

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.И. Ханов

07 2010 г.

АНАЛИЗАТОР ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ АВС-1.1

Методика поверки
МП 203-0099-2010

н.р. 45058-10

Настоящая методика распространяется на анализаторы вольтамперометрические АВС-1.1 (далее - анализаторы), предназначенные для измерения массовой концентрации меди, свинца, кадмия, цинка, ртути, никеля, висмута, мышьяка, йода, селена, марганца и других элементов в водных средах в соответствии с аттестованными или стандартизованными в установленном порядке методиками измерений.

Методика устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.
Межповерочный интервал - 1 год.

I. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в табл. 1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер п. МП	Проведение операции при	
		первичной поверке	период. поверке
1. Внешний осмотр	5.1	+	+
2. Опробование	5.2	+	+
3. Определение абсолютной погрешности установки начального и конечного поляризующих напряжений	5.3	+	-
4. Проверка сопротивления токосъемных цепей	5.4	+	+
5. Проверка стабильности выходного напряжения	5.5	+	-
6. Определение метрологических характеристик	5.6	+	+

При получении отрицательных результатов любой из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении операций поверки применяются средства измерений и стандартные образцы, указанные в табл. 2.

Таблица 2.

Наименование	Обозначение документа и (или) основная характеристика
1 Вольтметр В7-27А/1	2.710.005 ТУ. Класс точности – 1,0.
2 ГСО 6690-03	Методика приготовления поверочного раствора из ГСО 6690-03 приведена в Приложении 1

Примечания:

- 1) Допускается применять иные средства поверки, не уступающие по метрологическим характеристикам вышеуказанным.
- 2) Вольтметр должен иметь действующее свидетельство о поверке.
- 3) ГСО 6690-03 должен иметь паспорт с не просроченным сроком годности.

4) Поверка анализаторов в условиях эксплуатации может быть проведена в соответствии с Рекомендацией МИ 2531-99 «ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации».

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При поверке анализатора необходимо соблюдать правила безопасности в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на поверяемый анализатор и применяемые средства поверки.

3.2 К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы со средствами измерений электрических величин, изучившие техническое описание поверяемого анализатора и методику его поверки.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1. При проведении поверки должны соблюдаться нормальные условия эксплуатации:

температура окружающей среды, С	от 10 до 35
относительная влажность, %	от 45 до 80
атмосферное давление, мм рт.ст.	от 608 до 800
напряжение питающей сети, В	220 ± 10
отсутствие вибрации, тряски	

4.2. Перед проведением поверки должны быть приготовлены контрольные растворы по методике, изложенной в Приложении 1.

4.3. Перед проведением поверки анализатор включают в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

Устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- 1) комплектность анализатора должна соответствовать указанной в паспорте;
- 2) на наружных поверхностях измерительного блока не должно быть дефектов, влияющих на его нормальную работу;
- 3) надписи на панелях измерительного блока должны быть четкими и соответствовать эксплуатационным документам.

5.2. Опробование

Включают питание анализатора и запускают программу AVS2 на ПК. При нормальной работе анализатора на передней панели измерительного блока загорается индикатор скорости вращения, а в окне программы напротив надписи «связь» загорается зеленая лампочка. Согласно п. 4.4 РЭ собирают электрохимическую ячейку. В окне программы AVS2 выбирают анализируемый элемент Cd и нажимают кнопку «старт». При этом на анализаторе начинает вращаться мотор, на индикаторе отображается скорость вращения рабочего электрода 1000 об/мин и после отработки полного цикла измерений анализатор издает короткий звуковой сигнал, а в окне программы автоматически появляется график. Анализатор считается работоспособным, если во время работы не произошло остановки мотора, в окне программы не появилось каких-либо предупреждающих сообщений.

5.3. Определение абсолютной погрешности установки начального и конечного поляризующих напряжений проводят следующим образом:

5.3.1. Подключают к гнезду «сравн.» на задней панели измерительного блока анализатора тройной коаксиальный соединитель (например, тиконнектор CP-50-95ФВ), выходы которого подключают соответственно к вольтметру и гнезду «вспом.» анализатора.

5.3.2. Запускают на ПЭВМ программу AVS2. Находят в меню кнопку «старт» и запускают цикл измерения. При этом начинается отработка цикла измерений в режиме инверсионной вольтамперометрии.

