УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

по производственной метрологии

ФГУП «ВНИИМС»

Н.В. Иванникова

иогоря 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы жидкости поточные AccuSeries

Методика поверки

МП 205-19-2020

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на анализаторы жидкости поточные AccuSeries (далее – анализаторы), производства фирмы «Galvanic Applied Sciences Inc.», США, Канада и устанавливает методику их первичной и периодической поверок, а также обеспечивает прослеживаемость поверяемого СИ к ГПЭ средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Росстандарта № 2753 от 27.12.2018 или к первичным референтным методикам измерений или к национальным первичным эталонам иностранных государств (при отсутствии действующих ГСО и первичных референтных методик измерений).

Интервал между поверками – 1 год.

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

7		_			- 4
- 1	9	nt	TTT	пa	
	α		ıи	110	

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции при проведении поверки:	
	поверки	Первичной	Периодической
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Проверка ПО	7.3	Да	Да
Опробование	7.4	Да	Да
Определение метрологиче- ских характеристик	7.5	Да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метроло- гическим требованиям	8	Да	Да

- 2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получают отрицательный результат, дальнейшую проверку прекращают.
- 2.3 В случае многоканального исполнения анализаторов при проведении периодической поверки допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов на основании письменного заявления лица, представляющего СИ на поверку.
- 2.4 Анализаторы являются индивидуально градуируемыми СИ, поверка выполняется для определяемого компонента и диапазона измерений в соответствии с заводскими настройками.
- 2.5 При периодической поверке анализаторов, эксплуатируемых по утвержденным в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 методикам измерений допускается метрологические характеристики определять в соответствии с разделом «Контроль показателей точности» документа на методику измерений. При этом подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям выполняют путем подтверждения соответствия метрологических характеристик требованиям, приведенным в документе на методику поверки.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25
- относительная влажность, %	от 30 до 80
– атмосферное давление, кПа	от 85 до 106

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

- 4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие высшее или среднетехническое образование, опыт работы в области аналитической химии, прошедшие инструктаж по технике безопасности и аттестованные в качестве поверителя.
- 4.2 К приготовлению контрольных растворов и выполнению операций по управлению анализатором по месту эксплуатации могут быть допущены операторы, обслуживающие СИ и имеющие допуск к выполнению работ, под непосредственным контролем поверителя.
- 4.3 При выполнении работ с применением растворов щелочей, кислот и других едких веществ в помещении должно присутствовать не менее двух человек, включая поверителя.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют следующие средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2	
Номер пункта поверки	Наименование средств поверки, номер документа, регламентирующего требования к средствам поверки, метрологические и технические характеристики
7.1 - 7.5	Барометр-анероид БАММ-1 (рег. № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 160 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности ± 0,2 кПа; Термогигрометр ТЕЅТО мод. 608-Н1,(рег. № 53505-13) диап. изм. температуры от 0 до 50 °C, абс. погрешн. ± 0,5 °C, диап. изм. отн. влажности от 15 до 85 %, абс. погрешн. ±3 %.,
7.2, 7.4 - 7.5	ГСО состава водных растворов ионов: ГСО 7768-2000 состава раствора ионов молибдена (VI) от 0,095 до 0,105 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 8065-94 состава водного раствора ионов кальция от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7474-98 состава раствора ионов натрия от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7781-2000 состава раствора ионов хрома (VI) от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7747-99 состава раствора ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7260-96 состава раствора фосфат-ионов от 0,475 до 0,525 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7793-2000 состава раствора нитрат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7970-2001 состава раствора сульфид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7261-96 состава раствора фторид-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7261-96 состава раствора фторид-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95, ГСО 7261-96 состава раствора фторид-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при Р=0,95, ГСО 7764-2000 состава раствора монов меди от 0,95 до 1,05 мг/см 7764-2000 состава раствора монов меди от 0,95 до 1,05 мг/см 7764-2000 состава раствора монов меди от 0,95 до 1,05 мг/см 7764-2000

