

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального директора -
заместитель по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов

08 2018 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы ионного состава потенциометрические ПАИС-натрий

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

НЖЮК.421522.005.02 МП

р.п. Менделеево
2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1.	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	3
2.	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	3
3.	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	4
4.	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ	4
5.	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	5
6.	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	7
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	10

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы ионного состава потенциометрические ПАИС-натрий, предназначенные для измерений показателя активности ионов натрия (pNa), массовой концентрации ионов натрия (C_{Na}) и температуры анализируемой жидкости.

Методика поверки устанавливает порядок проведения первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками один год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	4.6.1	да	да
2 Опробование	4.6.2	да	да
3 Определение абсолютной погрешности измерений pNa	4.6.3	да	да
4 Определение относительной погрешности измерений C_{Na}	4.6.4	да	да
5 Определение абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости	4.6.5	да	да
6 Идентификация программного обеспечения	4.7	да	да

1.2 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов и на меньшем числе поддиапазонов измерений, которые используются при эксплуатации по соответствующим пунктам настоящей методики поверки. Соответствующая запись должна быть сделана в эксплуатационных документах и свидетельстве о поверке на основании решения эксплуатирующей организации.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного и вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки
4.4, 5.3.1-5.3.2 5.4.1-5.4.2	Рабочий эталон активности ионов натрия в водных растворах РЭАИ-Na (воспроизводимое значение pNa 1,11; пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения при температуре плюс $(25 \pm 0,1) \text{ } ^\circ\text{C} \pm 0,01$)

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного и вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки
5.5.1-5.5.2	Измеритель температуры прецизионный МИТ 8.03 в комплекте с датчиком температуры ТСПН-5В (пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,01$ °С)
	<i>Вспомогательные средства</i>
5.5.2	Криотермостат жидкостной FT-216-25 (диапазон регулирования температуры от 0 до 100 °С, пределы допускаемой погрешности установления температуры $\pm 0,2$ °С)
5.3, 5.4, 5.5	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
5.3, 5.4	Фильтровальная бумага или марлевые тампоны по ГОСТ 7584-89

2.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

2.3 Все средства измерений, применяемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке установленного образца, а испытательное оборудование – действующие аттестаты установленного образца.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021, а при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019.

3.2 Помещение, в котором осуществляется поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

3.3 Поверители должны быть проинструктированы о мерах безопасности, которые должны соблюдаться при работе с приборами в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам. Обучение поверителей требованиям безопасности труда производят по ГОСТ 12.0.004.

3.4 При работе с сенсорами следует соблюдать осторожность.

3.5 К проведению поверки допускают лиц, имеющих высшее или среднетехническое образование, опыт работы в области аналитической химии, ежегодно проходящих проверку знаний по технике безопасности, владеющих техникой электрохимических измерений и аттестованных в качестве поверителя.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5 ;
- относительная влажность окружающего воздуха при 25 °С, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) от 84 до 106,7 (от 630 до 800);
- температура анализируемой жидкости от 10 до 40 °С;
- питание от однофазной сети переменного тока: 230 ± 23
- напряжение, В 50 ± 1
- частота, Гц 50 ± 1

4.2 Подготовительные работы выполнить в соответствии с руководством по эксплуатации (раздел “Подготовка анализатора к работе”).

4.3 Подготовить средства поверки в соответствии с таблицей 2.

4.4 Подготовить рабочий эталон активности ионов натрия РЭАИ-Na (pNa 1,1, $C_{Na} = 1,78$ г/дм³). Приготовить моноэлементные растворы ионов натрия со значениями pNa 2,05 ($C_{Na} = 205$ г/дм³); pNa 3,02 ($C_{Na} = 22$ г/дм³); pNa 4,01 ($C_{Na} = 2,248$ мг/дм³); pNa 5,00 ($C_{Na} = 230$ мкг/дм³); pNa 6,00 ($C_{Na} = 23$ мкг/дм³), pNa 7,00 ($C_{Na} = 2,3$ мкг/дм³) в соответствии с инструкцией по приготовлению, входящей в комплект поставки рабочего эталона активности ионов натрия РЭАИ-Na.

