

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по инновациям
ФГУП «ВНИИОФИ»



И.С. Филимонов
«10» февраля 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Спектроколориметры Lico 690

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 019.М4-20**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»



С.Н. Негода
«10» февраля 2020 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»



В.Н. Крутиков
«10» февраля 2020 г.

Москва
2020 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на спектроколориметры Lico 690 (далее – спектроколориметры), предназначенные для измерений колориметрических характеристик (координат цвета и цветности, цветовых различий) и цветности водных растворов, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодической поверок.

Метрологические характеристики спектроколориметры указаны в таблице 1.

Интервал между поверками – 1 год.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений координат цвета: X Y Z	от 2,5 до 109,0 от 1,4 до 95,0 от 1,7 до 107,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений координат цвета	$\pm 1,5$
Диапазон измерения координат цветности: x y	от 0,004 до 0,732 от 0,005 до 0,834
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений координат цветности	$\pm 0,01$
Диапазон измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале, град. цветности	от 0 до 500
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале, %	± 15

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняются операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции при проведении первичной и периодической поверок

№ п/п.	Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Подтверждение соответствия программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона измерений координат цвета, координат цветности	8.4.1	Да	Да
6	Определение абсолютной погрешности измерений координат цвета, координат цветности	8.4.2	Да	Да
7	Определение диапазона и относительной погрешности измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале	8.4.3	Да	Да

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 - Средства поверки

Номер пункта методики	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
8.4.1	Вторичный эталон единиц координат цвета и координат цветности несамосветящихся объектов по ГПС «Государственной поверочной схемой для средств измерений координат цвета и координат цветности, белизны, блеска», утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2018 г. № 2516	<p>Диапазон измерений по шкале координат цвета (для источников освещения типа A,C и D65)</p> <p>$X = 2,5 - 109,0$ $Y = 1,4 - 98,0$ $Z = 1,7 - 118,1$</p> <p>Абсолютные погрешности $S_{\Sigma X} = S_{\Sigma Y} = 0,12$ $S_{\Sigma Z} = 0,15$</p> <p>Диапазон измерений по шкале координат цветности (для источников освещения типа A,C и D65)</p> <p>$x = 0,004 - 0,734$ $y = 0,005 - 0,8340$</p> <p>Абсолютные погрешности $S_{\Sigma x} = 0,0007$; $S_{\Sigma y} = 0,0006$</p>
8.4.2	Государственный стандартный образец цветности водных растворов (хром-кобальтовая шкала) ГСО 8214-2002	<p>Интервал допускаемых аттестованных значений 4750 - 5250 градусы цветности, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при $P = 0,95 \pm 1,5 \%$</p> <p>(Материал СО расфасован в стеклянные ампулы объемом 10 см³, количество ампул достаточное для проведения поверки – 1 шт.)</p>
Вспомогательное оборудование		
8.4	Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74	<p>Номинальная вместимость мерной колбы 50 см³, с допускаемой абсолютной погрешностью от номинальной вместимости посуды $\pm 0,12$ см³ по ГОСТ 1770-74</p> <p>Номинальная вместимость мерной колбы 500 см³, с допускаемой абсолютной погрешностью от номинальной вместимости посуды $\pm 0,50$ см³ по ГОСТ 1770-74</p>

Дозаторы автоматические и механические одноканальные «ВЮНИТ» (далее – механический дозатор) регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 36152-12	Объем дозирования от 0,1 до 1,0 мл; допустимое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 2,0 %
	Объем дозирования от 1,0 до 10,0 мл; допустимое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 3,0 %
Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72	pH воды от 5,4 до 6,6
Кислота серная по ГОСТ 14262-78	Массовая доля серной кислоты (H_2SO_4) от 93,5 до 95,6 %, Плотность 1,84 г/см ³
Прямоугольная кварцевая кювета по ГОСТ 20903-75	Ширина окна 10 мм, с допустимой абсолютной погрешностью $\pm 0,03$ мм

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 3, должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

3.3 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице 3, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых спектроколориметров с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации спектроколориметров, имеющих квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н и прошедшие полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования безопасности

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.2.003-91, ГОСТ 12.2.007.0-75, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019-2017. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 Система электрического питания спектроколориметров должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, вблизи не должны устанавливаться искровые генераторы.