Номер пункта поверки	Наименование средств поверки, номер документа, регламенти-	
	рующего требования к средствам поверки, метрологические и	
	технические характеристики	
	мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погреш-	
	ности аттестованного значения ±1 % при Р=0,95,	
	ГСО 8213-2002 состава раствора ионов железа (III) от 9,5 до 10,5	
	мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погреш-	
	ности аттестованного значения ±1 % при Р=0,95,	
	ГСО 8403-2003 состава раствора гидрокарбонат-ионов от 0,95 до	
	1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной по-	
	грешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95,	
	ГСО 10450-2014 массовой доли карбоната натрия в карбонате	
-	натрия высокой чистоты от 99,95 до 100,00 %, границы допуска-	
	емой абсолютной погрешности аттестованного значения ± 0,03 %	
	при Р=0,95	
	Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224	
	(рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML	
	R 76-1-2011 , НПВ 220 г	
	Мерная и лабораторная посуда (перечень, в зависимости от	
	назначения, приведен в Приложении 1):	
	- колбы мерные по ГОСТ 1770-74;	
	- стаканы B-2-1000 TXC по ГОСТ 25336-82;	
	- пипетки градуированные по ГОСТ 29227-91;	
	- пипетки с одной отметкой 2-2-100 ГОСТ 29169-91 или бюретки	
	I-1-2-100-0,2 ΓΟCT 29254-91;	
	- стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336-82;	
	 воронки по ГОСТ 25336-82; 	
- стаканы фарфоровые по ГОСТ 9147-80.		
	Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации «ч.д.а» или	
	реактив импортного производства, содержание основного ком	
	нента - не ниже 98 %.	
	Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005.	
	Допускается использование очищенной с помощью специальных	
	фильтров дистиллированной воды.	
	Вода дистиллированная, не содержащая диоксида углерода по	
	ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).	
Примечание - Перечень	средств поверки к п.п. 7.2, 7.4 - 7.5 зависит от назначения анализа-	

Примечание - Перечень средств поверки к п.п. 7.2, 7.4 - 7.5 зависит от назначения анализатора (см. Приложение 1)

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО - действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

- 6.1 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.4.021-75, а при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009 и ГОСТ 12.2.007.0-75.
- 6.2 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.

- 6.3 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности, которые должны соблюдаться при работе с приборами в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам.
- 6.4 При работе выполняют требования безопасности в соответствии с инструкциями к ГСО и чистым веществам.
- 6.5 При выполнении работ с применением растворов щелочей, кислот и других едких веществ используют средства защиты спец. одежду, очки (маску, защищающую глаза и лицо), перчатки. Операции выполняют вблизи источника проточной воды. При попадании реактива на незащищенную кожу, немедленно смывают проточной водой.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр СИ

При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие внешнего вида, комплектности и маркировки анализатора технической документации;
 - надежность крепления соединительных элементов;
 - серийный (заводской) номер.
 - 7.2 Подготовка к выполнению поверки