4.5 Провести градуировку анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (раздел «Градуировка анализатора»).

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

5.1.1 При проведении внешнего осмотра проверить визуально:

- комплектность анализатора в соответствии с РЭ;
- наличие автономного источника питания (при необходимости);
- целостность корпусов, соединительных проводов (кабелей), отсутствие механических повреждений, препятствующих нормальному функционированию прибора;
- чистоту и целостность соединителей и гнезд;
- четкость и правильность маркировки в соответствии с руководством по эксплуатации (обозначение прибора, наименование или товарный знак предприятия-изготовителя, заводской номер, обозначение переключателей, соединителей, гнезд, зажимов).

5.1.2 Анализаторы, имеющие дефекты, затрудняющие эксплуатацию, бракуют.

5.2 Опробование

5.2.1 Проверить функционирование анализатора в режимах работы в соответствии с руководством по эксплуатации. При переключении диапазонов или пределов измерений, а также режима работы, и возвращении их в исходное положение, показания анализатора должны восстанавливаться.

При укомплектовании приборов гальваническими элементами питания дополнительно проверяют работоспособность анализатора при автономном питании.

5.2.2 Анализаторы, у которых результаты опробования не соответствуют требованиям руководством по эксплуатации, бракуют.

5.3 Определение абсолютной погрешности измерений pNa

5.3.1 Поверку проводить в следующей последовательности:

- собрать установку в соответствии (см. рис. 1 и 2 приложения А);
- отмыть обессоленной водой в течение не менее 20 минут;
- в ёмкость 1 (см. рис. 1 и 2 приложения А) залить эталонный раствор с pNa 7,00 и трубку 3 подключить ко входу измерительной камеры. С помощью регулятора 4 установить расход эталонного раствора 20-60 капель в минуту. Включить анализатор;
- выбрать меню «УСТАНОВКА»;
- выбрать режим измерений;
- выбрать измеряемую величину;
- провести измерения и записать в протокол поверки.

5.3.2 Повторить операции п. 5.3.1 с эталонными растворами со значениями pNa 4,01; 3,02.

5.3.3 Абсолютную погрешность измерений pNa определить по формуле (1):

$$\Delta pNa = pNa_{изм} - pNa_{э}, \quad (1)$$

где $pNa_{изм}$ – измеренное анализатором значение pNa эталонного раствора;

$pNa_{э}$ – значение pNa эталонного раствора.

5.3.4 Результаты поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений показателя активности ионов натрия находятся в пределах:

Для модификации ПАИС-01 натрий

- в диапазоне измерений от 1 до 5 включ.±0,05;
 - в диапазоне измерений от св. 5 до 7±(0,05 + 0,07·(A – 5)²);
- где А – измеренное значение.

Для модификации ПАИС-02натрий:

- в диапазоне измерений от 2,3·10⁻³ до 0,023 мг/дм³ включ. ... от минус 0,53 до плюс 1,1;
- в диапазоне измерений св. 0,023 до 0,230 мг/дм³ включ.от минус 0,24 до плюс 0,36;
- в диапазоне измерений св. 0,230 до 2,3·10³ мг/дм³±0,12.

5.4 Определение относительной погрешности измерений C_{Na}

5.4.1 Поверку проводить в следующей последовательности:

- собрать установку в соответствии с рис. 1 и 2 приложения А;
- в ёмкость 1 (см. рис. 1 и 2 приложения А) залить эталонный раствор с массовой концентрацией ионов натрия (C_{Na}) 23 мг/дм³ и трубку 3 подключить к входу измерительной камеры. С помощью регулятора 4 установить расход эталонного раствора 20-60 капель в минуту. Включить анализатор;
- выбрать меню «УСТАНОВКА»;
- выбрать режим измерений;
- выбрать измеряемую величину;
- провести измерения и записать в протокол поверки.

