

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора по производственной метрологии ФГУП «ВНИИМС»

Н.В. Иванникова

Иванникова

2017 г.

Анализатор жесткости воды «СОЖ-121»

Методика поверки

МП 205-05-2017

г. Москва
2017 г.

Настоящая инструкция распространяется на анализаторы жесткости воды «СОЖ-121, изготавливаемые предприятием ООО «НПП «ТЕХНОПРИБОР», Россия, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательное проведение операции	
		при выпуске из производства и после ремонта	в эксплуатации
Внешний осмотр	5.1	Да	Да
Опробование	5.2	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	5.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	5.4	Да	Да

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки выполняют

– правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок, ГОСТ Р 12.1.019-2009,

– правила пожарной безопасности, ГОСТ 12.1.004-91,

– правила работы с химическими реактивами, ГОСТ 12.1.007-76,

– требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации поверяемого анализатора.

2.2 Прибор должен быть надежно заземлен.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- ГСО 7680-99 общей жесткости воды, аттестованное значение 100 ° Ж, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0$ % при $P=0,95$;

- весы аналитические, специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,0005$ г по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

- колбы мерные 2-500-2, 2-300-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2, 2-10-2 по ГОСТ 1770-74;

- мензурки 50, 100, ГОСТ 1770-74;

- цилиндры 1-50-1, 1-100-1, 1-250-1, ГОСТ 1770-74;

- пипетки 1-2-50, 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-1, ГОСТ 29169-91;

- стакан лабораторный Н-1-50 14, ГОСТ 25336-82;

- стаканчик для взвешивания СН-60/14, ГОСТ 25336-82.

- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

3.2 Допускается применение других средств поверки, технические и метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей методике.

При прекращении действия нормативных документов, использованных в тексте методики, новые нормативные документы, взамен отмененных, автоматически вводятся в действие в данной методике.

Все средства измерений должны быть поверены и иметь действующие свидетельства или отметки о поверке.

3.3 При периодической поверке анализаторов жесткости воды «СОЖ-121», имеющих несколько диапазонов измерений, допускается, на основании письменного заявления владельца анализаторов, проводить поверку в тех измерительных диапазонах, в которых анализатор эксплуатируется.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
- значение относительной влажности, %, не более	80
- диапазон атмосферного давления, кПа	от 84 до 106,7
- питание от сети переменного тока	
- напряжением, В	220 ⁺²² ₋₃₃
- частотой, Гц	(50±1)

4.2 Перед проведением поверки прибор выдерживают в лабораторном помещении не менее 8 ч. Анализатор подготавливают к работе согласно Руководству по эксплуатации.

4.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы в воде в соответствии с приложением 1 к настоящей инструкции.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления;
- четкость всех надписей на кнопках управления;
- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;
- наличие на приборе обозначения и заводского номера и соответствие маркировки прибора технической документации.

Анализатор считают выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п.5.1.

5.2 Опробование

Опробование проводят в соответствии с разделом 3 РЭ.

В автоматическом режиме после включения питания определяют техническое состояние анализатора. Анализатор считается прошедшим опробование, если будут выполнены все внутренние тесты и на дисплее появится окно с главным меню программы управления.

После включения анализатор переходит в режим автоматического запуска и измерений общей жесткости (ОЖ) воды, контрольного раствора или пробы в зависимости от выбранного пробоотборника. Принудительная остановка автоматических измерений приводит при следующем включении анализатора к переходу в режим профилактики дозатора, неиспользованный титрант сливается через измерительную ячейку и дозирующее устройство заполняется новым титрантом, после чего анализатор автоматически переходит в режим ожидания.

При исправном состоянии анализатора в режиме «Просмотр технического состояния» на экране высвечивается надпись «Техсостояние в норме».

5.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят визуально при включении системы. В процессе автотестирования, после перехода в режим «Просмотр результатов» в окне «Вывод версии и даты компиляции» на индикаторе отображается наименование и номер версии ПО.

Результат проверки считают положительным, если идентификационное наименование и номер версии соответствует указанному в таблице 2 или содержит более поздние дату и номер версии.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Sozh121_v25.a90
Номер версии (идентификационный номер ПО)	СОЖ 121 версия 25 Feb 20 2017
Цифровой идентификатор ПО	0x5661

5.4 Определение метрологических характеристик

5.4.1 Определение метрологических характеристик анализатора проводят при измерении массовой концентрации кальция и магния (общей жесткости) в контрольных растворах и сравнением результатов измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех контрольных растворов и/или ГСО, содержание определяемого компонента в которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.4.2 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Устанавливают параметры измерений:

- значения параметров L и Ж для контрольного раствора, соответствующего середине поддиапазона измерений, заданного выбранным номером титранта L=25,0. Ж=25 для титранта №50, Ж=50 для титранта №100 и т.д.;

- частота измерений в сутки или внешний запуск;

- предельное значение ОЖ, при котором выдается сигнал о превышении во внешнюю линию;

- возможное количество измерений с оставшимся объемом титранта.

