

УТВЕРЖДАЮ



Руководитель ИЦ ФГУП «ВНИИМС»

В.Н.Яншин

сентября 2014 г.

ИНСТРУКЦИЯ

Анализаторы воды «Navigator 500»

Методика поверки

и.р. 59945-15

г. Москва, 2014 г.

Настоящая инструкция распространяется на анализаторы воды «Navigator 500» фирмы «ABB Limited», Великобритания, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице

Таблица 1.

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики
1	Внешний осмотр	6.1
2	Опробование	6.2
3	Определение метрологических характеристик:	6.3
	– определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой доли натрия;	6.3.1
	– определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой доли гидразина;	6.3.2
	– определение относительной погрешности измерений массовой доли растворенного кислорода.	6.3.3

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки по определению приведенной и относительной погрешности измерений массовой доли натрия применяют:

- ГСО состава водного раствора ионов натрия 8062-94 (МСО 0018:1998);
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- пипетки градуированные 1–1–2–1, 1–1–2–25 по ГОСТ 29227-91;
- колбы мерные 2–100–2, 2–500–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770-74.

2.2 При проведении поверки по определению приведенной и относительной погрешности измерений массовой доли гидразина применяют:

- гидразин серноокислый марки «ч.д.а.» по ГОСТ 5841-74;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- пипетки градуированные 1–1–2–1, 1–1–2–25 по ГОСТ 29227-91;
- колбы мерные 2–1000–2 по ГОСТ 1770-74.

2.3 При проведении поверки по определению относительной погрешности измерений массовой доли растворенного кислорода применяют:

- государственные стандартные образцы состава газовых смесей кислорода в азоте ГСО 10253-2013;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- натрий сернистокислый, квалификация «ч.д.а.» по ГОСТ 195-77, или аргон, сорт высший по ГОСТ 10157-79;
- колба мерная 2–1000–2 по ГОСТ 1770-74;
- стеклянный сосуд с герметично прилегающей крышкой с отверстиями вместимостью 1,0 дм³ с диаметром, подходящим для использования в сосуде датчика анализатора;
- водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 10°С до 30°С, допускаемая погрешность поддержания температуры контролируемой среды в пределах $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$;

- мешалка магнитная ММ-5 по ТУ 25-11.834-80;
 - термометр ртутный стеклянный лабораторный типа ТЛ-4, класс 1 по ТУ 25-2021.003-88;
 - барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25-04-15-13-79, диапазон измерений от 80 до 106 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа.
- 2.4 Допускается проведение поверки по отдельным анализируемым веществам.
- 2.5 Допускается применение других средств измерений и оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.
- Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в технической документации на анализатор.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 30
- относительная влажность воздуха, % до 95.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации;
- устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией;
- ГСО-ПГС в баллонах выдерживают в помещении, где проводят поверку, в течение 24 часов;
- пригодность газовых смесей в баллонах под давлением подтверждают паспортами на них;
- включают приточно-вытяжную вентиляцию.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

6.2 Опробование

При опробовании проверяют возможность задания режимных параметров анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации и прохождение процедуры диагностики состояния прибора.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой доли натрия.

6.3.1.1 Готовят исходный раствор 1 с содержанием натрия 1 мг/дм³.

Помещают 1 см³ ГСО 8062–94 с массовой концентрацией ионов натрия 1 г/дм³ в колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

6.3.1.2 Готовят исходный раствор 2 с содержанием натрия 10 мг/дм³.

Помещают 10 см³ ГСО 8062–94 с массовой концентрацией ионов натрия 1 г/дм³ в колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

6.3.1.3 Готовят контрольные растворы по таблице 2 и измеряют с помощью анализатора содержание в них натрия в соответствии с руководством по эксплуатации.

Таблица 2

№ Контрольного раствора	№ Исходного раствора	Объем отобранного исходного раствора, см ³	Объем добавленной дистиллированной воды, см ³	Массовая доля натрия в контрольном растворе, млрд ⁻¹	Диапазон измерений, млрд ⁻¹
1	1	0,5	999,5	0,5	0,01–1
2		40	960	40	1–50
3	2	100	900	1000	50–10000
4		500	500	5000	

6.3.1.4 Приведенную погрешность анализатора γ , %, рассчитывают по формуле:

$$\gamma = \frac{C_i - C_0}{C_a} \cdot 100, \quad (1)$$

где C_i – измеренное значение массовой доли определяемого компонента, млрд⁻¹;

C_0 – действительное значение массовой доли определяемого компонента, млрд⁻¹

C_a – значение массовой доли определяемого компонента, соответствующее концу диапазона измерений, млрд⁻¹.

