


СОГЛАСОВАНО

Проректор по научной работе
ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ»

В.К. Драгунов
«01» 06 2015 г.



УТВЕРЖДАЮ

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

А.Н. Щипунов
«01» 06 2015 г.



**АНАЛИЗАТОРЫ ЖИДКОСТИ ТЕНЗИОМЕТРИЧЕСКИЕ
ПОРТАТИВНЫЕ ПАЖТ-1**

Методика поверки
651-15-12 МП

н.р. 63258-16

р.п. Менделеево, 2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на изготавливаемые, находящиеся в эксплуатации и выпускаемые из ремонта анализаторы жидкости тензиометрические портативные ПАЖТ-1 (далее - приборы), предназначенные для измерений массовой концентрации поверхностно-активных веществ (ПАВ), растворённых в жидкости.

Методика устанавливает методы первичной и периодической поверок и порядок оформления результатов поверки.

Интервал между поверками 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны проводиться операции и применяться средства, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций при поверке		Средства поверки	Вспомогательное оборудование
		первичной	периодической		
1 Внешний осмотр	6.1	да	да	-	-
2 Опробование	6.2	да	да	Набор гирь по ГОСТ 7328-2001	Весы аналитические (ГОСТ 24104-2001) с пределом взвешивания 0-0,2 кг, погрешность взвешивания $\pm 0,01$ мг
3 Определение погрешности электромагнитных весов	6.3	да	да	Набор гирь по ГОСТ 7328-2001	То же
4 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ПАВ	6.4	да	да	ГСО 7421-97	Термометр (100 °С) ТУ 4321.004-72002039-2004 СП-2Пс

Примечание. Допускается использование других средств поверки с метрологическими характеристиками, обеспечивающими определение метрологических характеристик прибора с требуемой точностью.

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, указанные в эксплуатационной документации на прибор, а также на используемое испытательное и вспомогательное оборудование.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ

3.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы в области аналитической химии, ежегодно проходящие проверку знаний по технике безопасности, аттестованные в качестве поверителей и изучившие эксплуатационную документацию и настоящую методику поверки.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---|-----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от +15 до +35; |
| - относительная влажность воздуха,%
(при температуре +25 °С) | не более 80; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7; |
| - напряжение питающей сети, В | от 200 до 240; |
| - частота, Гц | (50 ± 1). |

Изменение температуры воздуха в течение 1 часа не должно превышать ±2 °С.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 После распаковки прибор выдержать в лабораторном помещении не менее 12 часов.

5.2 Подготовить средства поверки в соответствии с таблицей 1.

5.3 Прибор подключить в сеть и выдержать во включенном состоянии не менее 10 минут.

5.4 Прибор подготовить в объеме, предусмотренном руководством по эксплуатации.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверить:

- комплектность прибора;
- отсутствие видимых повреждений корпуса прибора и электропроводки;
- правильность и четкость маркировки;
- соответствие внешнего вида требованиям эксплуатационной документации.

Результаты поверки считать положительными, если дефекты и несоответствия не выявлены. Приборы, имеющие дефекты, затрудняющие эксплуатацию, бракуют.

6.2 Опробование

Исправность весов проверить следующим образом:

Ручкой установки нуля установить на табло «ноль».

На коромысло электромагнитных весов повесить гирию 1000 мг. На табло должно установиться напряжение (1000 ± 5) мВ.

Снять гирию. Должно установиться показание (0 ± 2) мВ.

Повторить несколько раз операции с гирей, рассчитать среднее значение показаний и убедиться, что измеренная погрешность весов не превышает ± 5 мВ.

При необходимости произвести подстройку вращением ручки резистора R, расположенной на верхней панели.

Повторить вышеописанные операции.

Результаты поверки считать положительными, если среднее измеренное значение напряжения находится в пределах от 995 мВ до 1005 мВ, в противном случае прибор бракуется.