ПРИМЕЧАНИЕ: во избежание получения недостоверных результатов измерений ОЖ воды, не рекомендуется изменять параметры заводской настройки, относящиеся к работе алгоритма вычисления ОЖ воды. Значения данных параметров подбирают индивидуально для каждого анализатора в процессе градуировки.

5.4.3 Определение приведенной и относительной погрешности измерений

5.4.3.1 Значения приведенной и относительной погрешности измерений определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с Приложением 1 к настоящей инструкции.

Анализ контрольных растворов проводят в соответствии с Руководством по эксплуатации. Результат каждого измерения обрабатывают.

5.4.3.2 Значение относительной погрешности измерений в каждой i -той точке определяют по формуле

$$\delta_i = \frac{|C_d - C_i|}{C_d} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где C_i – измеренное значение массовой концентрации кальция и магния (общей жесткости) в i -той точке диапазона измерений, мкг-экв/дм³;

C_d – действительное значение массовой концентрации кальция и магния (общей жесткости) в контрольном растворе (Приложение 1), мкг-экв/дм³.

Значение приведенной погрешности измерений общей жесткости определяют по формуле

$$\delta_{пр} = \frac{|C_d - C_i|}{(C_v - C_n)} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где C_v, C_n – значения верхней и нижней границы диапазона измерений, мкг-экв/дм³.

Полученные значения относительной и приведенной погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³)	от 5 до 50
Пределы допускаемой приведенной погрешности, % в диапазоне от 5 до 50 мкг-экв/дм ³	±10
Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³):	от 10 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах:	
от 10 до 50 мкг-экв/дм ³	± 10
св. 50 до 100 мкг-экв/дм ³	± 5
Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³):	от 20 до 200
Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах:	
от 20 до 100 мкг-экв/дм ³	± 10
св. 100 до 200 мкг-экв/дм ³	± 5
Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³):	от 50 до 500
Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах:	
от 50 до 250 мкг-экв/дм ³	±10

Наименование характеристики	Значение характеристики
св. 250 до 500 мкг-экв/дм ³	±5
Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³)	от 100 до 1000
Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах:	
от 100 до 500 мкг-экв/дм ³	±10
св. 500 до 1000 мкг-экв/дм ³	±5
Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость) мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³):	от 200 до 2000
Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах:	
от 200 до 1000 мкг-экв/дм ³	±10
св. 1000 до 2000 мкг-экв/дм ³	±5
Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³)	от 500 до 5000
Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах:	
от 500 до 2500 мкг-экв/дм ³	±10
св. 2500 до 5000 мкг-экв/дм ³	±5
Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³)	от 1000 до 10000
Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах:	
от 1000 до 5000 мкг-экв/дм ³	±10
св. 5000 до 10000 мкг-экв/дм ³	±5
Примечание – $1000 \text{ мкг-экв/дм}^3 = 1 \text{ мг-экв/дм}^3 = 1^\circ \text{ Жесткости}$	

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол (Приложение 2).

6.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

6.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП «ВНИИМС», к.х.н.



О.Л. Рутенберг

Приложение 1

**Методика приготовления контрольных растворов
кальция и магния (общей жесткости)**

1 Для приготовления контрольных растворов кальция и магния (общей жесткости) применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- ГСО 7680-99 общей жесткости воды, аттестованное значение 100 ° Ж, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0\%$ при $P=0,95$.

- весы аналитические, специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,0005$ г по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

- колбы мерные 2-500-2, 2-300-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2, 2-10-2 по ГОСТ 1770-74;

- мензурки 50, 100, ГОСТ 1770-74;

- цилиндры 1-50-1, 1-100-1, 1-250-1, ГОСТ 1770-74;

- пипетки 1-2-50, 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-1, ГОСТ 29169-91;

- стакан лабораторный Н-1-50 14, ГОСТ 25336-82;

- стаканчик для взвешивания СН-60/14, ГОСТ 25336-82.

2 Общие указания

2.1 Для приготовления растворов используют дистиллированную воду. Технические требования к воде дистиллированной приведены в таблице 1-1.