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- 1) Поверяемый анализатор подготавливают к работе в соответствии с РЭ. Подготавливают вспомогательные растворы и, при необходимости, устанавливают заводские настройки анализатора в соответствии с документацией, входящей в комплект СИ. Контрольные растворы помещают в специальные емкости, соединяемые с помощью трубки с фиттингом для калибровочного эталона (п. 3.7 РЭ).
- 2) Устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией.
- 3) Приготавливают контрольные растворы в соответствии с Приложением 1, переливают их в емкость и соединяют коммуникациями с измерительной ячейкой в соответствии с РЭ.
- 4) Поверку СИ, эксплуатируемого по аттестованной по ГОСТ Р 8.563-2009 методике измерений, проводят в соответствии с разделом «Контроль точности измерений» (или аналогичным) с использованием средств измерений, стандартных образцов, контрольных растворов и других вспомогательных средств, указанных в методике измерений.
 - 7.3 Проверка ПО
- 7.3.1 Идентификационные данные встроенного ПО проверяют, входя с помощью клавиатуры анализатора во вкладку «Info» (способы перехода во вкладку приведены в п. 4.9 РЭ анализатора). Результаты проверки положительные, если высвечивается идентификационное наименование: Firmware, номер версии не ниже 08.01.01.32.
- 7.3.2 При использовании внешнего ПО GUI AccuSeries Analyzers, идентификационные данные проверяют во вкладке «About». Результаты проверки положительные, если отображаются идентификационное наименование: AccuSeries Analyzers, номер версии не ниже 9.0.1.5.
 - 7.4 Опробование
- 7.4.1 Включают анализатор в соответствии с инструкцией по эксплуатации, проверяют отсутствие сообщений об ошибках и отказах при прохождении процедуры диагностики состояния прибора, проверяют настройки анализа.
- 7.4.2 Результаты опробования считают положительными, если сообщения об отказах и неисправностях отсутствуют; при выполнении пробных измерений отображаются стадии выполнения процесса в соответствии с настройками, по окончании измерений на экран выводится результат в требуемых единицах измерений.

- 7.5 Определение метрологических характеристик
- 7.5.1 Определение метрологических характеристик (погрешности, приведенной к диапазону измерений) выполняют с применением контрольных растворов определяемого компонента в соответствии с назначением анализатора.
 - 7.5.2 Поверку проводят в следующих точках диапазона (в % от диапазона измерений):
- (10 ± 10) , (50 ± 10) , (90 ± 10) . Растворы подают в порядке возрастания содержания определяемого компонента.
- 7.5.3 Для каждого контрольного раствора получают не менее трех результатов измерений.

8 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

8.1 Обработка результатов поверки

Для результатов измерений, полученных в соответствии с п. 7.5, рассчитывают значение погрешности, приведенной к диапазону по формуле (1).

$$\gamma = 100 \cdot \frac{\left| C_i - C_{\pi} \right|}{D},\tag{1}$$

где C_i – i-тый результат измерений массовой концентрации или массовой доли компонента, мг/дм³, %;

 $C_{\text{Д}}$ – действительное значение массовой концентрации или массовой доли компонента в контрольном растворе, мг/дм³, %;

D - диапазон измерений массовой концентрации или массовой доли компонента, мг/дм 3 , 6 .

Результаты проверки метрологических характеристик считают положительными, если все полученные значения погрешности, приведенной к диапазону измерений, соответствуют требованиям, приведенным в приложении 2.

8.2 Результаты поверки считают положительными, если все операции поверки выполнены с положительным результатом.

9 Оформление результатов поверки

- 9.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.
- 9.2 Средства измерений, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, выдают свидетельство о поверке или оформляют иным способом в соответствии с действующим на момент поверки документом, предусмотренным частью 4 статьи 13 Федерального закона № 102-ФЗ и утвержденным в соответствующем порядке, устанавливающим порядок проведения и оформления поверки средств измерений.
- 9.3 На средства измерений, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с документом, устанавливающим порядок оформления результатов поверки.
 - 9.4 После ремонта средства измерений подвергают поверке.
- 9.5 Знак поверки наносят в техническую документацию и/или в свидетельство о поверке.

Burfole

Приложение 1 (рекомендуемое)

Методика приготовления контрольных растворов для поверки

Контрольные растворы для поверки анализаторов жидкости поточных AccuSeries готовят из ГСО состава растворов ионов объемным методом и из чистых веществ - весовым и объемно - весовым методами.

Для каждого анализатора (при многоканальном исполнении - каждого измерительного канала) готовят три контрольных раствора (КР) в соответствии с п. 7.5.2 методики поверки:

KP0 - очищенная дистиллированная вода, (10±10) % от диапазона,

КР1 - (50±10) % от диапазона,

КР2 - (90±10) % от диапазона.

