

УДК 621:53.08

**Методика межлабораторных сличений средств измерений  
концентрации технологических растворов**

Гусев О.К., Марцынкевич Ю.С., Тявловский А.К.  
Белорусский национальный технический университет

Одним из наиболее эффективных способов обеспечения качества измерений является проведение межлабораторных сличений, позволяющих комплексно оценить возможности лаборатории (точность применяемого оборудования, квалификацию персонала и т. п.) по выполнению измерений или поверке средств измерений той или иной физической величины. В частности, такие сличения проводятся при аккредитации метрологической службы органами Госстандарта.

Проведение сличений средств измерений параметров химического состава различных веществ имеет свои особенности, связанные с отсутствием государственного эталона измеряемой физической величины. Причем при измерении концентрации таких веществ, как, например, водные растворы щелочей, создание первичного эталона принципиально невозможно из-за малого времени их хранения, ограниченного происходящими в растворе необратимыми химическими процессами.

При аккредитации Центра метрологического обеспечения производства новых средств измерений БНТУ возникла необходимость сличения результатов Государственных контрольных испытаний прибора технологического контроля кислотных и щелочных сред ИКР-2Д на базе Госстандарта Республики Беларусь и независимых заводских испытаний этих же приборов на базе НИЛ полупроводниковой техники. В связи с отсутствием Государственного эталона концентрации и, соответственно, невозможности непосредственной привязки рабочих эталонов концентрации к единому источнику, было предложено стандартизовать методику приготовления поверочных растворов кислот и щелочей.

Данная методика была стандартизована как составная часть аттестованной Методики поверки приборов технологического контроля кислотных и щелочных сред ИКР-2Д (регистрационный номер МП.МН 379-98, Изменение № 2). В соответствии с ней, требуемая точность рабочих этало-

нов концентрации (поверочных растворов) обеспечивается аттестацией значений концентрации растворов  $\text{HNO}_3$  и  $\text{NaOH}$  по методу кислотно-основного титрования непосредственно перед их применением (для растворов с концентрацией выше 2,50 %), или операциями разбавления с использованием высокоточных средств измерения объема (для растворов с меньшими концентрациями). Значения погрешности получаемых рабочих эталонов подтверждены расчетом, приведенным в Методике поверки.

Процедура сличений предусматривает проверку следующих характеристик средств измерений концентрации:

- диапазон измеряемых концентраций;
- основная абсолютная погрешность измерения концентрации;
- среднее квадратическое отклонение результатов измерений;

Для проверки диапазона и основной абсолютной погрешности измерения концентрации для приборов типа ИКР используют поверочные растворы  $\text{NaOH}$  и  $\text{HNO}_3$  с концентрациями 0; 0,2; 0,9; 2,0; 2,8 %, а для приборов типа ИКР-2Д – поверочные растворы  $\text{NaOH}$  с концентрациями 0,0174; 0,087; 0,174; 0,250; 0,500; 0,800; 1,25; 2,00; 2,46 % и поверочные растворы  $\text{HNO}_3$  с концентрациями 0,0180; 0,090; 0,180; 0,263; 0,525; 0,840; 1,26; 1,80; 2,52 %.

Проверку среднего квадратического отклонения результата измерений ИКР-2Д производят сорокакратным изменением концентрации каждого раствора с концентрациями 0,087, 0,500, 2,00 % для  $\text{NaOH}$  и 0,090, 0,525, 1,80 % для  $\text{HNO}_3$ .

Результаты заводских испытаний оформлены протоколами испытаний и представлены в отдел аккредитации БелГИМ. Аналогичные испытания проводились на базе ГП «ЦЭСМ». Сличение полученных результатов показало, что расхождения в полученных разными лабораториями данных не превышают заявленных значений погрешности приготовления поверочных растворов. Последние находятся в пределах от 1/5 до 1/3 нормируемой погрешности приборов ИКР и ИКР-2Д, что позволяет использовать растворы для поверки данных приборов по аттестованной методике.

С учетом результатов межлабораторных сличений Центру метрологического обеспечения производства новых средств

измерений БНТУ был выдан аттестат аккредитации № ВУ/112.02.3.0.0033.