5.3 При выполнении поверки должны соблюдаться требования руководства по эксплуатации на спектроколориметры.

5.4 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6 Условия проведения поверки

6.1 Все этапы поверки, за исключением особо оговоренных, проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха, °С	от + 15 до + 25;
- относительная влажность воздуха, %	от 10 до 80;
- атмосферное давление, кПа	от 96 до 104;
- напряжение, В	от 187 до 240;
- частота, Гц	от 49 до 51.

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым, сухим и оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021-75.

6.3 Рядом со спектроколориметрами не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры воздуха в течение поверки – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Перед началом работы со спектроколориметрами необходимо внимательно изучить руководство по эксплуатации.

7.2 Подключить спектроколориметры к сети электропитания и выдержать спектроколориметры в условиях, указанных в п. 6.1 не менее 2-х часов.

7.3 Приготовить растворы платино-кобальтовой шкалы на 5, 50 и 500 град. цветности в соответствии с приложением Б.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Проверку проводят визуально. Проверяют соответствие расположения органов управления, надписей и обозначений требованиям технической документации; отсутствие механических повреждений на корпусах спектроколориметров, влияющих на их работоспособность; чистоту гнезд, разъемов и клемм.

8.1.2 Спектроколориметры считаются прошедшими операцию поверки, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения и ослабления элементов конструкции.

8.2 Опробование

8.2.1 Включить спектроколориметр в соответствии с руководством по эксплуатации. При включении спектроколориметр проходит автоматическую диагностику (рисунок 1). После прохождения автодиагностики, на экране отображается главное меню.

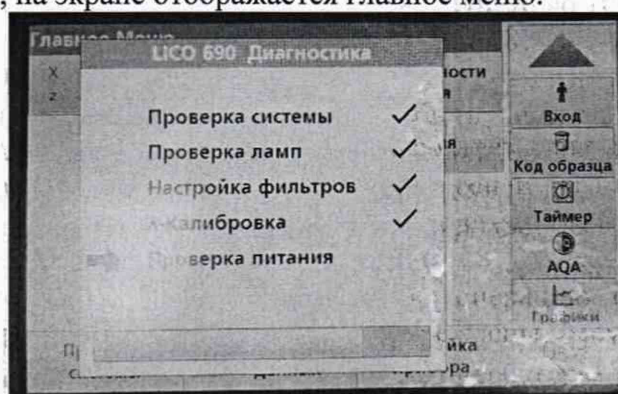


Рисунок 1

8.2.2 Спектроколориметры считаются прошедшими операцию поверки, если включение всех его компонентов прошло успешно и все органы управления работают исправно, а на мониторе отображается главный экран.

8.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие идентификационных данных программного обеспечения сведениям, приведенным в описании типа на спектроколориметры и в таблице 4 настоящей методики поверки.

8.3.2 Для просмотра идентификационных данных программного обеспечения необходимо в главном окне выбрать кнопку «Проверка системы» - «Информация о приборе». После чего на экране отображается наименование и номер версии программного обеспечения.

8.3.3 Спектроколориметры считаются прошедшими операцию поверки, если идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LICO
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона измерений координат цвета, координат цветности

8.4.1.1 Для определения диапазона измерений координат цвета и координат цветности выполняют прямые измерения набора пропускающих мер из состава Вторичного эталона единиц координат цвета и координат цветности. Набор пропускающих мер состоит из 11 (одиннадцати) мер, изготовленных из цветного прозрачного оптического стекла.

8.4.1.2 Установить в кюветное отделение спектроколориметра адаптер Z из комплекта спектроколориметра (рисунок 2).