Погрешность действительного значения массовой концентрации (объемной доли) компонента в контрольном растворе, определяемая по процедуре приготовления не должна превышать 1/3 погрешности средства измерений в точке поверки.

Границы относительной погрешности действительного значения содержания определяемого компонента по настоящей методике не превышают ± 3 %.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

В соответствии с назначением анализаторов (модель, метод, определяемый компонент и диапазон измерений) перечень применяемых средств измерений, посуды и реактивов приведен в соответствующем разделе данной методики.

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При приготовлении контрольных растворов должны быть соблюдены требования безопасности в соответствии с разделом 1а ГОСТ 11086-76 и с инструкциями по безопасности к реактивам и стандартным образцам.

При работе с щелочами должны применяться средства защиты (очки, перчатки).

3 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

- Перед приготовлением растворов посуда должна быть промыта хромовой смесью, дистиллированной водой и высушена.
- 3.2 Ампулы со стандартными образцами проверяют на целостность, удаляют этикетку с ампулы, многократно омывая ее дистиллированной водой.
- 3.4 Проверяют наличие и срок действия паспортов на ГСО. Перед приготовлением растворов NaOH проверяют наличие и срок действия сертификата (в случае применения импортного реактива).
- 3.5 Условия окружающей среды должны соответствовать требованиям настоящего документа и инструкций к ГСО.
- 4 РАСЧЕТ ДЕЙСТВИТЕЛЬНОГО ЗНАЧЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОПРЕДЕЛЯЕМЫХ КОМПОНЕНТОВ В КОНТРОЛЬНЫХРАСТВОРАХ КР1 И КР2 (ОБЪ-ЕМНЫЙ МЕТОД)

Действительное значение массовой концентрации компонента в контрольном (или промежуточном) растворе (п. 5 - настоящего приложения), мг/дм³ находят по формуле (1.1)

$$C_{\kappa} = \frac{C_0 \cdot V_1}{V_p},\tag{1.1}$$

где C_0 – значение массовой концентрации компонента в CO в соответствии с паспортом или в промежуточном растворе, мг/см³ (г/дм³),

 V_1 - объем аликвоты раствора ГСО (промежуточного раствора), см³,

5 КОНТРОЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ МОДЕЛИ AccuColor. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ACM)

5.1 Приготовление контрольных растворов Cr (VI) , диапазон измерений от 0 до $0.2~{\rm mr/дm}^3$

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7781-2000 состава раствора ионов хрома (VI) от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95.
- Колбы мерные 2-500-2, 2-100-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление рабочего (промежуточного) раствора P1 с массовой концентрацией Cr (VI) 10 мг/дм³

С помощью мерной пипетки вместимостью $1~{\rm cm}^3$ отбирают аликвоту ГСО состава раствора объемом $1~{\rm cm}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью $100~{\rm cm}^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией Cr (VI) 0,1 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см^3 отбирают аликвоту рабочего раствора P1 объемом 5 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией Cr (VI) 0,2 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 10 см^3 отбирают аликвоту рабочего раствора P1 объемом 10 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.2 Приготовление контрольных растворов Cu^{2+} , диапазон измерений от 0 до 1 мг/дм 3

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7764-2000 состава раствора ионов меди от 0,95 до 1,05 мг/см 3 , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95.
- Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией Cu^{2+} 0,5 мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 0,5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией $Cu^{2+}1$ мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью $1~{\rm cm}^3$ отбирают аликвоту ГСО объемом $1,0~{\rm cm}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью $1000~{\rm cm}^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.3 Приготовление контрольных растворов Fe^{3+} , диапазон измерений от 0 до 10 $\mathrm{MF/лm}^3$