Примеры оформления результатов испытаний представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1. Проверка диапазона измеряемых концентраций и основной абсолютной погрешности измерения концентрации ИКР-2Д № 01

приложение 1 к протоколу № 8

Наименование поверочного раствора	Концентрация поверочного раствора, С, %	Результаты измерений					Максимальное значение абсол. погрешн. $\Delta$ %
		С <sub>изм.</sub> , %					
		№1	№2	№3	№4	№5	
NaOH	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	
	0,0174	0,018	0,018	0,018	0,018	0,018	0,0006
	0,087	0,088	0,088	0,088	0,088	0,088	0,001
	0,174	0,175	0,175	0,175	0,175	0,175	0,001
	0,250	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,00
	0,500	0,51	0,51	0,51	0,51	0,51	0,01
	0,800	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,01
	1,23	1,25	1,25	1,25	1,25	1,25	0,02
	2,00	2,03	2,03	2,03	2,03	2,03	0,03
	2,46	2,49	2,49	2,49	2,49	2,49	0,03
HNO <sub>3</sub>	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	
	0,0180	0,018	0,018	0,018	0,018	0,018	0,000
	0,090	0,091	0,091	0,091	0,091	0,091	0,001
	0,180	0,181	0,181	0,181	0,181	0,181	0,001
	0,263	0,26	0,26	0,26	0,26	0,26	-0,003
	0,525	0,53	0,53	0,53	0,53	0,53	0,005
	0,840	0,85	0,85	0,85	0,85	0,85	0,01
	1,26	1,28	1,28	1,28	1,28	1,28	0,02
1,80	1,83	1,83	1,83	1,83	1,83	0,03	
	2,52	2,55	2,55	2,55	2,55	2,55	0,03

Инженер II кат. ГП "ЦЭСМ"

Н. Л. Соломахо

Директор Центра метрологического обеспечения производства новых средств измерений НИЛ ПТ БГПА

В.Л. Кирсенко

Таблица 2. Проверка среднего квадратического отклонения результатов измерения концентрации ИКР-2Д № 01

приложение 3 к протоколу № 8

Тип и концентрация поверочного раствора		NaOH 0,087% массовой доли		
Номер измерения	$x_i$ результат измерения, %	$x_i - \bar{A}$	$(x_i - \bar{A})^2$	
1.	0,088	-0,0005	0,00000025	
2.	0,088	-0,0005	0,00000025	
3.	0,088	-0,0005	0,00000025	
4.	0,088	-0,0005	0,00000025	
5.	0,088	-0,0005	0,00000025	
6.	0,088	-0,0005	0,00000025	
7.	0,088	-0,0005	0,00000025	
8.	0,088	-0,0005	0,00000025	
9.	0,088	-0,0005	0,00000025	
10.	0,088	-0,0005	0,00000025	
11.	0,088	-0,0005	0,00000025	
12.	0,088	-0,0005	0,00000025	
13.	0,088	-0,0005	0,00000025	
14.	0,088	-0,0005	0,00000025	
15.	0,088	-0,0005	0,00000025	
16.	0,089	+0,0005	0,00000025	
17.	0,089	+0,0005	0,00000025	
18.	0,089	+0,0005	0,00000025	
19.	0,089	+0,0005	0,00000025	
20.	0,089	+0,0005	0,00000025	
21.	0,089	+0,0005	0,00000025	
22.	0,089	+0,0005	0,00000025	
23.	0,089	+0,0005	0,00000025	
24.	0,089	+0,0005	0,00000025	
25.	0,089	+0,0005	0,00000025	
26.	0,089	+0,0005	0,00000025	
27.	0,089	+0,0005	0,00000025	
28.	0,089	+0,0005	0,00000025	
29.	0,089	+0,0005	0,00000025	
30.	0,089	+0,0005	0,00000025	
31.	0,089	+0,0005	0,00000025	
32.	0,089	+0,0005	0,00000025	
33.	0,089	+0,0005	0,00000025	
34.	0,089	+0,0005	0,00000025	
35.	0,089	+0,0005	0,00000025	
36.	0,088	-0,0005	0,00000025	
37.	0,088	-0,0005	0,00000025	
38.	0,088	-0,0005	0,00000025	
39.	0,088	-0,0005	0,00000025	
40.	0,088	-0,0005	0,00000025	