Рисунок 2 – Внешний вид адаптера Z

8.4.1.3 Включить спектроколориметр. После прохождения автодиагностики, на экране появится главное меню (рисунок 3).



Рисунок 3 – Главное меню спектроколориметра

8.4.1.4 Нажать на окно «Цветовые измерения» главного меню спектроколориметра (рисунок 3). На экране появится окно «Измерение цветности» (рисунок 4).

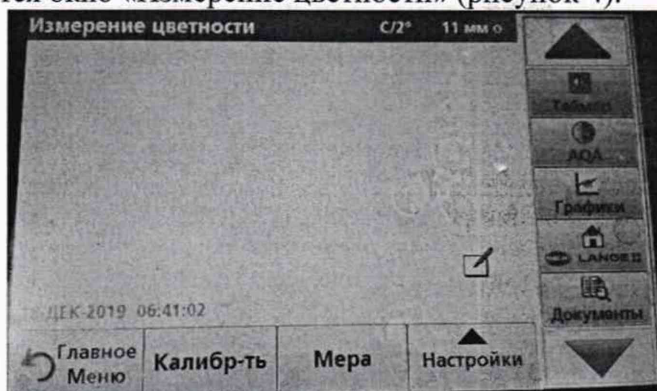


Рисунок 4

Нажать кнопку «Калибровать». На экране появится сообщение «Вставьте кювету с дистиллированной водой для калибровки». Установить пустую оправу из набора пропускающих мер. Нажать кнопку «Пуск». (рисунок 5).

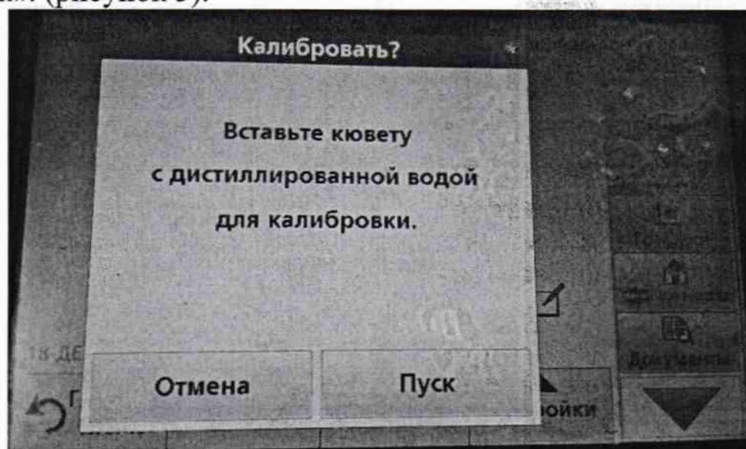


Рисунок 5

8.4.1.5 После проведения калибровки нажать кнопку «Настройки» окна «Измерение цветности» (рисунок 6).

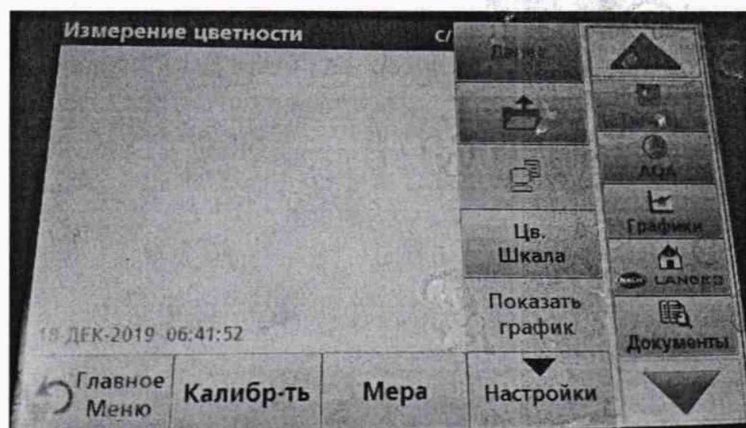


Рисунок 6

Нажать кнопку «Цв. Шкала». На экране появится окно «Выбрать шкалу цветности» (рисунок 7). Выбрать шкалу «Координаты цвета» и нажать «ОК».