ГСО, посуда и реактивы

MBIA SHATCHIN UTHOCHTCHBROW HOLPCHBROCK ATTOCKOBARNOTO SHA ICHIM -1 / V 11/21 - V, V

- Колбы мерные 2-1000-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-1 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией Fe^{3+} 5 мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 0,5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией $Fe^{3+}10$ мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.4 Приготовление контрольных растворов Мо (VI), диапазон измерений от 0 до 2 мг/дм^3

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7768-2000 состава раствора ионов молибдена (VI) от 0,095 до 0,105 мг/см 3 , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95.
- Колбы мерные 2-100-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией Mo (VI) 1 мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией Mo (VI) 2 мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 2 см^3 отбирают аликвоту ГСО объемом 2 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.5 Приготовление контрольных растворов ${\rm PO_4}^{3}$, диапазон измерений от 0 до 5 мг/дм 3

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7260-96 состава раствора фосфат-ионов от 0,475 до 0,525 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95.
- Пипетки градуированные 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.
- Колбы мерные 2-1000-2, по ГОСТ 1770-74.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора $KP1\,$ с массовой концентрацией PO_4^{3-} 2,5 мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2~c массовой концентрацией PO_4^{3-} 5 мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 10 см³ отбирают аликво-

1 СО, посуоа и реактивы

- ГСО 7747-99 состава раствора ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм 3 , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95.
- Колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией NH_4^+ 1 мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью $1~{\rm cm}^3$ отбирают аликвоту ГСО объемом $1~{\rm cm}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью $1000~{\rm cm}^3$, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией NH_4^+2 мг/дм³ С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 2 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 2 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.7 Приготовление контрольных растворов S^2 , диапазон измерений от 0 до 10 мг/лм³

ГСО, посуда и реактивы

- Γ CO 7970-2001 состава раствора сульфид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95.
- Колбы мерные 2-200-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г.
- Стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82.
- Воронки B-56-80-XC ГОСТ 25336-82.
- Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации не ниже «ч.д.а.» или стандарт-титры (фиксаналы) для приготовления 0,1 М раствора NaOH.
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление вспомогательного раствора с молярной концентрацией NaOH 0,1 моль/дм 3 (0,1M)

Раствор готовят по инструкции к стандарт-титру или следующим образом: берут навеску натрия гидроокиси $(4,00\pm0,01)$ г, количественно переносят в колбу вместимостью $1000~{\rm cm}^3$, многократно омывая стаканчик для взвешивания и воронку. Добавляют дистиллированную воду $(1/4-1/3~{\rm колбы})$, тщательно перемешивают до растворения. Доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и дают отстояться. Раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой емкости. Срок хранения - $2~{\rm недели}$.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией S^{2-} 5 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора вспомогательным раствором до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией S^2 - 10 мг/дм³ С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 2 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 2 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора вспомогательным раствором до метки и перемешивают.

- Пипетки градуированные 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 , НПВ 220 г.
- Стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82.
- Воронки В-56-80-ХС ГОСТ 25336-82.
- Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации не ниже «ч.д.а.».
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией S^{2-} 0,5 мг/дм³ Берут навеску натрия гидроокиси (0,400 ± 0,005) г, количественно переносят в колбу

Берут навеску натрия гидроокиси $(0,400 \pm 0,005)$ г, количественно переносят в колбу вместимостью 1000 см^3 , многократно омывая стаканчик для взвешивания и воронку. Добавляют дистиллированную воду (1/4-1/3 колбы), тщательно перемешивают до растворения. С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см^3 отбирают аликвоту ГСО объемом $0,5 \text{ см}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доливают вспомогательным раствором до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией S^{2-} 1 мг/дм³

Берут навеску натрия гидроокиси $(0,400 \pm 0,005)$ г, количественно переносят в колбу вместимостью $1000 \, \mathrm{cm}^3$, многократно омывая стаканчик для взвешивания и воронку. Добавляют дистиллированную воду $(1/4-1/3 \, \mathrm{колбы})$, тщательно перемешивают до растворения. С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью $1 \, \mathrm{cm}^3$ отбирают аликвоту ГСО объемом $1 \, \mathrm{cm}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью $1000 \, \mathrm{cm}^3$, доливают вспомогательным раствором до метки и перемешивают.