5.4.2 Повторить операции п.5.3.1-5.3.3 с эталонными растворами со значениями C_{Na} 2,3 мг/дм³; 2,3 мкг/дм³.

5.4.3 Относительную погрешность измерений δ, отн. ед., определить по формуле (2):

$$\delta = \frac{(C_{изм} - C_{эт})}{C_{эт}}, \quad (2)$$

где C_{изм} – измеренное значение массовой концентрации ионов натрия эталонного раствора;

C_{эт} – значение массовой концентрации ионов натрия эталонного раствора.

5.4.4 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия находятся в пределах:

- в диапазоне измерений от 2,3·10⁻³ до 0,023 мг/дм³ включ.от минус 0,53 до плюс 1,1;
- в диапазоне измерений св. 0,023 до 0,230 мг/дм³ включ.от минус 0,24 до плюс 0,36;
- в диапазоне измерений св. 0,230 до 2,3·10³ мг/дм³±0,12.

5.5 Определение абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости

5.5.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить на отметках 10, 25, 40 °С шкалы проверяемого анализатора путем сравнения его показаний с показаниями измерителя температуры прецизионного МИТ 8.03 в комплекте с датчиком температуры ТСПН-5В.

1.5.2 В соответствии с рис. 1 и 2 приложения Б собрать установку и провести следующие операции:

- погрузить чувствительную часть датчика температуры проверяемого анализатора 4 и датчик температуры измерителя 2 на глубину 20-30 мм в термостатируемый стакан 6 с интенсивно перемешиваемой водой (ГОСТ 6709), имеющей температуру проверяемой отметки шкалы;

- после выдержки в воде в течение 5 минут снять показания температуры с дисплея анализатора и измерителя.

5.5.3 Абсолютную погрешность ΔТ измерений температуры рассчитать по формуле (3):

$$\Delta T = T_{изм} - T_{эт}, \quad (3)$$

где T_{изм} – значение температуры, измеренной с помощью анализатора;

$T_{эт}$ - значение температуры, измеренной измерителем.

5.5.4 Результаты поверки считать положительными, если значения ΔT , рассчитанные для каждого выбранного значения отметки шкалы температуры, находятся в пределах $\pm 0,3$ °С.

5.6 Идентификация программного обеспечения

Проверку заявленных идентификационных данных программного обеспечения (ПО) проводить в соответствии с таблицей 3:

Таблица 3 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Микрокод натрий
Номер версии (идентификационный номер) ПО	006
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

Результаты проверки считать положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют данным таблицы 3.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Положительные результаты поверки анализаторов оформить выдачей свидетельства в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015. Знак поверки нанести на свидетельство о поверке.

6.2 При проведении поверки отдельных измерительных каналов и на меньшем числе поддиапазонов измерений, которые используются при эксплуатации соответствующую запись сделать в эксплуатационных документах и свидетельстве о поверке на основании решения эксплуатирующей организации.

6.3 Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к эксплуатации не допускать. Анализаторы изъять из обращения. Свидетельство о поверке изъять и выдать извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015.

6.4 После ремонта анализаторы подвергать первичной поверке.

