

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

УТВЕРЖДАЮ
И.о.директора
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы вольтамперметрические АВС-5

МП 26.51-003-20851585-2019

Методика поверки

2019 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы вольтамперометрические АВС-5 (далее – анализаторы), изготавливаемые ООО «ВольтМетрика», г.Санкт-Петербург, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками - 1 год.

Методикой не предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов, отдельных автономных блоков из состава средства измерений или на меньшем числе поддиапазонов измерений.

1 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер п. МП	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование:	6.2		
Проверка работоспособности	6.2.1	да	да
Подтверждение соответствия ПО	6.2.2	да	да
Определение метрологических характеристик анализатора	6.3	да	да

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки необходимо применять средства поверки, указанные в табл.2.

Таблица 2

Наименование	Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений	Номер п. МП
Контрольные растворы ионов кадмия с массовой концентрацией ионов кадмия 10 мкг/дм ³	ГСО 7451-98	п.6.3
Гигрометр психрометрический ВИТ-2	№42453-09	п.6.3
Барометр-анероид БАММ-1	№5738-76	п.6.3

2.2 Стандартные образцы для приготовления контрольных растворов должны иметь действующие паспорта; средства измерений для контроля условий поверки должны быть поверены.

2.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих, определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

3 Условия поверки

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия окружающей среды::

температура окружающей среды, °С	от +15 до +40
относительная влажность, %	до 80 при 25 °С
атмосферное давление, кПа	70 до 106,7

4 Требования к квалификации поверителей

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие руководство по эксплуатации и настоящую методику поверки. Допускается участие в проведении измерений оператора, обслуживающего анализатор, под обязательным контролем поверителя.

4.2 При проведении поверки поверитель должен соблюдать требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на анализатор.

5 Подготовка к поверке

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

5.2 Для проведения поверки анализатор подготавливают к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- 1) комплектность анализатора, а также маркировка должны соответствовать требованиям, указанным в техническом паспорте;
- 2) на наружных поверхностях анализатора не должно быть дефектов, влияющих на его нормальную работу;
- 3) надписи на панелях анализатора должны быть четкими и соответствовать техническому паспорту и руководству по эксплуатации;
- 4) анализатор должен быть чистым, без следов коррозии.

Результаты внешнего осмотра признают положительными, если анализатор соответствует всем перечисленным требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка работоспособности

Включают питание анализатора и запускают программу AVsoft 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.

Собирают электрохимическую ячейку согласно указаниям п. 4.4 РЭ.

В окне программы AVsoft выбирают определяемый элемент - кадмий (Cd) и нажимают кнопку «старт». При этом начинает вращаться мотор анализатора и на индикаторе отображается скорость вращения рабочего электрода 1000 об/мин.

Проводят пробный полный цикл измерений на контрольном растворе с массовой концентрацией ионов кадмия 10 мкг/дм³, Приложение 1. После завершения 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.

6.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.2.1 Определение номера версии (идентификационного номера) автономного программного обеспечения

Запускают программу на ПК. После загрузки в главном меню выбирают пункт «О программе».

Результаты подтверждения версии автономного программного обеспечения признают положительными, если номер ПО соответствует номеру, указанному в таблице 3 (рис.1)

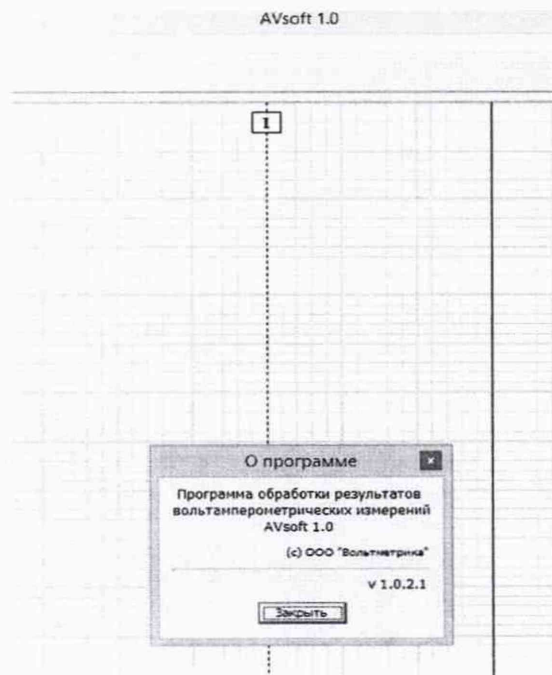


Рисунок 1-Определение номера версии (идентификационного номера) автономного программного обеспечения

6.2.2.2 Определение номера версии (идентификационного номера) встроенного программного обеспечения

Подключают анализатор к ПК, запускают программу на ПК.