- 6 КОНТРОЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ МОДЕЛИ AccuColor ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ (ACT)
- 6.1 Приготовление контрольных растворов ${\rm Ca}^{2+}$, диапазон измерений от 0 до 50 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 8065-94 состава водного раствора ионов кальция от 0,95 до 1,05 г/дм 3 , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95 (не менее 3-х ампул по 5 см 3).
- Пипетки градуированные 1-2-2-5 по ГОСТ 29227-91.
- Колбы мерные 2-100-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770-74.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды. Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией Ca^{2+} 25 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией Ca^{2+} 50 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

12

7 КОНТРОЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ МОДЕЛИ AccuSense ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ИОН-СЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ (AISE)

7.1 Приготовление контрольных растворов NH₄⁺, диапазон измерений от 0 до

- Пипетка с одной отметкой 2-2-100 I ОСТ 29109-91 или оюретка 1-1-2-100-0,2 г ОСТ 2920-7 91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией NH_4^+ $500\,\mathrm{mg/dm}^3$

С помощью пипетки или бюретки вместимостью $100~{\rm cm}^3$ отмеряют аликвоту ГСО объемом $100~{\rm cm}^3$ в колбу вместимостью $200~{\rm cm}^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией NH_4^+ $1000~{\rm Mz/\partial M}^3$

В качестве раствора КР2 используют непосредственно ГСО.

7.2 Приготовление контрольных растворов F, диапазон измерений от 0 до 2 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7261-96 состава раствора фторид-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см 3 , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95.
- Колбы мерные 2-1000-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора $\mathit{KP1}$ с массовой концентрацией F 1 мг/дм 3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью $1~{\rm cm}^3$ отбирают аликвоту ГСО объемом $1~{\rm cm}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью $1000~{\rm cm}^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией F 2 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 2 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 2 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.3 Приготовление контрольных растворов Na^+ , диапазон измерений от 0 до 250 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- Γ CO 7474-98 состава раствора ионов натрия от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95 (не менее 55 см³).
- Колбы мерные 2-100-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-25 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией Na⁺ 125

мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 25 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 25 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

13

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7747-99 состава раствора ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95 (не менее 40 cm^3).
- ГСО 7793-2000 состава раствора нитрат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95 (не менее 40 см³).
- Колбы мерные 2-200-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией ионов аммония $50~{\rm Mz/\partial m}^3$ и массовой концентрацией нитрат-ионов $50~{\rm Mz/\partial m}^3$

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см 3 отбирают аликвоту ГСО ионов аммония объемом 5 см 3 , помещают в мерную колбу вместимостью 100 см 3 , с помощью другой градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см 3 отбирают аликвоту ГСО нитрат-ионов объемом 5 см 3 , помещают в ту же колбу, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией ионов аммония $100 \, \text{мг/дм}^3$ и массовой концентрацией нитрат-ионов $100 \, \text{мг/дм}^3$

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 10 cm^3 отбирают аликвоту ГСО ионов аммония объемом 10 cm^3 , помещают в мерную колбу вместимостью 100 cm^3 , с помощью другой градуированной мерной пипетки вместимостью 10 cm^3 отбирают аликвоту ГСО нитрат-ионов объемом 10 cm^3 , помещают в ту же колбу, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

- 8 КОНТРОЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ МОДЕЛИ AccuSense. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ (APT)
- 8.1 Приготовление контрольных растворов HCO_3 , диапазон измерений от 0 до 200 мг/дм^3

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 8403-2003 состава раствора гидрокарбонат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95 (не менее 40 см³).
- Колбы мерные 2-100-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки с одной отметкой 1-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29227-91.
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией HCO_3^- 100 мг/дм 3