6.3.1.5 Относительную погрешность анализатора, δ , %, рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{C_i - C_0}{C_0} \cdot 100. \quad (2)$$

6.3.1.6 Полученные значения погрешности, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений (в диапазонах от 0,01 до 1 и от 1 до 50 млрд⁻¹), и относительной погрешности (в диапазоне от 50 до 10000 млрд⁻¹) анализатора не должны превышать ± 10 %.

6.3.2 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой доли гидразина.

6.3.2.1 Готовят исходный раствор с содержанием гидразина 50 мг/дм³. Массу навески серноокислого гидразина, которую необходимо взять для приготовления раствора объемом 1 дм³ с массовой концентрацией гидразина 50 мг/дм³, определяют по формуле:

$$m = \frac{100 \cdot 50(\text{мг/дм}^3) \cdot 1(\text{дм}^3) \cdot M_{N_2H_4} \cdot H_2SO_4}{\omega_{\text{осн}} \cdot M_{N_2H_4}}, \quad (3)$$

где $M_{N_2H_4 \cdot H_2SO_4}$ и $M_{N_2H_4}$ – молярные массы сернокислого гидразина и гидразина соответственно;

$\omega_{осн}$ – массовая доля основного вещества в сернокислом гидразине (указывается в паспорте на вещество), %.

Навеску сернокислого гидразина помещают в колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

6.3.2.2 Готовят контрольные растворы по таблице 3 и измеряют с помощью анализатора содержание в них гидразина в соответствии с руководством по эксплуатации.

Таблица 3

№ Контрольного раствора	Объем отобранного исходного раствора, см ³	Объем добавленной дистиллированной воды, см ³	Массовая доля гидразина в контрольном растворе, млрд ⁻¹	Диапазон измерений, млрд ⁻¹
1	1	999	50	0–100
2	9	991	450	100–1000
3	18	982	900	

6.3.2.3 Вычисляют приведенную и относительную погрешность измерений массовой доли гидразина по формулам (1) и (2).

6.3.2.4 Полученные значения погрешности, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений (в диапазоне от 0 до 100 млрд⁻¹), и относительной погрешности (в диапазоне от 100 до 1000 млрд⁻¹) анализатора не должны превышать $\pm 5\%$.

6.3.3 Определение относительной погрешности измерений массовой доли растворенного кислорода.

6.3.3.1 Готовят раствор с нулевым содержанием кислорода барботированием аргона через дистиллированную воду в течение 30 минут или растворением 125 мг натрия сернистокислого в 1000 см³ дистиллированной воды при температуре 20°C, стеклянный сосуд с приготовленным раствором закрывают герметично крышкой и выдерживают не менее 1 часа.

6.3.3.2 Извлекают осторожно датчик из проточной камеры или другого внутреннего устройства анализатора, помещают его в раствор с нулевым содержанием кислорода и выдерживают 20 мин. По истечении указанного времени показания анализатора должны быть в пределах от 0 до 5 млрд⁻¹.

Датчик оставляют в «нулевом» растворе до следующей операции поверки.

6.3.3.3 Готовят контрольные растворы, содержащие растворенный кислород. Схема установки приведена в приложении 1.

Контрольные растворы приготавливают непосредственно перед измерениями, начиная с меньшей концентрации. Перечень ГСО-ПГС кислорода в азоте, используемых для приготовления контрольных растворов, приведен в таблице 4.

Таблица 4

№ Контрольного раствора	Номинальное значение объемной доли кислорода и пределы допускаемого относительного отклонения от номинального значения в ГСО-ПГС, %	№ ГСО	Диапазон измерений, млрд ⁻¹
1	5 ± 5	10253-2013	0–20000
2	20 ± 5		
3	40 ± 5		

Стеклянный сосуд вместимостью 1 дм³, заполненный дистиллированной водой, помещают в термостат с установленной температурой $(20 \pm 0,2)^\circ\text{C}$.