После загрузки в главном меню выбирают пункт «Прибор/Информация о приборе». В открывшемся окне отобразится номер версии встроенного ПО.

Результаты подтверждения версии встроенного программного обеспечения признают положительными, если номер ПО соответствует номеру, указанному в табл.3 (рис.2)

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Встроенное ПО	Автономное ПО
Идентификационное наименование ПО	-	AVsoft
Номер версии ПО, не ниже	1.0.1	1.0*
*- номер версии может содержать дополнительные префиксы		

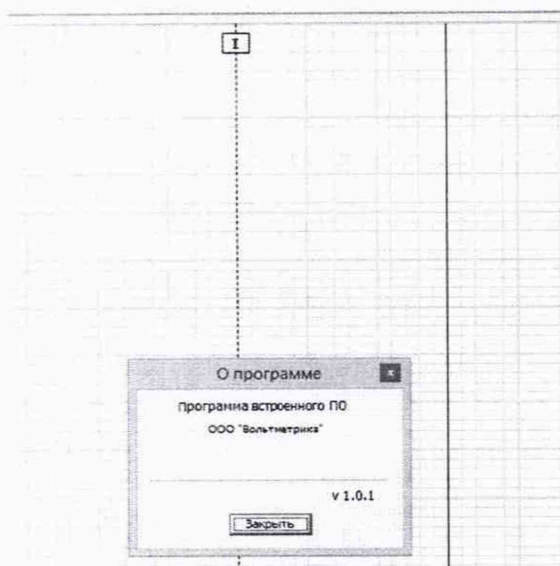


Рисунок 2 - Определение номера версии (идентификационного номера) встроенного программного обеспечения

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Для определения относительной погрешности анализатора используют контрольный раствор №1 с массовой концентрацией ионов кадмия 10 мкг/дм³. Приложение 1.

В соответствии с указаниями Приложения 2 проводят два измерения массовой концентрации ионов кадмия к контрольному раствору №1, причем для каждого измерения электрохимическую ячейку заполняют новой порцией раствора.

Рассчитывают относительную погрешность (δ , %) по формуле:

$$\delta = \frac{(C_i - C)}{C} \times 100$$

где C_i , - результат измерений для i -го заполнения электрохимической ячейки, мкг/дм³;

C - массовая концентрация ионов кадмия в контрольном растворе, мкг/дм³.

6.3.2 За значение относительной погрешности анализатора принимают большее из двух рассчитанных значений.

Результат определения относительной погрешности анализатора вольтамперометрического АВС-5 признают положительным, если δ не превышает $\pm 20\%$.

7. Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки результаты измерений заносятся в протокол.

7.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства о поверке установленной формы.

7.3 При отрицательных результатах поверки на анализатор оформляют выдается извещение о непригодности к применению.

7.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке и (или) на боковую панель анализатора.

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ИОНОВ КАДМИЯ

Контрольные растворы ионов кадмия с массовой концентрацией 10 мкг/дм³ готовят исходя из СО состава водных растворов ионов кадмия с массовой концентрацией 0,10 г/дм³, используя в качестве растворителя фоновый раствор.

Допускается готовить контрольные растворы исходя из СО с массовой концентрацией ионов кадмия 0,50 г/дм³ или 1,0 г/дм³, вводя последовательные стадии разбавления. При этом относительная погрешность приготовления растворов *d* не превышает 2,5 %.

1. Приборы, посуда и реактивы

1.1. Весы лабораторные с пределом взвешивания 200 г КТ «высокий» по ГОСТ OIML R 76-1-2011

1.2. Колбы мерные 100, 500 и 1000 мл по ГОСТ 1770-74;

1.3. Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 мл по ГОСТ 29169-91;

1.4. Стандартный образец состава водного раствора ионов кадмия ГСО 7451-98;

1.5. Калий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4234-77;

1.6. Кислота соляная, ос.ч. по ГОСТ 14261-77;

1.7. Ртуть азотнокислая 1-водная по ГОСТ 4520-78;

1.8. Вода бидистиллированная.

