

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н.Пронин
29 мая 2018 г.



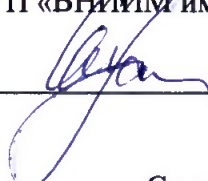
ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Титраторы влаги автоматические кулонометрические ПЭ-9210

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1493-2013
(с изменением №1)

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

 Ю.А.Кустиков

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

 А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2018

Настоящая методика распространяется на титраторы влаги автоматические кулонометрические ПЭ-9210, изготавливаемый ООО «ЭКРОСХИМ», г. Санкт-Петербург, в том числе находящиеся в эксплуатации, и устанавливает методы и средства их первичной поверки, поверки после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год
(Измененная редакция, изм. № 1)

1. Операции поверки

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в процессе эксплуатации	после ремонта
1.	Подготовка к поверке.	6	Да	Да
2.	Внешний осмотр, проверка комплектности.	7.1	Да	Да
3.	Опробование	8.2	Да	Да
4.	Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	Да	Да
5.	Определение метрологических характеристик	8.4	Да	Да

2. Средства поверки

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ OIML R76-1-2011;
- Микрошприцы (например АГАТ М-10 зарегистрирован в федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений №54826-13) или пипетки-дозаторы переменного объема, обеспечивающие дозирование в ячейку объема дистиллированной воды 10 мкл (9,982 мг при 20 ± 2 °С) с пределом допускаемой погрешности не выше 1 % (например TopPette, MicroPette, MicroPette Plus);
- Стандартный образец массовой концентрации воды в органической жидкости, зарегистрирован в федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений за №9233-2008 (ГСО 9233-2008) или стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости, зарегистрирован в федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений за №9922-2011 (ГСО 9922-2011) или поверочный раствор по Приложению 2 или спирт изопропиловый по ГОСТ 9805-84.

Примечание: допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в Российской Федерации в установленном порядке и обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

(Измененная редакция, изм. № 1)

3. Условия поверки

3.1. При проведении поверки должны выполняться следующие условия:

Таблица 2

Температура окружающего воздуха в помещении	от 18 до 22 °С
Относительная влажность воздуха	не более 80 %
Атмосферное давление	от 84 до 106 кПа

(Измененная редакция, изм. № 1)

3.3. Установка и подготовка титратора к поверке, подключение соединительных линий, заземление, выполнение операций при проведении контрольных измерений осуществляется в соответствии с «Руководством по эксплуатации» (далее РЭ).

4. Требования безопасности

4.1. Требования безопасности изложены в РЭ и в "Правилах технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г.

5. Требования к квалификации поверителей

5.1. К проведению измерений по поверке допускаются лица:

- имеющие опыт работы с электронными средствами измерений;
- изучившие техническое описание поверяемого прибора и методику поверки конкретного типа прибора;
- прошедшие обучение в соответствии с ССБТ по ГОСТ 12.0.004-79 и имеющие квалификационную группу не ниже 1, согласно "Правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей", утвержденных Госэнергонадзором от 21.12.1984г.

6. Подготовка к поверке

Перед проведением поверки титратора следует выполнить следующие подготовительные операции.

6.1. Произвести профилактику ячейки для титрования: удалить реагенты и остатки анализируемого продукта, промыть ячейку в соответствии с РЭ.

6.2. Собрать ячейку в соответствии с требованиями РЭ. Залить свежие реактивы для титрования по К. Фишера.

6.3. Установить результат измерений в мг воды, время перемешивания 15 с, и запустить программу титрования: титратор переходит в режим «Претитрование», в результате выполнения которого вода, попавшая в ячейку с влажным воздухом или поглощенная растворителем, вступает в реакцию К. Фишера и расходуется. После достижения заданного уровня дрейфа программа переходит в режим ожидания и готовности к проведению измерений. Если небольшой приток воздуха из окружающей среды увеличит дрейф сверх заданного значения, режим предварительного титрования включится автоматически для его компенсации.

(Измененная редакция, изм. № 1)

7. Проведение поверки

7.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие титратора следующим требованиям:

- Наличие эксплуатационной документации на русском языке;
- Соответствие комплектности прибора спецификации;
- Отсутствие механических повреждений и дефектов покрытия;
- Целостность показывающих приборов;
- Надписи и обозначения на приборе должны быть четкими и соответствовать технической документации фирмы-изготовителя;
- Прибор должен размещаться на рабочей поверхности стола в соответствии с Руководством по эксплуатации.

