

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских
С.В. Медведевских



04 2018 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Анализаторы влажности кулонометрические жидкостей,
перманентных и сжиженных газов 875 KF Gas Analyzer
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 50-241-2018**

Екатеринбург

2018

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Крашенинина М. П.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в июле 2018 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	5
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
	8.1 Внешний осмотр	7
	8.2 Опробование.....	8
	8.3 Проверка метрологических характеристик	8
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	12

<p>Государственная система обеспечения единства измерений.</p> <p>Анализаторы влажности кулонометрические жидкостей, перманентных и сжиженных газов 875 KF Gas Analyzer</p> <p>Методика поверки</p>	<p>МП 50-241-2018</p>
--	------------------------------

Дата введения в действие: июле 2018 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы влажности кулонометрические жидкостей, перманентных и сжиженных газов 875 KF Gas Analyzer производства фирмы «Metrohm AG», Швейцария (далее – анализаторы 875 KF) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов 875 KF должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок

ГОСТ 8.021-2015 Государственная система обеспечения единства измерений.

Государственная поверочная схема для средств измерений массы

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.3		
3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений объемной доли воды	8.3.1	да	да
3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли воды	8.3.2	да	да
3.3 Проверка относительной погрешности измерений объемной доли воды	8.3.3	да	да
3.4 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли воды	8.3.4	да	да
3.5 Проверка диапазона измерений объемной и массовой доли воды	8.3.5	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор 875 KF бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора 875 KF допускается выполнять операции по п.3.1- 3.4 таблицы 1 только для используемых диапазонов измерений. Соответствующая запись должна быть сделана в свидетельстве о поверке анализатора.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартные образцы состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-2) ГСО 10532-2014 с относительной погрешностью аттестованного значения в диапазоне св.0,0001 до 0,001 % не превышающей ± 8 % и в диапазоне св. 0,001 до 0,05 % не превышающей ± 5 %;

- стандартный образец массовой доли воды (ВОЖ СО₂ УНИИМ) ГСО 10797-2016 с диапазоном аттестованных значений массовой доли воды от 0,05 до 0,50 % и с относительной погрешностью аттестованного значения СО ±3 %;

- стандартный образец массовой доли воды (ВОЖ СО₃ УНИИМ) ГСО 10798-2016 с диапазоном аттестованных значений св. 0,5 до 5,0 % и с относительной погрешностью аттестованного значения СО ±1,5 %;

- рабочий эталон единицы массы 1-го разряда в диапазоне значений от 0,01 до 220 г по ГОСТ 8.021-2015;

- азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293;

- HYDRANAL® Coulomat AG, Sigma Aldrich (анолит);

- HYDRANAL® CoulomatCG, Sigma Aldrich (католит).

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки анализаторов 875 KF должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 10 до 35

- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), % не более 60

6.2 Анализаторы 875 KF устанавливаются вдали от источников электромагнитных полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализаторы 875 KF подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.1.1 В катодное отделение ячейки для титрования ввести 5 см³ католита. Затем добавить приблизительно 150 см³ анолита в анодное отделение. Уровень анолита должен быть на (3-5) мм выше уровня католита.

7.1.2 Подключить баллоны с азотом и ГСО-ПГС через редукторы к прибору. Открыть вентили на азоте и ГСО-ПГС. Установить давление на выходе азота в диапазоне (6 – 12) бар, на выходе ГСО-ПГС до 40 бар.

7.1.3 Измерительный и генерирующий электроды подготовить к измерениям согласно руководству по эксплуатации на данные типы электродов.

7.1.4 Запустить программу tiamo™. Установить параметры в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 - Параметры метода кулонометрического титрования

Параметр	Значение
Максимальный начальный дрейф	6 мкг/мин
Время стабилизации	180 с
Ток поляризации	10 мА
Конечная точка	50 мВ
Контрольный диапазон	50 мВ
Критерий остановки (относительный дрейф)	2 мкг/мин

7.1.5 С помощью программного обеспечения tiamo™ запустите метод “Поверка” при этом процедура кондиционирования включающая продувку сухим азотом системы и проведения предварительного титрования воды, находящейся в ячейке, запустится автоматически, далее дожидаются установления величины максимального начального дрейфа 6 мкг/мин в течении не менее 180 с. По достижению стабильного значения дрейфа забор аликвоты ГСО-ПГС происходит автоматически.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов 875 KF;
- чистоту анализаторов 875 KF, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реактивов;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора 875 KF при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора 875 KF. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора 875 KF путем вывода на экран номера версии. Первая цифра номера версии ПО должна быть не ниже приведенной в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	tiamo™
Номер версии ПО	не ниже версии 2.0
Цифровой идентификатор ПО	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений объемной доли воды

Для проверки относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений объемной доли воды используют стандартные образцы состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-2) ГСО 10532-2014, которые вводятся в анализатор с помощью газопроводной системы, находящейся на передней панели анализатора. Рекомендуемый объем аликвоты ГСО-ПГС 10532-2014 – 2000 см³. Провести не менее пяти измерений в одной точке каждого поддиапазона измерений объемной доли воды.

Примечание: требования к стандартным образцам состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов ГСО 10532-2014, применяемым при поверке:

1. Аттестованное значение – объемная доля воды в диапазоне от 0,0001 до 0,001 % включ. и св.0,001 до 0,02 % включ.
2. Основным компонентом искусственной газовой смеси ГСО 10532-2014 должен быть азот.