6.3 Определение погрешности электромагнитных весов

Весы нагрузить гирями десяти значений массы, равномерно расположенных в диапазоне от наименьшего предела взвешивания (далее – НмПВ, равного 1 мг) до наибольшего предела взвешивания (далее – НПВ, равного 1999 мг). Например: 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1100, 1999 мг. При этом обязательно воспроизвести массы: НмПВ (1 мг), НПВ (1999 мг), а также те, при которых происходит изменение пределов допускаемой погрешности (100, 1100 мг).

Перед каждым нагружением проверить установку весов на ноль.

Подвесить гирю на коромысло электромагнитных весов, зафиксировать значение, полученное на табло прибора.

Снять гирю, на табло должно установиться значение напряжения (0 ± 2) мВ.

Каждое измерение провести 3-5 раз.

Каждое значение погрешности вычислить как разность показания весов и значений массы гирь.

Значение абсолютной погрешности вычислить по формуле (1):

$$\Delta = M - M_0, \quad (1)$$

где M – показание весов (значение напряжения, мВ), соответствующее измеренной массе;

M_0 – действительное значение массы гирь (мг).

Результаты поверки считать положительными, если значения погрешности находятся в пределах, приведенных в таблице 2, в противном случае прибор бракуется.

6.4 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ПАВ

6.4.1 Определение пределов относительной погрешности измерений массовой концентрации ПАВ проводится для крайних точек диапазона измерения ПАЖТ-1 0,5 и 15 мг/дм³, а также для концентраций ПАВ 1, 4 и 8 мг/дм³.

6.4.2 В колбе вместимостью 250 см³ приготовить раствор ГСО 7421-97 с номинальной концентрацией 0,5 мг/дм³ ($C_{ном1}$) (пример приготовления растворов приведен в приложении А).

Налить в измерительную емкость 70 мл приготовленного раствора. Засечь 2 минуты.

Прокалить датчик до красна в пламени спиртовки. С помощью пинцета повесить датчик на коромысло электромагнитных весов.

Ручкой установки нуля установить на табло ноль. По истечении 2-х минут ручкой подъемного механизма полностью погрузить датчик в воду, при этом значения на табло уйдут в отрицательную область. Подождать 5-10 с, и начать медленно поднимать датчик вверх ручкой подъемного механизма. Значение напряжения будет увеличиваться до некоторого максимального значения, а в момент начала отрыва датчика от воды начнет резко уменьшаться.

Записать полученное максимальное значение напряжения V_0 , мВ.

Поднять датчик вверх до упора, снять его пинцетом и поставить на фильтровальную бумагу.

Вылить воду из измерительной емкости. Фильтровальной бумагой удалить остатки воды.

Повторить измерения не менее трех раз и рассчитать среднее значение $V_{ср}$, мВ.

По градуировочной характеристике, построенной заранее (пример построения градуировочной характеристики приведен в приложении А), найти значение массовой концентрации $C_{град}$.

Вычислить значение относительной погрешности измерений по формуле (2):

$$\delta = \frac{C_{град} - C_{НОМ1}}{C_{НОМ1}} \cdot 100\% \quad (2)$$

где $C_{град}$ – значение концентрации по градуировочной характеристике;

$C_{НОМ1}$ – номинальное значение концентрации градуировочного раствора.

6.4.3 В колбе вместимостью 250 см³ приготовить раствор ГСО 7421-97 с номинальной концентрацией 1 мг/дм³ ($C_{НОМ2}$)

Провести измерения по методике, описанной в 6.4.2.

Вычислить значение относительной погрешности измерений по формуле (3):

$$\delta = \frac{C_{град} - C_{НОМ2}}{C_{НОМ2}} \cdot 100\% \quad (3)$$

где $C_{град}$ – значение концентрации по градуировочной характеристике;

$C_{НОМ2}$ – номинальное значение концентрации градуировочного раствора.

6.4.4 В колбе вместимостью 250 см³ приготовить раствор ГСО 7421-97 с номинальной концентрацией 4 мг/дм³ ($C_{НОМ3}$)

Провести измерения по методике, описанной в п. 6.4.2.