Начальник лаборатории 630

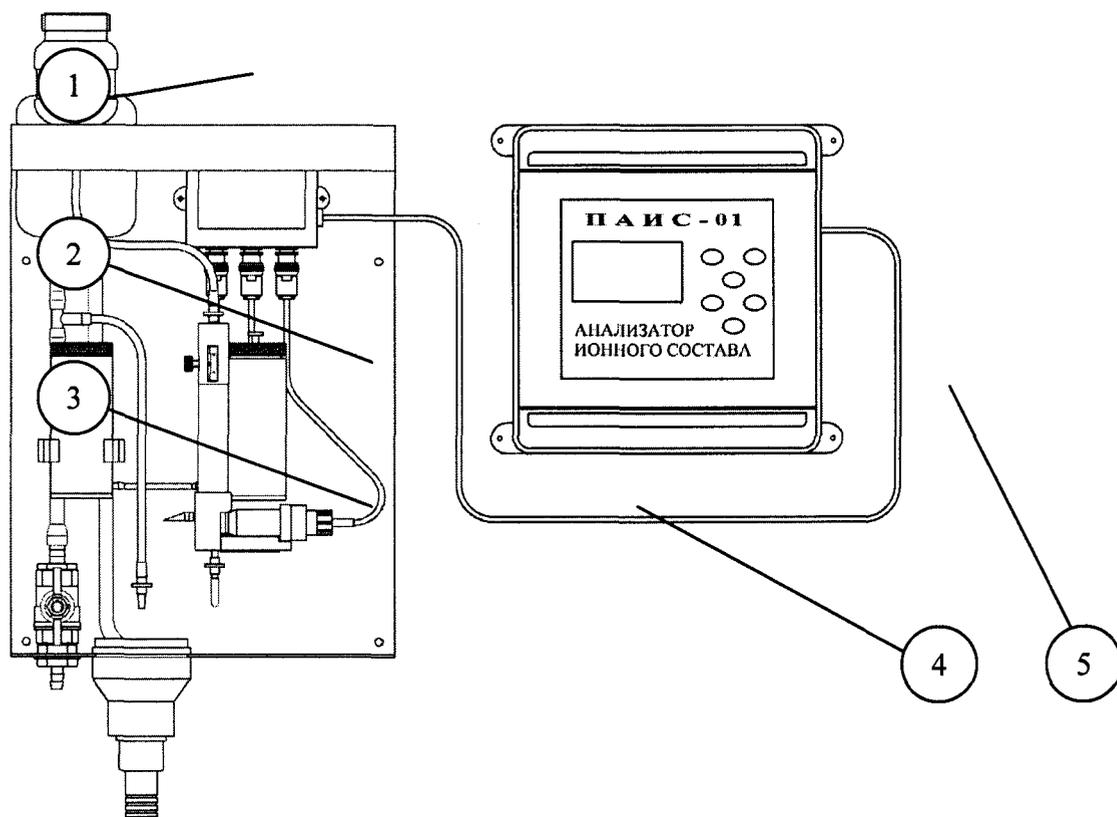
ФГУП «ВНИИФТРИ»