По результатам измерений для каждого стандартного образца вычислить среднее арифметическое значение ($\bar{\varphi}_j$) и относительное СКО (S_{oj}) результатов измерений объемной доли воды по формулам:

$$\bar{\varphi}_j = \frac{\sum_{i=1}^n \varphi_{ij}}{n}, \quad (1)$$

$$S_{oj} = \frac{1}{\bar{\varphi}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum (\varphi_{ij} - \bar{\varphi}_j)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (2)$$

где φ_j - результат i -го измерения объемной доли воды в j -ом стандартном образце, %;

n - количество измерений объемной доли воды, %.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений объемной доли воды должны удовлетворять требованиям таблицы 5.

8.3.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли воды

Для проверки относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли воды используют стандартные образцы массовой доли воды в органической жидкости ГСО 10797-2016/ГСО 10798-2016 и воду дистиллированную по ГОСТ 6709, которые вводятся непосредственно в кулонометрическую ячейку. Для взятия массы навески СО используют рабочий эталон единицы массы 1-го разряда по п.4 настоящей методики поверки. Рекомендуемые массы навесок по таблице 4.

Таблица 4 -Рекомендуемые массы навески

Анализируемое вещество	Масса навески, г
ГСО 10797-2016	1,0
ГСО 10798-2016	0,7
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709	0,01

Провести не менее пяти измерений в одной точке каждого поддиапазона измерений массовой доли воды.

По результатам измерений для каждого образца вычислить среднее арифметическое значение (\bar{W}_j) и относительное СКО (S_g) результатов измерений массовой доли воды аналогично формулам (1) и (2).

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли воды должны удовлетворять требованиям таблицы 5.

8.3.3 Проверка относительной погрешности измерений объемной доли воды

Для проверки относительной погрешности измерений объемной доли воды используют результаты измерений, полученные по п. 8.3.1.

Для каждого стандартного образца рассчитать относительную погрешность измерений объемной доли воды по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{\varphi_{ij} - \varphi_j^A}{\varphi_j^A} \cdot 100, \quad (3)$$

где φ_{ij} - i -ое измеренное значение объемной доли воды в j -ом стандартном образце, %;

φ_j^A - аттестованное значение объемной доли воды в j -ом стандартном образце, %.

Полученные значения относительной погрешности измерений объемной доли воды должны удовлетворять требованиям таблицы 5.

8.3.4 Проверка относительной погрешности измерений массовой доли воды

Для проверки относительной погрешности измерений массовой доли воды используют результаты измерений, полученные по п. 8.3.2.

Для каждого стандартного образца и для воды дистиллированной по ГОСТ 6709 рассчитать относительную погрешность измерений массовой доли воды аналогично формуле (3).

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой доли воды должны удовлетворять требованиям таблицы 5.

8.3.5 Проверка диапазона измерений объемной и массовой доли воды

Проверку диапазона измерений объемной и массовой доли воды провести одновременно с проверкой относительной погрешности по п. 8.3.3-8.3.4 (Провести измерения объемной и массовой доли воды в начале, середине и в конце диапазона измерений). Диапазон измерений должен удовлетворять требованиям таблицы 5.

Таблица 5 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний массы оттитрованной воды, мкг	от 10 до 2000000
Диапазон измерений объемной доли воды, %	от 0,0001 до 0,02
Диапазон измерений массовой доли воды, %	от 0,01 до 100
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений объемной доли воды, %, в диапазонах: - от 0,0001 до 0,001 % включ. - св. 0,001 до 0,02 % включ.	8 4
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой доли воды, %, в диапазонах: - от 0,01 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 100,0 % включ.	3 1,5
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений объемной доли воды, %, в диапазонах: - от 0,0001 до 0,001 % включ. - св. 0,001 до 0,02 % включ.	±16 ±8
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой доли воды, %, в диапазонах: - от 0,01 до 1,0 % включ. - св. 1,0 до 100,0 % включ.	±6 ±3

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора в соответствии с рисунком 1, приведенным в Описании типа.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик

С.н.с. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



М.П. Крашенинина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализаторы влажности кулонометрические жидкостей, перманентных и сжиженных газов 875 KF Gas Analyzer _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 50-241-2018 «Анализаторы влажности кулонометрические жидкостей, перманентных и сжиженных газов 875 KF Gas Analyzer. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура _____ °С и относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения и относительной погрешности результатов измерений объемной доли воды

Аттестованное значение объемной доли воды, %	№	Измеренное значение объемной доли воды, %	Отн. СКО результатов измерений объемной доли воды, %	Отн. погрешность измерений объемной доли воды, %	Нормируемые значения СКО результатов измерений объемной доли воды, %	Нормируемые значения отн. погрешности результатов измерений объемной доли воды, %
	1					
	2					
	3					
	4					
	5					

Таблица А.2 Проверка относительного среднего квадратического отклонения и относительной погрешности результатов измерений массовой доли воды

Аттестованное значение массовой доли воды, %	№	Измеренное значение массовой доли воды, %	Отн. СКО результатов измерений массовой доли воды, %	Отн. погрешность измерений массовой доли воды, %	Нормируемые значения СКО результатов измерений массовой доли воды, %	Нормируемые значения отн. погрешности результатов измерений массовой доли воды, %
	1					
	2					
	3					
	4					
	5					

Таблица А.3 – Результаты проверки диапазонов измерений

Полученные значения диапазона измерений	Полученные значения диапазона измерений	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Объемная доля, %		
Массовая доля, %		

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____

Дата _____

Организация, проводившая поверку _____