Вычислить значение относительной погрешности измерений по формуле (4):

$$\delta = \frac{C_{град} - C_{НОМ3}}{C_{НОМ3}} \cdot 100\% \quad (4)$$

где $C_{град}$ – значение концентрации по градуировочной характеристике;

$C_{НОМ3}$ – номинальное значение концентрации градуировочного раствора.

6.4.4 В колбе вместимостью 250 см³ приготовить раствор ГСО 7421-97 с номинальной концентрацией 8 мг/л ($C_{НОМ4}$).

Провести измерения по методике, описанной в п. 6.4.2.

Вычислить значение относительной погрешности измерений по формуле (5):

$$\delta = \frac{C_{град} - C_{НОМ4}}{C_{НОМ4}} \cdot 100\% \quad (5)$$

где $C_{град}$ – значение концентрации по градуировочной характеристике;

$C_{НОМ4}$ – номинальное значение концентрации градуировочного раствора.

6.4.5 В колбе вместимостью 250 см³ приготовить раствор ГСО 7421-97 с номинальной концентрацией 15 мг/л ($C_{НОМ5}$).

Провести измерения по методике, описанной в п. 6.4.2.

Вычислить значение относительной погрешности измерений по формуле (6):

$$\delta = \frac{C_{град} - C_{НОМ5}}{C_{НОМ5}} \cdot 100 \% \quad (6)$$

где $C_{град}$ – значение концентрации по градуировочной характеристике;
 $C_{НОМ5}$ – номинальное значение концентрации градуировочного раствора.

6.4.6 Результаты поверки считать положительными, если значения всех относительных погрешностей не превышают значений, приведенных в таблице 2, в противном случае прибор бракуется.

Таблица 2

Наименование параметра	Значение
Диапазон работы весов, мг	1÷1999
Пределы допускаемой погрешности измерений массы, мг в диапазоне 1÷100 в диапазоне 101÷1100 в диапазоне 1101÷1999	± 2 ± 5 ± 10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ПАВ, %	± 20 %

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При положительных результаты поверки оформляют свидетельство о поверке.

7.2 При отрицательных результатах поверки прибор к эксплуатации не допускают, выдается извещение о непригодности к применению.

Разработал:

м.н.с. ФГУП «ВНИИФТРИ» НИО-6



Морозов И.В.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Рекомендации по приготовлению градуировочных растворов из стандартного образца утвержденного типа ГСО 7421-97

Назначение ГСО: стандартный образец предназначен для градуировки фотоэлектроколориметров, метрологической аттестации методик измерений и контроля точности измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ в питьевых, природных и сточных водах, продукции на основе НП АВ.

Общие указания, условия применения: проверку упаковки, наличия этикетки проводят путем внешнего осмотра. Упаковка должна быть герметичной и не иметь повреждений, приводящих к нарушению целостности ГСО.

Указание мер безопасности: класс опасности по ГОСТ 12.1007 - малоопасный продукт, 4 класс.

Для приготовления растворов использовать воду, дистиллированную по ГОСТ 6709-72.

Подготовка к применению: ампулу снаружи обмывают дистиллированной водой, протирают фильтровальной бумагой. Содержимое ампулы количественно переносят с помощью фиксанальной или химической воронки в мерную колбу. Обмывают стенки ампулы водой, сливают в ту же мерную колбу и доводят до метки водой.

Приготовление растворов для построения градуировочной характеристики

1 Раствор с концентрацией 100 мг/л: готовится согласно инструкции по применению ГСО.