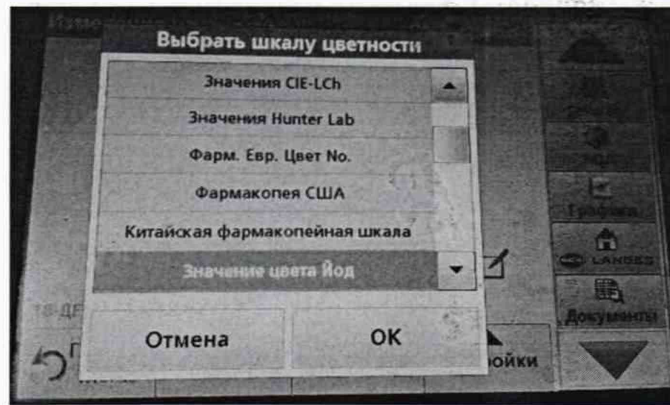


Рисунок 7

8.4.1.6 Установить меру 1 из набора пропускающих мер в адаптер. Провести измерения координат цвета XYZ и записать значения координат цвета X, Y, Z в протокол поверки (Приложение А). Затем в окне «выбрать шкалу цветности» выбрать строку «Координаты цветности» и нажать «ОК». Записать значения координат цветности x, y в протокол поверки (Приложение А).

8.4.1.7 Провести измерения по 8.4.1.6 координат цвета XYZ и координат цветности x, y для всех мер набора пропускающих мер по пять раз. Занести результаты измерений в протокол поверки (Приложение А).

8.4.1.8 Спектроколориметры считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерения координат цвета составляет: для X от 2,5 до 109,0; для Y от 1,4 до 95,0; для Z от 1,7 до 107,0; а диапазон измерений координат цветности составляет: для x от 0,004 до 0,732; для y от 0,005 до 0,834.

8.4.2 Определение абсолютной погрешности измерений координат цвета, координат цветности

8.4.2.1 За результат измерений координат цвета, координат цветности принимают среднее арифметическое результатов наблюдений, рассчитанное по формуле (1):

$$\bar{A}_k = \frac{1}{5} \sum A_{ki}, \quad (1)$$

где A – измеренные значения координаты цвета X, Y, Z или координаты цветности x и y;

i – номер наблюдения;

k – номер меры.

8.4.2.2 Вычислить абсолютную погрешность измерений координат цвета, координат цветности по формуле (2):

$$\Delta_A = (S_{\Sigma} + \theta_{\text{пр}}), \quad (2)$$

где S_{Σ} – абсолютная погрешность набора пропускающих мер из свидетельства о поверке, взятая по модулю;

$\theta_{\text{пр}}$ – абсолютная погрешность, вносимая спектроколориметром, вычисляемая по формуле (3):

$$\theta_{\text{пр}} = \bar{A}_k - A_{\Sigma}, \quad (3)$$

где A_{Σ} – эталонные значения координат цвета и координат цветности, указанные в свидетельстве о поверке наборы пропускающих мер;

\bar{A}_k – среднее арифметическое результатов измерений координат цвета, координат цветности, вычисляемой по формуле (1).

8.4.2.3 Спектроколориметры считаются прошедшими операцию поверки, если максимальное значение абсолютной погрешности измерения координат цвета не превышает $\pm 1,5$, координат цветности не превышает $\pm 0,01$.

8.4.3 Определение диапазона и относительной погрешности измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале

8.4.3.1 В главном меню нажать «Цветовые измерения». Выбрать шкалу, для этого нажать «Настройки» - «Выбрать шкалу цветности» - «Значение цвета Hazen» - «ОК» (рисунок 8).