2. Приготовление фонового раствора

2.1. Фоновый раствор.

2.1.1. *Насыщенный раствор хлористого калия*

В 450 см³ 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 моль /дм³*

82,6 см³ концентрированной соляной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

2.1.3. *Ртуть азотнокислая, раствор 0,01 моль/дм³*.

Навеску нитрата ртути 0,343г помещают в колбу вместимостью 0,1 дм³, растворяют в нескольких каплях HCl и доводят до метки бидистиллированной водой, перемешивают.

2.1.4. *Концентрированный фоновый раствор.*

В мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают 100 см³ насыщенного раствора хлорида калия, 20 см³ раствора 1 моль/дм³ HCl и 20 см³ бидистиллированной воды. После перемешивания добавляют 5 см³ раствора 0,01 моль/дм³ азотнокислой ртути, доводят раствор до метки бидистиллированной водой и снова тщательно перемешивают.

2.1.5. *Разбавленный фоновый раствор.*

200 см³ концентрированного фонового раствора помещают в колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой.

3. Приготовление контрольных растворов.

3.1. *Раствор с массовой концентрацией ионов кадмия 10 мг/дм³*

10,0 см³ раствора СО с массовой концентрацией ионов кадмия 0,10 г/дм³ переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки разбавленным фоновым раствором и перемешивают

3.2. *Раствор с массовой концентрацией ионов кадмия 100 мкг/дм³*.

0,5 см³ раствора СО с массовой концентрацией ионов кадмия 0,10 г/дм³ переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем до метки разбавленным фоновым раствором и перемешивают.

3.3. *Контрольный раствор №1 с массовой концентрацией ионов кадмия 10 мкг/дм³.*
10,0 см³ контрольного раствора с концентрацией 100 мкг/дм³ (п.3.1.) переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки разбавленным фоновым раствором и перемешивают.

4. Хранение реактивов и растворов

4.1 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.

4.2 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/дм³ и ниже готовят непосредственно перед использованием.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (Обязательное)

Порядок проведения измерений

При измерении массовой концентрации ионов кадмия в контрольном растворе используют метод «стандартной добавки», который позволяет оптимизировать процедуру поверки, сократить время проведения поверки и расход реактивов и материалов.

1. В электрохимическую ячейку наливают 25 см³ Контрольного раствора №1 подготовленного по п.2 Приложения 1 и с помощью фторопластовой гайки закрепляют ячейку.
2. Кнопкой «старт» запускают цикл измерений, при этом начинается отработка цикла измерений в автоматическом режиме. В момент отработки цикла на экране компьютера идет отсчет времени для каждой стадии (рис.1).

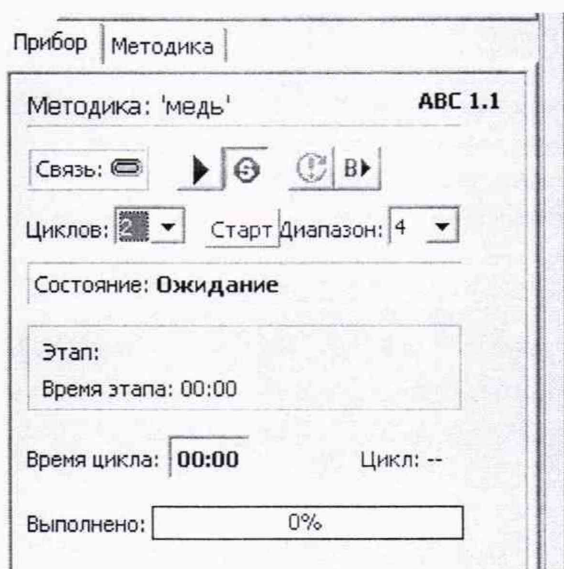





Рис.1

3. 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 2) со значениями высот пиков H_x .

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

a.
b.
c.
d.

R, %: 0.4 Визир, мВ: 0.00

e.

Рис.2

4. Микропипеткой вводят в электрохимическую ячейку добавку приготовленного по Приложению 1 раствора кадмия $10,0 \text{ мг/дм}^3$, объём добавки $V_r, 0,025 \text{ см}^3$
5. Запускают прибор и проводят пять циклов измерений. Нажимают в меню программы кнопку - «расчет концентрации» (Рис.3), рассчитывают концентрацию кадмия в растворе относительно каждого из пяти графиков.



Рис. 3

Рис. 3