Таблица 1-1

Наименование показателя	Норма, мг/дм ³ , не более	Эквивалент нормы по азоту, мг/дм ³ , не более
Массовая концентрация аммонийных солей (NH ₄)	0,02	0,016
Массовая концентрация нитратов (NO ₃)	0,2	0,045
Массовая концентрация общего углерода	Не нормируется	-
Массовая концентрация веществ, окисляемых KmnO ₄ (перманганатная окисляемость)	0,08	-
Массовая концентрация веществ, окисляемых K ₂ Cr ₂ O ₇ (бихроматная окисляемость)	Не нормируется	-

2.2 Перед приготовлением контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить раствор, не менее 2 часов, посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, тщательно ополаскивают очищенной водой и высушивают.

2.3 Температура окружающего воздуха при приготовлении контрольных растворов (20 \pm 5) °С.

3 Приготовление контрольных растворов

3.1 Контрольные растворы для определения диапазона измерений и значения относительной погрешности измерений массовой концентрации кальция и магния (общей жесткости) готовят в соответствии с таблицей 1-2.

Таблица 1-2

Индекс контрольного раствора	Массовая концентрация кальция и магния (общей жесткости), мкг-экв/дм ³ (или мкмоль/дм ³)	Исходный раствор	объем исходного раствора, см ³	Объем готового раствора, см ³
1	8000	ГСО 7680-99	80	1000
2	4000	ГСО 7680-99	40	1000
3	5000	Раствор 1 + ГСО	125+ 40	1000
4	2500	Раствор 2	625	1000
5	2000	Раствор 1	250	1000
6	1600	Раствор 1	200	1000
7	1000	Раствор 1	125	1000
8	800	Раствор 1	100	1000
9	500	Раствор 2	125	1000
10	400	Раствор 1	50	1000
11	250	Раствор 2	62,5	1000
12	200	Раствор 1	25	1000
13	160	Раствор 1	20	1000
14	100	Раствор 2	25	1000
15	80	Раствор 1	10	1000
16	50	Раствор 2	12,5	1000
17	40	Раствор 1	5	1000
18	25	Раствор 2	6,25	1000
19	20	Раствор 1	2,5	1000
20	10	Раствор 2	2,5	1000

3.2 Приготовление контрольных растворов методом разбавления

Отбирают с помощью пипетки соответствующей вместимости указанный объем исходного раствора, переносят в мерную колбу, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор тщательно перемешивают.

3.3 Приготовленные растворы переносят во флакон из темного стекла с герметичной крышкой. Срок хранения в герметичном флаконе в темном прохладном месте 3 дня.

3.4 Границы относительной погрешности приготовленного контрольного раствора рассчитывают по формуле (1.1)

$$\delta_c = 1,1 \cdot \sqrt{\left(\left(\frac{\Delta c_a}{c_a}\right)^2 + \left(\frac{\Delta v}{v}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2\right)} \cdot 100\%, \quad (1.1)$$

где Δc_a – погрешность аттестованного значения СО жесткости, мкг-экв/дм³ (мкмоль/дм³);
 c_a – аттестованное значение СО жесткости, мкг-экв/дм³ (мкмоль/дм³);
 Δv – погрешность мерной пипетки, см³;

v – вместимость мерной пипетки, см^3 ;
 ΔV – погрешность мерной колбы, см^3 ;
 V – вместимость мерной колбы, см^3 .

Относительная погрешность массовой концентрации растворов не превышает $\pm 1,5\%$.

3.8 Контрольные растворы используют в день приготовления.

Приложение 2
(рекомендуемое)

Протокол поверки

1 Наименование: _____

Зав. номер _____

Тип _____

Год выпуска _____

2 Производитель: _____

3 Принадлежит _____ ИНН _____

4 Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- атмосферное давление, кПа _____

- относительная влажность, % _____

5 Средства измерений, применяемые при поверке:

Таблица 1

Наименование СИ	Тип СИ	Заводской №	Диапазон измерений	Класс, разряд, погрешность	Дата очередной поверки

6 Наименование документа, в соответствии с которым проводится поверка: _____

7 Операции поверки:

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

7.2 Опробование

Подтверждение соответствия программного обеспечения

7.3 Определение метрологических характеристик.

Результат определения относительной (приведенной) погрешности анализатора записывается в таблицу 2.

Таблица 2

Номер и наименование контрольного раствора или ГСО	Действительное (аттестованное) значение, мкг-экв/дм ³	Результат измерений, мкг-экв/дм ³	Относительная (приведенная) погрешность, %	Предел допускаемой относительной (приведенной) погрешности, %
1				
2				
3				

Относительная (приведенная) погрешность измерений не превышает _____ %.

Вывод: _____

Подпись поверителя _____

Дата _____