С.В. Прокунин

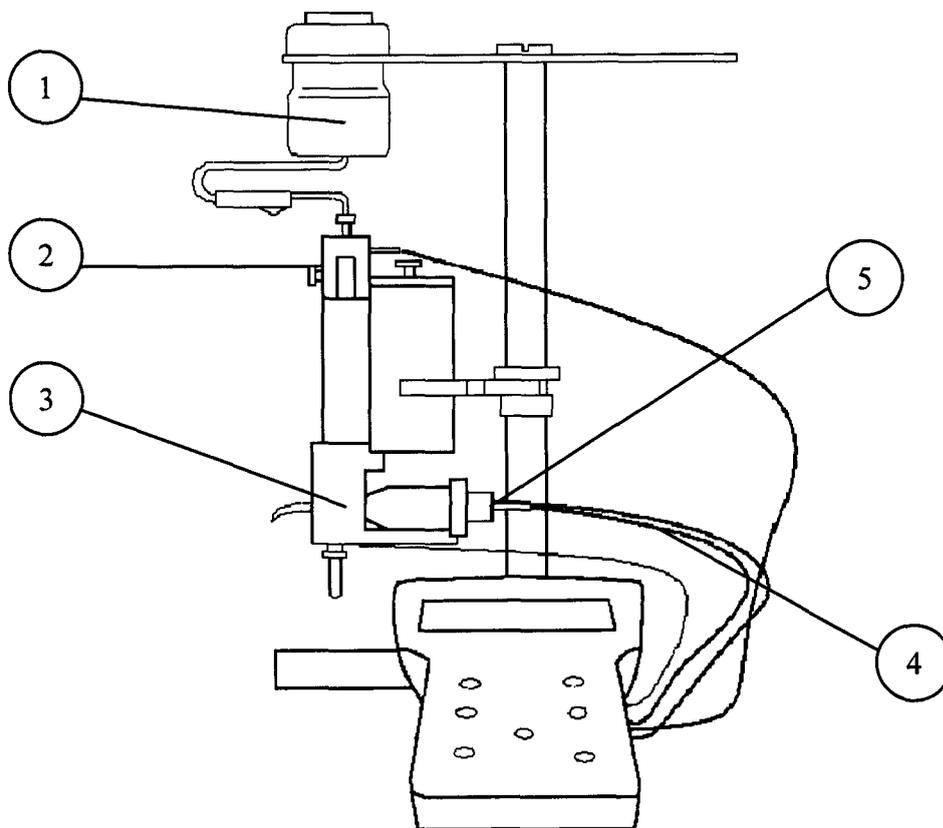
Приложение А

Установка для определения предела допустимой абсолютной погрешности измерений рNa по стандартным растворам



1. Бачок с эталонным раствором
2. Регулятор расхода
3. Измерительная камера
4. Соединительный кабель
5. Измерительный преобразователь

Рис. 1 Установка для определения предела допустимой абсолютной погрешности измерений рNa по стандартным растворам для модификации ПАИС-01натрий

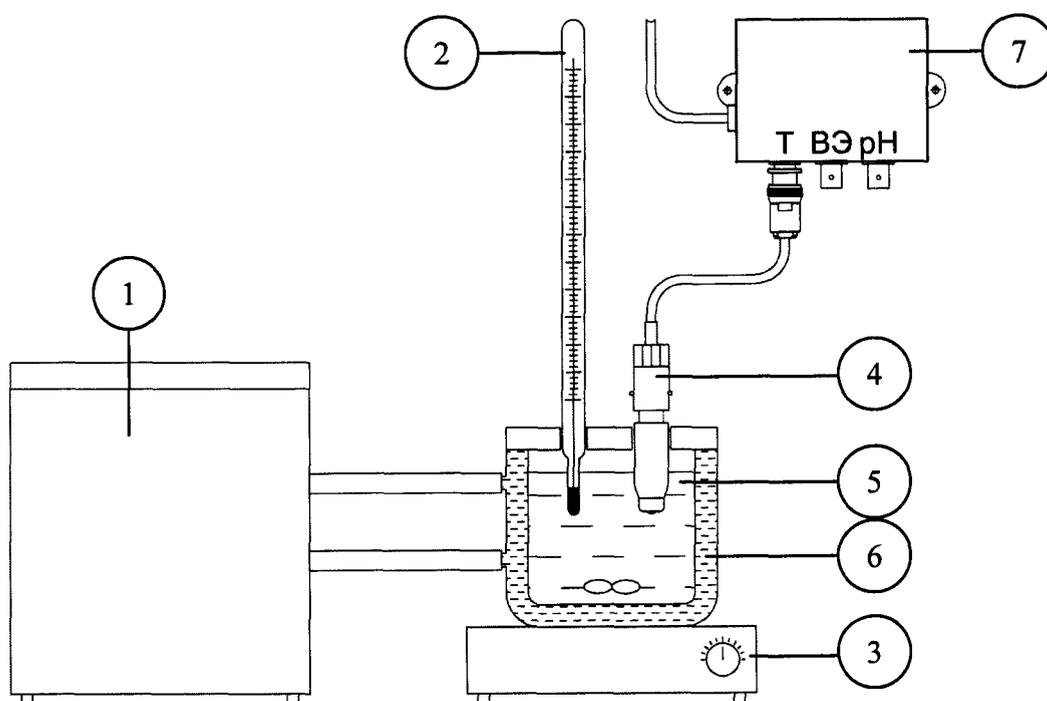


6. Бачок с эталонным раствором
7. Регулятор расхода
8. Измерительная камера
9. Соединительные кабели
10. Измерительный преобразователь