5.3.3. На экране компьютера в окне «Выполнение методики» отображается смена стадий, следя за которыми производят отсчет показаний на цифровом вольтметре на стадии накопления $U_1 = -1400$ мВ и на стадии зачистки $U_2 = +100$ мВ. Абсолютную погрешность Δ (мВ) установки начального и конечного поляризующих напряжений определяют по формуле 1:

$$\Delta = U_{1(2)} - U_a, \quad [1]$$

где: $U_{1(2)}$ – воспроизводимое напряжение, мВ;

U_a - показания цифрового вольтметра, мВ.

Результаты определения признают положительными, если полученное значение абсолютной погрешности установки начального и конечного поляризующих напряжений не превышает ± 10 мВ.

5.4. Проверка сопротивления токосъемных цепей анализатора проводится вольтметром В7-27/А1 на пределе измерения 10 Ом. Для этого одна из клемм вольтметра подключается к валу рабочего электрода встроенного электрохимического датчика, а другая - к разъему рабочего электрода на задней панели прибора.

Результаты проверки признают положительными, если полученное значение сопротивления не превышает 3 Ом.

5.5. Проверку стабильности (изменения во времени) выходного напряжения анализатора ΔU проводят следующим образом:

5.5.1. Подключают цифровой вольтметр к анализатору также как в п.4.3.1;

5.5.2. В программе находят в меню закладку «методика», выбирают процедуру «накопление»; устанавливают время 3600 с, напряжение минус 1000 мВ и нажимают кнопку «старт». На вольтметре регистрируют значение выходного напряжения в начале и конце работы анализатора.

Стабильность выходного напряжения анализатора ΔU определяют по формуле 2:

$$\Delta U = U_{\text{нач}} - U_{\text{кон}}, \quad [2]$$

где: $U_{\text{нач}}$ – показания цифрового вольтметра в начале измерения, мВ;

$U_{\text{кон}}$ - показания цифрового вольтметра в конце измерения, мВ.

Результаты проверки признают положительными, если в течение 3600 с изменение выходного напряжения не превышает ± 10 мВ.

5.6. Определение метрологических характеристик анализатора

5.6.1. Определение СКО случайной составляющей погрешности и систематической составляющей погрешности анализатора проводят с использованием поверочного раствора с массовой концентрацией ионов кадмия 1 мкг/дм^3 , приготовленного согласно Приложению 1.

Измерение массовой концентрации кадмия в поверочном растворе проводят, руководствуясь методикой измерений, приведенной в Приложении 2.

Для определения СКО случайной составляющей погрешности проводят 2 серии по 5 параллельных определений массовой концентрации ионов кадмия, причем для каждой серии электрохимическую ячейку заполняют новой порцией раствора. Результаты фиксируют и

рассчитывают для каждой серии значение СКО случайной составляющей погрешности S (%) по формуле 3

$$S = \frac{1}{C} \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \times 100 \quad [3]$$

где: C_j - результаты измерений массовой концентрации ионов кадмия, мкг/дм³;

\bar{C} - среднее значение массовой концентрации ионов кадмия (n=5), мкг/дм³;

C - действительное значение массовой концентрации ионов кадмия, мкг/дм³.

Результаты определения признают положительными, если полученное значение СКО случайной составляющей погрешности анализатора не превышает 20 %.

5.6.2. Значение систематической составляющей погрешности (%) для раствора заданной концентрации находят по формуле 4:

$$\delta = \frac{c - \bar{c}}{c} \times 100 \quad [4]$$

где . : \bar{c} - среднее значение из пяти параллельных определений, мкг/дм³;

C - действительное значение концентрации, мкг/дм³.

Результаты определения признают положительными, если полученное значение систематической составляющей погрешности не превышает 15%.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Результаты поверки заносятся в протокол. Форма протокола приведена в Приложении 3.

6.2. При положительных результатах поверки анализатор признается годным к применению и выдается "Свидетельство о поверке".

6.3. При отрицательных результатах поверки выдается "Извещение о непригодности".

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Методика приготовления поверочного раствора ионов кадмия

Поверочный раствор ионов кадмия с массовой концентрацией 1 мкг/дм^3 готовят из ГСО состава водных растворов ионов кадмия с концентрацией $0,10 \text{ г/дм}^3$, используя в качестве растворителя фоновый раствор. Готовят контрольные растворы исходя из ГСО 6690-03.