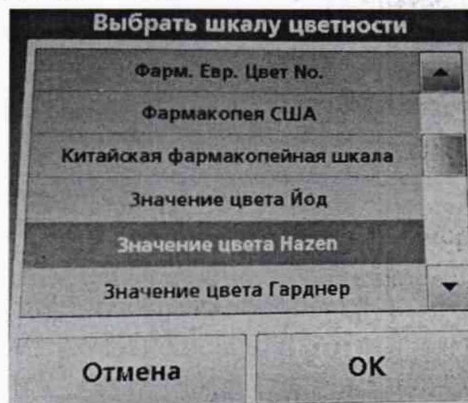


Рисунок 8

8.4.3.2 Для проведения калибровки устанавливают в измерительную ячейку спектроколориметра прямоугольную кварцевую кювету с шириной окна 10 мм с дистиллированной водой по ГОСТ 6709-72. Нажать кнопку «Калибровать».

8.4.3.3 После завершения калибровки выполняют 5-ти кратное измерение цветности дистиллированной воды. Нажать «Мера» - «Измерение цвета» (рисунок 9).

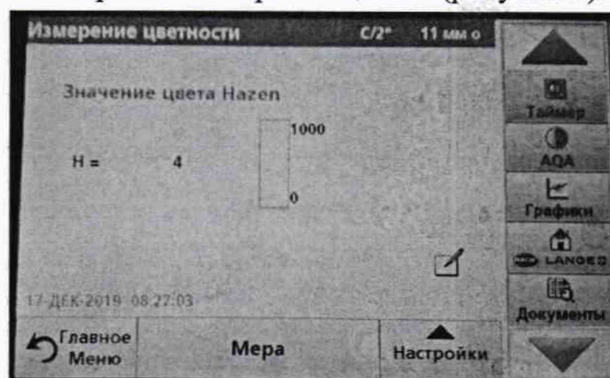


Рисунок 9

8.4.3.4 Из измерительной ячейки спектроколориметра извлекают кювету с дистиллированной водой. Поочередно устанавливают кювету с каждым раствором платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы приготовленными согласно приложению Б к данной методике поверки и проводят 5-ти кратное измерение цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале.

После установки кюветы в измерительную ячейку спектроколориметра для начала измерений нажимают «Измерение», далее измерения производятся в автоматическом режиме. Полученные значения измерений выводятся на дисплей.

8.4.3.5 Вычисляют среднее арифметическое значение измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале, \bar{E} , град. цветности, по формуле (4):

$$\bar{E} = \frac{\sum_{i=1}^n E_i}{n}, \quad (4)$$

где E_i – измеренное значение цветности, в град. цветности;

n – количество измерений.

8.4.3.6 Рассчитать значение относительной погрешности измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале, %, по формуле (5):

$$\Delta_{\text{отн}} = \frac{\bar{E} - E_{\text{ном}}}{E_{\text{ном}}} \cdot 100 \quad (5)$$

где $E_{\text{ном}}$ – номинальное значение цветности контрольного раствора, в град. цветности.

8.4.3.7 Спектроколориметры считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерения цвета по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале составляет от 0 до 500 град. цветности, а относительная погрешность измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале не превышает $\pm 15\%$.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносятся в протокол (форма протокола приведена в приложении А настоящей методики поверки).

9.2 Спектроколориметры, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными. На них выдаётся свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п.п. 8.4.1 - 8.4.3 фактических значений метрологических характеристик спектроколориметров и наносят знак поверки (место нанесения указано в описании типа) согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и спектроколориметры допускают к эксплуатации.

9.3 Спектроколориметры, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается извещение о непригодности с указанием причин. На них выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

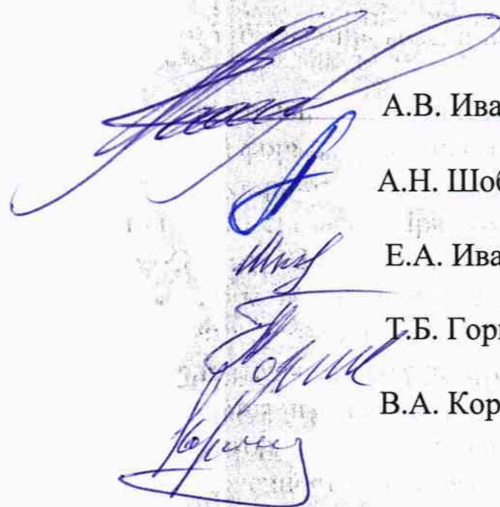
Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