Рис. 2 Установка для определения абсолютной погрешности измерений показателя активности pNa ионов натрия и массовой концентрации ионов натрия C_{Na} для модификации ПАИС-02натрий

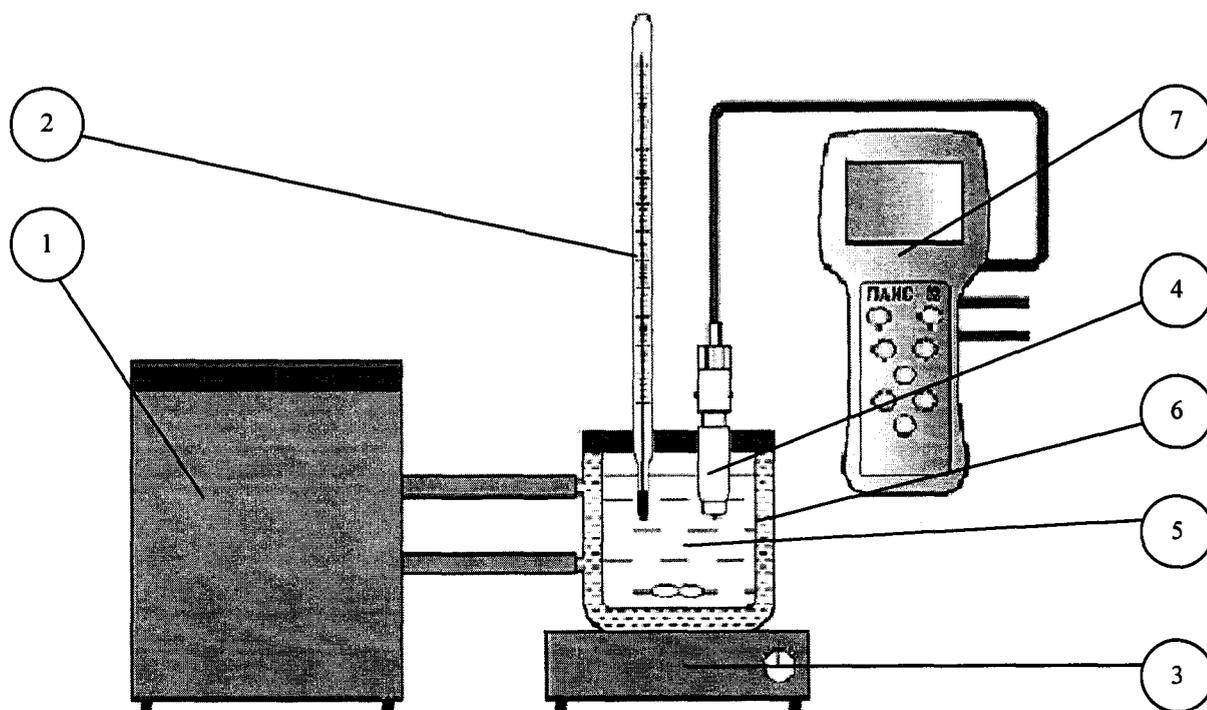
Приложение Б

Установка для определения абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости



1. Термостат жидкостной.
2. Эталонный термометр.
3. Магнитная мешалка.
4. Датчик температуры.
5. Вода.
6. Термостатируемый стакан.
7. Предварительный усилитель.

Рис. 1 - Определение абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости для модификации ПАИС-01 натрий



1. Термостат жидкостный
2. Датчик измерителя температуры
3. Магнитная мешалка
4. Датчик температуры
5. Вода
6. Термостатируемый стакан
7. Измерительный преобразователь

Рис. 2 - Определение абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости для модификации ПАИС-02натрий