7.2. Опробование и проверка общего функционирования титраторов

Опробование прибора происходит в автоматическом режиме. В случае успешного самотестирования после включения на дисплее появится главное меню программы управления прибором. В случае, если прибор не прошел тестирование, на дисплее

появится сообщение об ошибке.

7.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения

Подтверждение соответствия ПО проводится путем определения номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения и контрольной суммы кода программы. Включите титратор, при выполнении прибором тестовых процедур в верхней части экрана отображается версия и контрольная сумма кода программы.

Результаты подтверждения соответствия считают положительными, если номер версии и контрольная сумма кода ПО соответствуют таблице 3.

Таблица 3

Идентификационное наименование ПО	Номер версии ПО	Цифровой идентификатор ПО
ПО ПЭ-9210	Не ниже 1.04	5F12

(Измененная редакция, изм. № 1)

7.4. Определение метрологических характеристик

7.4.1. Определение относительной погрешности проводят по результатам измерений массы введенной воды.

Выберите в меню выбора методики стандартную методику измерения содержания воды. Для этого нажмите клавишу «Метод» и в окне «Выбор методики» откройте список методик и выберите требуемую методику. Нажмите клавишу «Выбор». Нажмите клавишу «Измер», выберите ввод массы «постоянная» и задайте количество измерений в серии равное 2. Нажмите клавишу «Сохран» для сохранения настроек. Нажмите клавишу «Пуск»: титратор переходит в режим «Предтитрование». После достижения заданного уровня дрейфа «Готов» (дрейф меньше 10,0 мкг/мин (0,17 мкг/с)) или «Стабилен» (дрейф меньше 6,0 мкг/мин (0,1 мкг/с)) программа переходит в режим ожидания и готовности к проведению измерений. Измерения допустимо проводить в режимах «Готов» и «Стабилен».

Чистый воздушно-сухой микрошприц промойте дистиллированной водой не менее трех раз, поочередно заполняя и опорожняя шприц. Заполните шприц дистиллированной водой, не допуская попадания пузырьков воздуха. Нажмите клавишу «Старт», введите в ячейку через септу все содержимое шприца, выньте шприц из ячейки. В окне запуска измерения нажмите клавишу «Ввод». Выполните титрование.

В случае пипетки-дозатора с помощью регулятора дозируемых объемов пипетки установите объем аликвоты 10 мкл, промойте пипетку дистиллированной водой не менее трех раз, поочередно заполняя и опорожняя ее. Нажмите клавишу «Старт», быстро выньте ячейку с осушителем, введите аликвоту воды в ячейку и вставьте ячейку с осушителем обратно; длительность операции ввода не должна превышать 5 с. В окне запуска измерения нажмите клавишу «Ввод» и выполните титрование.

После окончания измерений в окне результатов появится результат титрования в мкг и в заданных единицах концентрации (массовая или объемная доля, массовая концентрация). Для продолжения серии измерений нажмите клавишу «Продолж» и повторите ввод пробы. По окончании серии прибор выдаст сообщение «Серия закончена».

Относительную погрешность титратора для каждого измерения, %, вычисляют по формуле (1).

$$\gamma = \frac{m_{\text{изм}} - 9,982}{9,982} \cdot 100 \quad (1)$$

где:

$m_{\text{изм}}$ – результат измерений массы воды, мг.

Результаты определения относительной погрешности считают положительными, если относительная погрешность каждого измерения не превышает $\pm 3,0 \%$.

7.4.2. Определение относительного СКО случайной составляющей погрешности проводят по результатам пяти измерений массовой доли воды в СО, или поверочном растворе по Приложению 2 или спирте изопропиловом.

Нажмите клавишу «Измер», выберите ввод массы «Разностный» и задайте количество измерений в серии 5. Нажмите клавишу «Сохран» для сохранения настроек. Нажмите клавишу «Пуск» и дождитесь режима готовности к проведению измерений.