Начальник сектора ФГУП «ВНИИОФИ»

Начальник лаборатории ФГУП «ВНИИОФИ»

Ведущий специалист ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер 2 категории ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В. Иванов

А.Н. Шобина

Е.А. Ивашин

Т.Б. Горшкова

В.А. Кормилицына

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)
к Методике поверки МП 019.М4-20
«ГСИ. Спектроколориметры Lico 690. Методика поверки»

ПРОТОКОЛ
первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201__ года

Средство измерений: Спектроколориметры Lico 690
Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав. № _____ **№/№** _____
Заводские номера блоков

Принадлежащее _____
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 019.М4-20 «ГСИ. Спектроколориметры Lico 690. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» «10» февраля 2020 г.
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %, не более
- атмосферное давление, кПа
- напряжение, В
- частота, Гц

Внешний осмотр: _____

Проверка идентификации программного обеспечения:

Таблица А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LICO
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.0 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	

Опробование: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Наименование характеристики	Результат	Требования методики поверки
Диапазон измерений координат цвета: X Y Z		от 2,5 до 109,0 от 1,4 до 95,0 от 1,7 до 107,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений координат цвета		± 1,5
Диапазон измерения координат цветности: x y		от 0,004 до 0,732 от 0,005 до 0,834

Наименование характеристики	Результат	Требования методики поверки
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений координат цветности		$\pm 0,01$
Диапазон измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале, град. цветности		от 0 до 500
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений цветности по платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкале, %		± 15

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

подписи, ФИО, должность

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ ПЛАТИНО-КОБАЛЬТОВОЙ (ХРОМ-КОБАЛЬТОВОЙ) ШКАЛЫ

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы в растворе серной кислоты, предназначенных для проведения поверки спектроколориметров Lico 690 (далее – спектроколориметров).

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы с погрешностью не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm \Delta_A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Допускается применение других средств измерений, приборов и реактивов, не приведенных в п. Б.3, обеспечивающих процедуру приготовления растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы для проведения поверки спектроколориметров с требуемой точностью.

Б.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 объемом 50 мл с допускаемой абсолютной погрешностью от номинальной вместимости посуды $\pm 0,12$ мл; объемом 500 мл с допускаемой абсолютной погрешностью от номинальной вместимости посуды $\pm 0,50$ мл

Б.3.2 Дозаторы автоматические и механические одноканальные «ВИОНТ» (далее – пипет-дозатор):

Объем дозирования от 0,1 до 1,0 мл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 2,0 %;

Объем дозирования от 1,0 до 10,0 мл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$ составляет от 0,6 до 3,0 %;

Б.3.3 Стандартный образец цветности водных растворов (хромато-кобальтовая шкала) ГСО 8214-2002. Интервал допускаемых аттестованных значений от 4750 до 5250 градусы цветности, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95, \pm 1,5 \%$.

Б.3.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. «Вода дистиллированная. Технические условия.» рН воды от 5,4 до 6,6.

Б.3.5 Кислота серная по ГОСТ 14262-78. Технические условия. Плотность $1,84 \text{ г/см}^3$, Массовая доля серной кислоты (H_2SO_4) от 93,5 до 95,6 %.

Б.3.6 Указанные СИ должны быть поверены в установленном порядке.

Б.4 Требования безопасности

Б.4.1. Серная кислота относится к веществам II-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007-76). Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны от 0,1 до $1,0 \text{ мг/м}^3$.

Б.4.2. При работе с серной кислотой следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены и не допускать попадания препарата на слизистые оболочки, кожные покровы, а также внутрь организма.

