

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

Н.И. Ханов
25 декабря 2014 г.



Криоскопы Advanced
моделей 4250 и 4С3

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ


МП-242-1820-2014

н.р. 60301-15

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


Л.А. Конопелько

Ст.научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


М.А. Мешалкин

Настоящая методика поверки распространяется на криоскопы Advanced моделей 4250 и 4С3 фирмы «Advanced Instruments Inc.», США и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	п. 6.1	да	да
2.	Опробование.	п. 6.2	да	да
3.	Проверка соответствия программного обеспечения	п. 6.2.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	п. 6.3	да	да

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
	6.3.	Натрий хлористый, химически чистый, тонкоизмельченный	ГОСТ 4233-77
	6.3.	Весы лабораторные с точностью взвешивания 0,1 мг.	ГОСТ 24104-2001
	6.3.	Колбы мерные с одной отметкой вместимостью 1000 см ³	ГОСТ 1770-74
	6.3.	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
	4.1.	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по реестру СИ РФ)
	4.1.	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по реестру СИ РФ)
	4.1.	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.

2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, класс точности и характеристики которых не хуже указанных.

- 2.3. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства, а стандартные образцы и реактивы должны иметь действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации (далее в тексте – РЭ) анализаторов.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

- 4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- | | |
|--|--|
| - диапазон температуры окружающей среды | от +19 до + 29 °С; |
| - диапазон атмосферного давления | от 84 до 106 кПа; |
| - диапазон относительной влажности воздуха | от 20 до 80 %; |
| - напряжение питания | (220 ⁺²² - ₂₂) В; |
| - частота питания переменного тока | (50 ± 1) Гц. |
- Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

- 5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:
- 5.1.1. Прогреть криоскоп не менее двух часов.
- 5.1.2. Высушить хлористый натрий в течение 5 часов при температуре 300 ± 25 °С в электропечи или в сушильном шкафу при температуре 130 ± 1 °С в течение 24 часов и охладить в эксикаторе до комнатной температуры.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

- 6.1. Внешний осмотр.
- 6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:
- соответствие маркировки и комплектности криоскопа технической документации, входящей в комплект криоскопа;
 - отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность криоскопа;
 - четкость всех надписей на приборе;
 - исправность органов управления, настройки и коррекции (кнопки, переключатели, тумблеры).
- 6.1.2. Криоскоп считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.
- 6.2. Опробование.
- 6.2.1. Криоскоп считается прошедшим опробование, если после включения питания проходит первоначальная диагностика с распечатыванием данных о ходе диагностики и на дисплее криоскопа появляется бегущая строка «Crioscope Ready».
- 6.2.2. Проверка соответствия программного обеспечения (ПО).
- Определение осуществляется следующим образом:
- название модели и номер версии ПО криоскопов отображаются на распечатке, которая автоматически распечатывается после завершения первоначальной диагностики. Распечатка для модели 4250 приведена на рисунке 1.

Advanced Instruments
Model 4250
Version 2.4
(C) 2006 A. I., Inc.
Serial#: 08091104
16/07/2014 10:00:49
Seeking ISO 5764
Stir Amplitude = 135
Buzz Amplitude = 223
Block: 6 Sample: 2
Data Capture: OFF
Sample ID: OFF
Language: ENGLISH
Supervisor Mode

Running Diagnostics
Cryoscope Ready
16/07/2014 10:06:37
Serial#: 08091104
Freeze Pt. = 529 m°C

Рис. 1. Распечатка с идентификационными данными ПО

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если номер версии ПО не ниже V2.4 для криоскопа Advanced 4250 и не ниже V4.2 & V4.2F для криоскопа Advanced 4C3.

6.3. Подготовка к поверке

6.3.1. Приготовить поверочные растворы натрия хлорида в дистиллированной воде с температурами замерзания:

- 1) минус 0,408;
- 2) минус 0,512;
- 3) минус 0,600.

Методика приготовления растворов приведена в разделе 5.3 ГОСТ 30562-97 "Молоко. Определение точки замерзания. Термисторный криоскопический метод."

6.4. Определение метрологических характеристик

6.4.1. Установить пробирку с поверочным образцом №1 в камеру замораживания и нажать кнопку «START». Измерительная головка опускается в нижнее положение, начинается измерительный процесс. После того, как прозвучит сигнал и измерительная головка поднимется в верхнее положение, криоскоп выведет на печать результаты измерений. Пример распечатки приведен в приложении 1.

6.4.2. Повторить действия, указанные в п. 6.4.1.

6.4.3. Определить абсолютную погрешность криоскопа (δ_i) по формуле:

$$\delta_i = T_n - T_i \quad (1)$$

где: T_n - температура точки замерзания контрольного раствора №1 (по таблице 1 ГОСТ 30562-97)

T_i – результат i -го измерения, полученный на приборе.

6.4.4. Провести два измерения температуры точки замерзания контрольного раствора №2.

6.4.5. Определить абсолютную погрешность криоскопа (δ_i) по формуле (1).

6.4.6. Провести два измерения температуры точки замерзания контрольного раствора №3.

6.4.7. Определить абсолютную погрешность криоскопа (δ_i) по формуле (1).

6.5. Результаты поверки по п.6.4.1 считаются положительными, если ни одно полученных значений δ_i не превышает значений $\pm 0,002$ °С.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в приложении 2.

7.2. Криоскопы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Криоскопы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются, и на них выдается извещение о непригодности.

Calibration
16/07/2014 10:10:19

408 mC Standard
Freeze Pt. 406 m°C
Freeze Pt. 405 m°C
Freeze Pt. 406 m°C
Freeze Pt. 407 m°C
Freeze Pt. 406 m°C
Freeze Pt. 406 m°C

600 mC Standard
Freeze Pt. 596 m°C
Freeze Pt. 597 m°C
Freeze Pt. 596 m°C
Freeze Pt. 596 m°C
Freeze Pt. 596 m°C
Freeze Pt. 596 m°C
Calibration Complete

16/07/2014 10:41:43
Serial#: 08091104
Freeze Pt. = 532 m°C

16/07/2014 10:44:37
Serial#: 08091104
Freeze Pt. = 532 m°C

16/07/2014 10:47:11
Serial#: 08091104
Freeze Pt. = 533 m°C

16/07/2014 10:49:49
Serial#: 08091104
Freeze Pt. = 532 m°C

16/07/2014 10:52:27
Serial#: 08091104
Freeze Pt. = 532 m°C

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
криоскопа модели _____

Зав.№ _____
 Дата выпуска _____
 Дата поверки _____
 Принадлежит _____
 ИНН Владельца _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;
 атмосферное давление _____ кПа;
 относительная влажность _____ %.

Наименование документа, по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Результаты измерений: _____

Таблица 1

№ п/п	Температура замерзания раствора, °С		Абсолютная погрешность, °С
	Действительное (расчетное) значение (по ГОСТ 30562-97)	Результат измерения	
1.	-0,408		
2.	-0,408		

Таблица 2

№ п/п	Температура замерзания раствора, °С		Абсолютная погрешность, °С
	Действительное (расчетное) значение (по ГОСТ 30562-97)	Результат измерения	
1.	-0,512		
2.	-0,512		

Таблица 3

№ п/п	Температура замерзания раствора, °С		Абсолютная погрешность, °С
	Действительное (расчетное) значение (по ГОСТ 30562-97)	Результат измерения	
1.	-0,600		
2.	-0,600		

Заключение _____

Поверитель _____ (подпись)