При соблюдении данной методики относительная погрешность приготовления поверочного раствора не превышает 2,5 %.

1. Приборы, посуда и реактивы

- 1.1. Весы лабораторные ВЛР-200 2-го класса с пределом взвешивания 200г по ГОСТ 24104;
- 1.2. Колбы мерные 100, 500 и 1000 мл по ГОСТ 1770;
- 1.3. Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 мл по ГОСТ 20292;
- 1.4. Государственные стандартные образцы состава водных растворов ионов кадмия ГСО №6690-03;
- 1.5. Калий хлористый, х.ч., по ГОСТ 4234;
- 1.6. Кислота соляная, ос. ч.20-4 по ГОСТ 14261;
- 1.7. Ртуть (II) азотнокислая, 1-водная по ГОСТ 4520;
- 1.8. Вода бидистиллированная по ГОСТ ГОСТ 6709.

2. Приготовление фонового раствора.

2.1. Фоновый раствор.

2.1.1. Насыщенный раствор хлористого калия

В 450 см^3 бидистиллированной воды растворяют при нагревании 175 г хлорида калия. Горячий раствор фильтруют, охлаждают до комнатной температуры и хранят в контакте с небольшим количеством кристаллов соли.

2.1.2. Кислота соляная, раствор $1,0 \text{ моль/дм}^3$.

$82,6 \text{ см}^3$ концентрированной соляной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 , доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

2.1.3. Ртуть азотнокислая, раствор $0,01 \text{ моль/дм}^3$.

Навеску нитрата ртути $0,343 \text{ г}$ помещают в колбу вместимостью $0,1 \text{ дм}^3$, растворяют в нескольких каплях HCl и доводят до метки бидистиллированной водой, перемешивают.

2.1.4. Концентрированный фоновый раствор.

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают 100 см^3 насыщенного раствора хлорида калия, 20 см^3 раствора 1 моль/дм^3 HCl и 20 см^3 бидистиллированной воды. После перемешивания добавляют 5 см^3 раствора $0,01 \text{ моль/дм}^3$ азотнокислой ртути, доводят раствор до метки бидистиллированной водой и снова тщательно перемешивают.

2.1.5. Разбавленный фоновый раствор.

200 см^3 концентрированного фонового раствора помещают в колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой.

3. Приготовление контрольных растворов.

3.1. Раствор с концентрацией 100 мкг/дм^3 .

$0,5 \text{ см}^3$ раствора ГСО с концентрацией $0,10 \text{ г/дм}^3$ переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , доводят объем до метки разбавленным фоновым раствором и перемешивают.

3.2. Контрольный раствор с концентрацией $1,0 \text{ мкг/дм}^3$.

$1,0 \text{ см}^3$ контрольного раствора с концентрацией 100 мкг/дм^3 (п.3.1.) переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят объем до метки разбавленным фоновым раствором и перемешивают.

4. Хранение реактивов и растворов

Условия хранения реактивов.

Все реактивы хранятся в хорошо пришлифованных склянках для предотвращения попадания микропримесей и влаги из воздуха. Ртуть азотнокислую необходимо хранить в посуде из темного стекла.

Сроки хранения растворов:

- раствор ртути азотнокислой хранят 6 месяцев
- раствор соляной кислоты хранят 6 месяцев
- концентрированный фоновый раствор хранят 1 месяц
- разбавленный фоновый раствор готовят непосредственно перед использованием
- растворы металлов с концентрацией 100 мкг/дм^3 и ниже готовят непосредственно перед использованием

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

1. В электрохимическую ячейку наливают 25 см^3 подготовленного по п.2 Приложения 1 фоновго раствора и с помощью фторопластовой гайки закрепляют ячейку.

2. Запускают на ПЭВМ программу.

3. Находят в меню кнопку «  старт » (рис.1) и, запускают цикл измерений, При этом начинается обработка цикла измерений в автоматическом режиме. В момент обработки цикла на экране компьютера идет отсчет времени для каждой стадии (рис.2).