Б.4.3. Помещения, в которых проводятся работы с серной кислотой, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Все работы с серной кислотой необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Б.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

Б.6 Условия приготовления растворов

Б.6.1 Приготовление растворов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха, $^{\circ}\text{C}$ от + 15 до + 25;
- относительная влажность воздуха, % от 45 до 75;
- атмосферное давление, кПа от 96 до 104.

Б.7 Приготовление растворов

Б.7.1 Приготовление раствора серной кислоты

Мерную колбу объемом 500 мл наполняют дистиллированной водой на 2/3 объема, затем пипет-дозатором добавляют в колбу 0,5 мл серной кислоты, довести до метки дистиллированной водой. Закрывают колбу пробкой и перемешивают её содержимое, переворачивая 10 раз.

Б.7.2 Приготовление растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы

Б.7.2.1 Приготовить основной раствор платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы

Вскрыть ампулу ГСО 8214-2002 со стандартным образцом цветности водных растворов (хромато-кобальтовая шкала) (далее - СО). Отобрать из ампулы пипет-дозатором 5,0 мл СО, перенести в колбу объемом 50 мл, довести до метки дистиллированной водой. Закрывают колбу пробкой и перемешивают её содержимое, переворачивая 10 раз. Хранить раствор в прохладном темном месте. Полученный раствор платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы соответствует 500 град. цветности (далее – основной раствор).

Б.7.2.2 В мерную колбу вместимостью 50 мл вносят 0,5 мл основного раствора и доводят до метки раствором серной кислоты. Закрывают колбу пробкой и перемешивают её содержимое, переворачивая 10 раз. Полученный раствор платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы соответствует 5 град. цветности.

Б.7.2.3 В мерную колбу вместимостью 50 мл вносят 5,0 мл основного раствора и доводят до метки раствором серной кислоты. Закрывают колбу пробкой и перемешивают её содержимое, переворачивая 10 раз. Полученный раствор платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы соответствует 50 град. цветности.

Б.8 Оценка метрологических характеристик растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы

Б.8.1 Значения относительной погрешности приготовления основного раствора платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы ($\Delta_{\text{Аосн}}$), %, рассчитывают по формуле (Б.1):

$$\Delta_{\text{Аосн}} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2}, \quad (\text{Б.1})$$

где δ_1 - относительная погрешность измерений объема мерной колбы, %, рассчитываемая по формуле (Б.4);

δ_2 - допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального, %, в соответствии со свидетельством о поверке пипет-дозаторов с объемом дозирования от 1,0 до 10,0 мл;

δ_3 - относительная погрешность СО, %, в соответствии с паспортом.

Значения относительной погрешности приготовления раствора платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы 5 град. цветности (Δ_{A5}), %, рассчитывают по формуле (Б.2):

$$\Delta_{A5} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_4^2 + \Delta_{Aосн}^2}, \quad (\text{Б.2})$$

где δ_4 - допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального, %, в соответствии со свидетельством о поверке пипет-дозаторов с объемом дозирования от 0,1 до 1,0 мл;

Значения относительной погрешности приготовления раствора платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы 50 град. цветности (Δ_{A50}), %, рассчитывают по формуле (Б.3):

$$\Delta_{A50} = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \Delta_{Aосн}^2}, \quad (\text{Б.3})$$

Б.8.2 Относительная погрешность измерений объема мерной колбы рассчитывается по формуле (Б.4):

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (\text{Б.4})$$

где ΔV_k – абсолютная погрешность измерений объема мерной колбы, (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74), мл;

V_k - объем мерной колбы, мл.

Б.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы приведены в таблице Б.2.

Таблица Б.2 - Метрологические характеристики приготовленных растворов платино-кобальтовой (хром-кобальтовой) шкалы

№ раствора	Значение цветности раствора, градусы цветности	Относительная погрешность значения растворов хром-кобальтовой шкалы, Δ_A , %
1	5	3,92
2	50	4,51
3	500	3,36