2 Раствор с концентрацией 0,5 мг/л: 2,5 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

3 Раствор с концентрацией 1 мг/л: 5 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

4 Раствор с концентрацией 2 мг/л: 10 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

5 Раствор с концентрацией 3 мг/л: 15 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

6 Раствор с концентрацией 4 мг/л: 20 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

7 Раствор с концентрацией 5 мг/л: 25 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

8 Раствор с концентрацией 6 мг/л: 30 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

9 Раствор с концентрацией 7 мг/л: 35 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

10 Раствор с концентрацией 8 мг/л: 40 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

11 Раствор с концентрацией 9 мг/л: 45 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

12 Раствор с концентрацией 10 мг/л: 50 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

13 Раствор с концентрацией 11 мг/л: 55 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

14 Раствор с концентрацией 12 мг/л: 60 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

15 Раствор с концентрацией 13 мг/л: 65 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

16 Раствор с концентрацией 14 мг/л: 70 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

17 Раствор с концентрацией 15 мг/л: 75 мл раствора с концентрацией 100 мг/л перенести в мерную колбу объемом 500 мл и довести до метки дистиллированной водой.

Построение градуировочной характеристики

1 Приготовить не менее 8 растворов для построения градуировочной характеристики (см. выше). Обязательно должны быть приготовлены растворы, воспроизводящие нижнее ($0,5 \text{ мг/дм}^3$) и верхнее (15 мг/дм^3) значения диапазона измеряемых концентраций.

2 Провести измерения для каждого раствора согласно п. 6.4.2 настоящего документа кроме вычисления погрешности.

3 Построить график в координатах концентрация градуировочного раствора (мг/дм^3) – показание прибора (мВ).

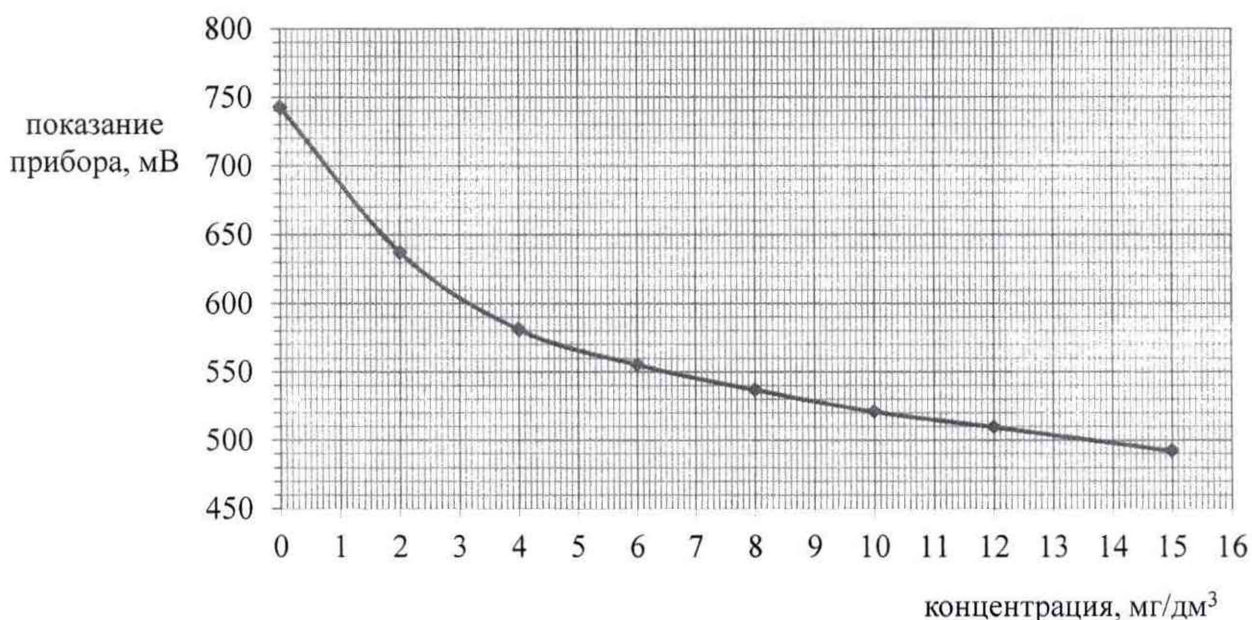


Рисунок А - Градуировочная характеристика, полученная экспериментально с применением ГСО 7421-97