Электрохимический датчик помещают в сосуд с термостатированной дистиллированной водой, туда же помещают капиллярную трубку, соединенную с

редуктором баллона с ГСО-ПГС. Открывают вентиль баллона с ГСО-ПГС при закрытом редукторе. Плавно открывая вентиль редуктора, подают ПГС при помощи капилляра к мембране датчика не менее 30 мин. Насыщение раствора контролируют по стабилизации показаний анализатора в процессе измерений. Регистрируют показания после насыщения.

6.3.3.4 Действительное содержание кислорода (C_0) в дистиллированной воде, насыщенной ГСО-ПГС при температуре t ($^{\circ}\text{C}$), в (млн^{-1}), рассчитывают по формуле

$$C_0 = S_t \cdot C_n \cdot \frac{P}{20,90 \cdot 760}, \quad (4)$$

где S_t – массовая доля кислорода в дистиллированной воде, насыщенной атмосферным воздухом при температуре t ($^{\circ}\text{C}$) и давлении 760 мм.рт.ст., млн^{-1} , (Приложение 2);

C_n – объемная доля кислорода в ГСО-ПГС, %;

P – атмосферное давление, мм.рт.ст.

6.3.3.5 Вычисляют относительную погрешность измерений массовой доли растворенного кислорода по формуле (2).

6.3.3.6 Полученные значения относительной погрешности анализатора не должны превышать $\pm 5\%$.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол.

7.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства поверки.

7.3 Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Анализаторы изымаются из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

7.4 После ремонта анализаторы подвергают поверке.

Начальник сектора ФГУП «ВНИИМС», к.х.н.



О. Л. Рутенберг

Инженер ФГУП «ВНИИМС»



С. З. Карданов

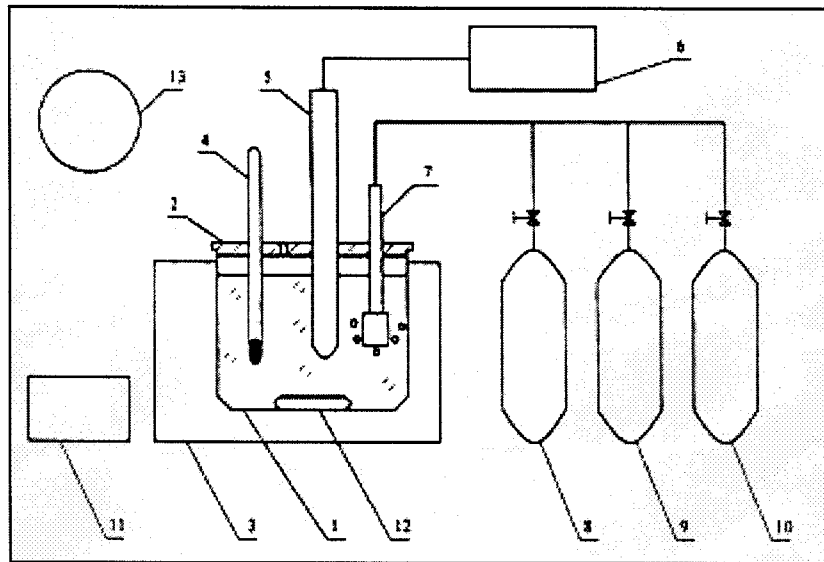


Рисунок 1. Схема подключения анализатора к установке

- 1 – стеклянный сосуд с дистиллированной водой; 2 – крышка; 3 – термостат;
 4 – термометр; 5 – первичный преобразователь поверяемого анализатора (датчик);
 6 – измерительный преобразователь анализатора; 7 – капиллярная трубка;
 8, 9, 10 – баллоны с ГСО-ПГС; 11 – магнитная мешалка; 12 – стержень магнитной мешалки; 13 – барометр.

Растворимость кислорода при насыщении воды атмосферным воздухом
при нормальном атмосферном давлении 101,325 кПа (760 мм рт.ст.)
в зависимости от температуры, мг/дм³ (млн⁻¹)

T, «С	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26
1,0	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87
2,0	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49
3,0	13,46	13,42	13,39	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14
4,0	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80
5,0	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48
6,0	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17
7,0	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8,0	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59
9,0	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32
10,0	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06
11,0	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81
12,0	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56
13,0	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14,0	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11
15,0	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90
16,0	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69
17,0	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49
18,0	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30
19,0	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11
20,0	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93
21,0	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76
22,0	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60
23,0	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43
24,0	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28
25,0	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26,0	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98
27,0	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84
28,0	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
29,0	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57
30,0	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44
31,0	7,44	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32,0	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33,0	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34,0	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35,0	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89