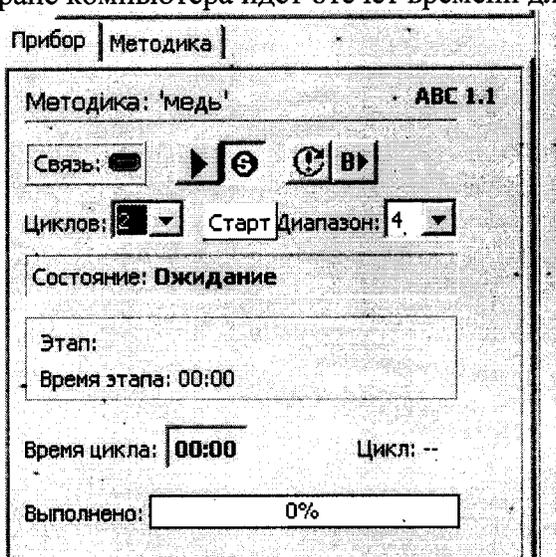


Рис.1

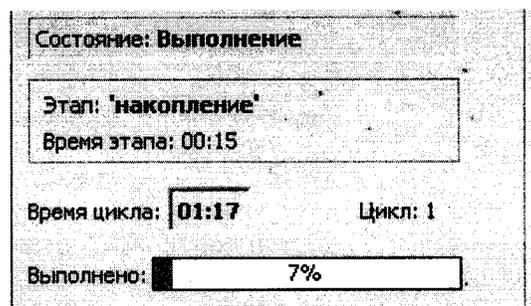


Рис.2

4. Звуковым сигналом прибор оповещает о передаче данных на экран компьютера. В графическом окне прорисовывается график. Нажимают в меню кнопку «  - Таблица графиков » На экране появляется таблица (рис 3) значениями высот пиков H_x .

N/N	Имя	Цвет	Ток, мкА	H_x , мкА	R
1	График6		7.8883	3.0534	<input checked="" type="checkbox"/>
2	График7		7.9368	3.0670	<input checked="" type="checkbox"/>

R, %: 0.4 Визир, мВ: 0.00

Рис.3

Расчет концентрации Пипетка

Отношение: H_1 H_x

Ист.р. 0.0250 см^3

Ит.ч. 25.0000 см^3

Ст.р. 1000.0000 $\frac{\text{мг}}{\text{дм}^3}$

Сдоб. 0.9990 $\frac{\text{мг}}{\text{дм}^3}$

Сх. 0.9494 $\frac{\text{мг}}{\text{дм}^3}$

6.2943 мкА 3.0670 мкА

Вычислить Внести

Закрыть

Рис.4

5. Микропипеткой вводят в электрохимическую ячейку добавку приготовленного по Приложению 1 раствора кадмия $1,0 \text{ мг/дм}^3$, объём добавки $V_r, 0,025 \text{ см}^3$.

6. Запускают прибор и проводят пять циклов измерений.
7. Нажимают в меню программы кнопку « - расчет концентрации», рассчитывают концентрацию кадмия в растворе относительно каждого из пяти графиков (Рис.4).

Рекомендуемая форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ № _____

периодической (первичной) поверки анализатора вольтамперметрического АВС-1.1

принадлежащего _____

Зав. N _____

1. При проведении внешнего осмотра установлено, что анализатор вольтамперметрический АВС-1.1 соответствует требованиям паспорта.
2. При проведении опробования сбоев в работе анализатора не выявлено.
3. Результаты проверки случайной и систематической составляющих погрешности приведены в табл. 1.

Таблица 1.

Содержание ионов кадмия в поверочном растворе, мкг/дм ³	Результаты измерения содержания ионов кадмия, мкг/л		СКО случайной составляющей погрешности, %	Систематическая составляющая погрешности, %
	параллельные определения	среднее значение		

4. Результаты определения технических характеристик:

Таблица 2.

Определяемая характеристика	Предельное значение согласно описанию типа и ТУ	Результат определения
1. Абсолютная погрешность установки начального и конечного поляризующих напряжений	±10 мВ	
2. Сопротивление токосъемных цепей	не более 3 Ом	
3. Стабильность выходного напряжения	±10 мВ за 3600 с	

По результатам поверки анализатор признан _____

Выдано свидетельство № _____ от _____ 20__ г.

Поверитель _____ (_____)

" " _____ 201__ г.