С помощью мерной пипетки вместимостью $10~{\rm cm}^3$ отбирают аликвоту ГСО объемом

 $10~{\rm cm}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью $100~{\rm cm}^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора KP2 с массовой концентрацией HCO_3 200 мг/дм³

С помощью мерной пипетки вместимостью $20~{\rm cm}^3$ отбирают аликвоту ГСО объемом $20~{\rm cm}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью $100~{\rm cm}^3$, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.2 Приготовление контрольных растворов NaOH, диапазон измерений от 0 до 20 %

ГСО, посуда и реактивы

- Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г.
- Пипетка с одной отметкой 2-2-100 ГОСТ 29169-91 или бюретка I-1-2-100-0,2 ГОСТ 29254-91.
- Стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82.
- Стаканы фарфоровые 4 ГОСТ 9147-80.
- Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации не ниже «ч.д.а.» или стандарт-титры (фиксаналы) для приготовления 0,1 М раствора NaOH.
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой долей NaOH 10 %

В стаканчик для взвешивания или бюкс отбирают навеску натрия гидроокиси $(11,1\pm0,1)$ г, записывают результаты взвешивания (m_1) , переносят в фарфоровый стакан вместимостью $250~{\rm cm}^3$, взвешивают пустой бюкс (m_2) . С помощью пипетки или бюретки вместимостью $100~{\rm cm}^3$ (осторожно!) добавляют $100~{\rm cm}^3$ очищенной воды в стакан с навеской натрия гидроокиси, перемешивают до растворения, переливают в полиэтиленовую емкость для реактива, хранят в условиях, предотвращающих контакт с воздухом.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой долей NaOH 20 %

В стаканчик для взвешивания или бюкс отбирают навеску натрия гидроокиси $(25,0\pm0,1)$ г, записывают результаты взвешивания (m_1) , переносят в фарфоровый стакан вместимостью $250~{\rm cm}^3$, взвешивают пустой бюкс (m_2) . С помощью пипетки или бюретки вместимостью $100~{\rm cm}^3$ (осторожно!) добавляют $100~{\rm cm}^3$ очищенной воды в стакан с навеской натрия гидроокиси, перемешивают до растворения, переливают в полиэтиленовую емкость для реактива, хранят в условиях, предотвращающих контакт с воздухом.

Действительное значение массовой доли компонента, %, находят по формуле

$$C_p = \frac{m_1 - m_2}{(m_1 - m_2) + V_g} \cdot 100, \qquad (1.2)$$

 m_1 m_1 — действительные значения массы бюкса с навеской и пустого бюкса (после перенесения навески), Γ ,

 V_B - масса воды, Γ ($V_B = 100 \ \Gamma$).

Примечание - допускается приготовление увеличенного объема растворов, в кратных количествах, с применением посуды соответствующей вместимости.

8.3 Приготовление контрольных растворов NaOH и Na₂CO₃ (одновременное присутствие), диапазон измерений NaOH от 0 до 1500 мг/дм³, Na₂CO₃ от 0 до 3000 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

ГСО 10450-2014 массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты от 99,95 до 100,00 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения \pm 0,03 % при P=0,95.

- Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г.
- Колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82.

- Воронки В-56-80-ХС ГОСТ 25336-82.
- Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации «ч.д.а» или реактив импортного производства, содержание основного компонента не ниже 98 %, прошедшие входной контроль в соответствии с п.п. 3.2 -3.3 ГОСТ 4328-77 или имеющие действующий сертификат анализа.
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление контрольного раствора KP1 с массовой концентрацией NaOH 750 мг/дм³ и массовой концентрацией Na_2CO_3 1500 мг/дм³

