5.3.2 паспорта ЛШЮГ.413411.014 ПС. Проконтролировать на экране монитора вывод главного меню программы и отсутствие свечения индикаторов «Защита» и «Перегрузка» блока потенциостата.

### 6.3 Определение неисключенной относительной систематической погрешности при измерении количества электричества

6.3.1 Соединить проводниками клеммы « $U_1$ » компаратора Р3003 с клеммами встроенной в установку измерительной катушки электрического сопротивления с номинальным значением сопротивления 10 Ом.

6.3.2 Включить в сеть и прогреть в течение 30 мин компаратор Р3003 и частотомер Ф5041.

6.3.3 Откалибровать компаратор Р3003 по нормальному элементу НЭ-65.

6.3.4 На передней панели частотомера Ф5041 выставить следующие положения органов управления:

Метки времени	$10^3$
Род работы	«t»
Время счета	$10^2$
УПТ	1/1
Измерение	«Ручн. внешн.»

6.3.5 Определение неисключенной относительной систематической погрешности проводить для четырех измерений количества электричества при значениях параметров, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Значение $R_0$ , Ом	Значение потенциала, задаваемого программатором, В	Число измерений в периоде	Ширина коридора сравнения, количество периодов	Ориентировочное значение времени интегрирования, с	Номинальное значение количества электричества, регистрируемого ЭВМ, Кл
10	1,0	48	5	1680	16,8
10	0,5	60	2	840	4,2
100	0,5	60	2	840	0,42
1000	0,5	60	2	840	0,042

Примечание – Значение  $R_0$  в эквиваленте кулонометрической ячейки устанавливается подключением катушки электрического сопротивления типа R321 (10 Ом) или R331 (100 и 1000 Ом)

6.3.6 Вводят параметры (по 5.3.2 паспорта ЛШЮГ.413411.014 ПС), обеспечивающие проведение анализа в режиме осаждения:

режим «осаждение»;  
величина сопротивления катушки, Ом 10 для измерений 1 – 3, 100 для измерения 4;

число шагов на участке сравнения из таблицы 2;  
ширина коридора сравнения из таблицы 2;  
значение критерия, мкА 10.

6.3.7 Нажатием клавиши ENTER на ЭВМ осуществить запуск измерений на установке и одновременно нажимают кнопку «Старт» частотомера Ф5041.

6.3.8 В процессе интегрирования по три раза в начале, в середине и в конце измерений измерить компаратором напряжение на встроенной измерительной катушке электрического сопротивления установки и вычислить среднее значение напряжения.

6.3.9 По подаваемому ЭВМ звуковому сигналу об окончании измерений нажать кнопку «Стоп» частотомера Ф5041, зарегистрировать время, прошедшее от начала измерений и значение количества электричества, полученное в ходе интегрирования.

6.3.10 Аналогичным образом провести измерения при других значениях параметров, указанных в таблице 2. Для проведения четвертого измерения соединить проводниками клеммы « $U_1$ » компаратора Р3003 с клеммами встроенной в установку измерительной катушки электрического сопротивления с номинальным значением сопротивления 100 Ом.

6.3.11 Рассчитать неисключенную относительную систематическую погрешность при измерении количества электричества для каждого измерения  $\theta_i$ , %, по формуле

$$\theta_i = \frac{Q - \bar{U}_0 \cdot t_0 / R}{\bar{U}_0 \cdot t_0 / R} \cdot 100 \quad (1)$$

где  $Q$  – измеренное значение количества электричества, полученное в ходе интегрирования на ЭВМ, Кл;

$\bar{U}_0$  – среднее значение напряжения, измеренное компаратором Р3003, В;

$t_0$  – время, измеренное частотомером Ф5041, с;

$R$  – значение сопротивления встроеной катушки по п. 6.3.6, Ом;

$i$  – число измерений ( $i = 4$ ).

Значения  $\theta_i$  для всех четырех измерений должны быть не более  $\pm 0,1 \%$ .

#### 6.4 Определение относительной средней квадратической погрешности среднего арифметического результатов измерений молярной концентрации ионов тяжелых металлов

6.4.1 Относительную среднюю квадратическую погрешность (ОСКП) среднего арифметического результатов измерений молярной концентрации ионов тяжелых металлов определяют по результатам измерений молярной концентрации ионов металлов в пробе из ГСО состава водных растворов ионов металлов. Для измерений молярной концентрации ионов металлов выбирают два типа ГСО, один из которых содержит металл, характеризующийся низким значением потенциала, например, кадмий, свинец, никель или цинк, другой – высоким значением потенциала, например, медь, ртуть или железо.

6.4.2 Измерения молярной концентрации каждого металла выполняют в пробе из ГСО с номинальным значением массовой концентрации ионов металла 0,1 и 1,0 г/дм<sup>3</sup>, приготовленной в соответствии с разделом 8 паспорта ЛШЮГ.413411.014 ПС. Всего для каждого номинала стандартного образца производят не менее пяти параллельных определений содержания ионов металла.

Перед измерениями определяют значение плотности ГСО по методике, аналогичной описанной в ГОСТ 3900-85. Значение плотности ГСО вводят в управляющую программу (по 5.3.2 паспорта ЛШЮГ.413411.014 ПС).

6.4.3 Определение содержания ионов металла в пробе из ГСО проводят в соответствии с разделом 7 паспорта ЛШЮГ.413411.014 ПС.

6.4.4 ОСКП  $S_x$ , %, вычисляют по формуле

$$S_x = \frac{1}{\bar{C}} \sqrt{\frac{(C_i - \bar{C})^2}{n(n-1)}} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $C_i$  – значение молярной концентрации ионов металла в пробе из ГСО, полученное при  $i$ -м измерении, ммоль/дм<sup>3</sup>;

$\bar{C}$  – среднее значение молярной концентрации ионов металла в пробе из ГСО, ммоль/дм<sup>3</sup>;

$n$  – число измерений (не менее пяти).

Значение  $S_x$  должно быть не более 0,35 %.

#### 6.5 Определение диапазона измерений молярной концентрации ионов тяжелых металлов в водных растворах

6.5.1 Определение диапазона измерений молярной концентрации ионов тяжелых ме-

таллов в водных растворах проводят в процессе анализа проб государственных стандартных образцов для определения ОСКП по 6.4.

6.5.2 Критерием принадлежности данной концентрационной точки к диапазону измерений является выполнение условия  $S_x \leq 0,35 \%$ .

Диапазон измерений молярной концентрации ионов тяжелых металлов в водных растворах составляет от 0,400 до 20,0 ммоль/дм<sup>3</sup>, если условие  $S_x \leq 0,35 \%$  выполняется для всех, указанных в 6.4.2, концентрационных точек.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Экспериментальные результаты заносятся в протоколы, подписанные ответственными лицами, участвующими в проведении поверки.

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

7.3 Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке установленной формы по ПР 50.2.006-94.

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

7.5 Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности по ПР 50.2.006-94 с указанием причин.