Стандартный образец или поверочный раствор вводят шприцом вместимостью не менее 5 см^3 следующим образом: шприц промывают небольшой аликвотой СО или поверочным раствором не менее трех раз, расходуя для этого не более $0,5 \text{ см}^3$ жидкости. Для СО все содержимое ампулы помещают в шприц, движением поршня вытесняют пузырьки воздуха из шприца и иглы и герметизируют иглу кусочком резиновой септы (стопор) во избежание потерь при переноске. Шприц со стопором взвешивают с погрешностью $\pm 0,1 \text{ мг}$. Нажимают клавишу «Старт», освобождают иглу от стопора и вводят в ячейку через септу навеску СО или поверочного раствора в соответствии с рекомендациями РЭ. Вводят массу шприца с пробой и в окне ввода пробы нажимают «Ввод». Если весы подключены к титратору, то ввод массы осуществляется нажатием клавиши «Print» на самих весах. Шприц вынимают из ячейки, надевают стопор на конец иглы и снова взвешивают. Проводят анализ. По окончании измерения вводят массу шприца в окне ввода массы пустого шприца, после чего в окне результата титрования появится результат измерения в мкг и в заданных единицах концентрации. Для продолжения серии 5-и измерений нажимают клавишу «Продолж» и повторяют измерение. По окончании серии прибор выдает сообщение «Серия закончена» и СКО.

(Измененная редакция, изм. № 1)

Результаты определения СКО считают положительными, если значение относительного СКО случайной составляющей погрешности не превышает $1,5 \%$.

8. Оформление результатов поверки

8.1. При проведении поверки работы прибора составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие прибора предъявляемым требованиям.

8.2. Титратор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

8.3. На титратор, признанный не годным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

8.4. Знак поверки наносится на свидетельство.

Зав. номер _____
 Тип _____
 Дата выпуска _____
 Представлен _____

- температура окружающего воздуха, °C
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность, %

Идентификационное наименование ПО	Номер версии ПО	Цифровой идентификатор ПО

№ п/п	$m_{изм}, \text{МГ}$	$m_{введ}, \text{МГ}$	Относительная погрешность, %

[illegible]

Подпись поверителя _____
Дата _____

Приложение 2
(обязательное)

Методика приготовления поверочного раствора для определения СКО

Поверочный раствор готовят весовым методом на основе реагента Карла Фишера и дистиллированной воды.

1. Для приготовления стандартного раствора используют:

- Реагент Карла Фишера для кулонометрии (например марки AG фирмы Honeywell);

(Измененная редакция, изм. № 1)

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

- Весы лабораторные аналитические специального класса точности с пределом взвешивания 210 г по ГОСТ 24104-2001;

- Колба с притертой крышкой или стеклянная емкость с септой вместимостью 10 см³;

- Шприцы медицинские вместимостью 1 и 10 см³.

2. Определяют остаточную концентрацию воды в реагенте Карла Фишера. Вводят навеску массой примерно 10 г в проверяемый титратор и фиксируют измеренное значение концентрации. За остаточную концентрацию воды в реагенте Карла Фишера принимают среднее из двух измерений, при этом расхождение между результатами измерений не должно превышать 0,05 %: $|X1 - X2| < 0,05$.

Взвешивают пустую колбу вместимостью 10 см³. Наливают в колбу примерно 8 г реагента Карла Фишера, взвешивают и фиксируют ее массу. С помощью шприца вместимостью 1 см³ добавляют в колбу примерно 0,08 г дистиллированной воды, взвешивая шприц до и после добавления воды; фиксируют массу введенной воды, г. Тщательно перемешивают полученный раствор. Срок хранения приготовленного раствора — не более 2 часов.

Концентрацию воды в полученном стандартном растворе определяют по формуле (1):

$$C_{\text{ат}} = \frac{(0,01 \cdot m_{\text{рКФ}} \cdot C + m_{\text{H}_2\text{O}})}{m_{\text{рКФ}} + m_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot 100, \% \quad (1)$$

где:

$m_{\text{рКФ}}$ - масса реагента Карла Фишера взятого для приготовления стандартного раствора, г;

C – остаточная массовая доля воды в реагенте Карла Фишера, %;

$m_{\text{H}_2\text{O}}$ – масса дистиллированной воды, введенной в реагент Карла Фишера, г.

3. Относительная погрешность раствора, приготовленного по данной методике, не превышает $\pm 1,0$ %.