В стаканчик для взвешивания или бюкс отбирают навеску натрия гидроокиси (750 ± 5) мг, записывают результаты взвешивания, количественно переносят в мерную колбу для контрольного раствора KP1 вместимостью 1000 см^3 . В другом стаканчике для взвешивания отбирают навеску $\Gamma CO Na_2 CO_3 (1495 \pm 5)$ мг, записывают результаты взвешивания и количественно переносят в мерную колбу для контрольного раствора KP1. Добавляют очищенную воду до 1/3 объема колбы (приблизительно), тщательно перемешивают до растворения, доводят объем раствора до метки очищенной водой, тщательно перемешивают и переливают в полиэтиленовую емкость для реактива, хранят в условиях, предотвращающих контакт с воздухом.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией NaOH 1500 мг/дм 3 и массовой концентрацией Na $_2$ CO $_3$ 3000 мг/дм 3

В стаканчик для взвешивания или бюкс отбирают навеску натрия гидроокиси (1500 ± 5) мг, записывают результаты взвешивания, количественно переносят в мерную колбу для контрольного раствора KP2 вместимостью 1000 см³. В другом стаканчике для взвешивания отбирают навеску ГСО Na_2CO_3 (1495 ± 5) мг, записывают результаты взвешивания и количественно переносят в мерную колбу для контрольного раствора KP2. Добавляют очищенную воду до 1/3 объема колбы (приблизительно), тщательно перемешивают до растворения, доводят объем раствора до метки очищенной водой, тщательно перемешивают и переливают в переливают в полиэтиленовую емкость для реактива, хранят в условиях, предотвращающих контакт с воздухом.

Действительное значение массовой доли компонента, мг/дм³, находят по формуле

$$C_p = \frac{m}{V_p} \cdot 1000, (1.3)$$

где

m – действительные значение навески компонента, мг, V_p - объем приготовленного раствора, см³ ($V_p = 1000$ см³).

8.4 Хранение контрольных растворов

Контрольные растворы готовят непосредственно перед проведением поверки, не хранят.

Приложение 2 (обязательное)

Метрологические характеристики анализаторов жидкости поточных AccuSeries Таблица 2.1 – Метрологические характеристики анализаторов модели AccuColor, фотоколо-

риметрический метод (АСМ)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускае- мой погрешности, приведенной к диапазону, %
Cr (VI), мг/дм ³	от 0 до 0,20	±10
Cu	от 0 до 1,0	±10
Fe ³⁺ или общее железо	от 0 до 10	±10
PO ₄ ³⁻ S ²⁻	от 0 до 5,0	±10
S ²⁻	от 0 до 10	±10
S ²⁻	от 0 до 1,0	±10
Mo (VI)	от 0 до 2,0	±10
NH ₄ ⁺	от 0 до 2,0	±10

Таблица 2.2 – Метрологические характеристики анализаторов модели AccuColor фотоколо-

риметрическое титрование (АСТ)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допуска- емой погрешности, приведенной к диапазону, %
Са ²⁺ (соли жесткости)	от 0 до 50	±20

Таблица 2.3 - Метрологические характеристики анализаторов модели AccuSense, потенцио-

метрический метод с ион-селективным электродом (AISE)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускае- мой погрешности, приведенной к диапазону, %
NH ₄ ⁺	от 0 до 1000	±10
F	от 0 до 2,0	±10
Na ⁺	от 0 до 250	±15
NH ₄ ⁺ и NO ₃ ⁻ (одновременное присутствие):		
NH ₄ ⁺	от 0 до 100	±15
NO ₃	от 0 до 100	±15

Таблица 2.4 – Метрологические характеристики анализаторов модели AccuSense, потенциометрическое титрование (APT)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений	Пределы допускае- мой погрешности, приведенной к диапазону, %
HCO ₃ , массовая концентрация, мг/дм ³	от 0 до 200	±10
NaOH и Na ₂ CO ₃ (одновременное присутствие) массовая концентрация, мг/дм ³ :		
NaOH	от 0 до 1500	±10
Na ₂ CO ₃	от 0 до 3000	±10
NaOH, массовая доля, %	от 0 до 20	±10