

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ. Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

**Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»**



[Signature]
Е.П. Соби́на

до " *мая* " 2022 г.

**ГСИ. Анализаторы жидкости промышленные
многопараметрические SC
Методика поверки
МП 26-241-2022**

Екатеринбург

2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Медведевских М.Ю.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в мае 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы жидкости промышленные многопараметрические SC. Методика поверки	МП 26-241-2022
---	-----------------------

Дата введения: май 2022 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости промышленные многопараметрические SC (далее - анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

ГЭТ 3-2008 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 г. № 2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»;

ГЭТ 216-2018 «Государственному первичному эталону единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ » в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 17.02.2018 г. № 256 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»;

ГЭТ 132-2018 «Государственному первичному эталону единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 27.12.2018 г. № 2771 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей»;

ГЭТ 54-2019 «Государственному первичному эталону единицы показателя pH активности ионов водорода в водных растворах» в соответствии с поверочной схемой ГОСТ 8.120-2014 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений pH»;

ГЭТ 154-2019 «Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах».

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений стандартных образцов утвержденного типа.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблицах 11 – 18 Описания типа анализаторов.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 17.02.2018 г. № 256 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»

Приказ Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей»

Приказ Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»

ГОСТ 8.120-2014 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений pH

ГОСТ 8.135-2004 ГСИ. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 8.135-2004 ГСИ. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов рН 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 8.450-81 Государственная система обеспечения единства измерений. Шкала окислительных потенциалов водных растворов

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ R OIML 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 195-77 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений:			11
Проверка абсолютной погрешности измерений рН	да	да	11.1
Проверка абсолютной погрешности измерений ОВП	да	да	11.2
Проверка абсолютной погрешности измерений температуры жидкости	да	да	11.3
Проверка абсолютной и относительной погрешности измерений УЭП	да	да	11.4
Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода	да	да	11.5

Продолжение таблицы 1

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Проверка абсолютной погрешности измерений мутности	да	да	11.6
Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ	да	да	11.7
Проверка абсолютной погрешности измерений массовых концентраций нитрат-иона, азота нитратов, нитрит-ионов, азота нитритов, хлорид-иона, аммоний-иона, азота аммонийного, ионов калия, ортофосфат-иона, фосфора ортофосфатов, остаточного активного хлора свободного, остаточного активного хлора общего, химического потребления кислорода (ХПК) и бихроматной окисляемости, нефтепродуктов	да	да	11.8
Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода (ООУ)	да	да	11.9
Проверка относительного среднеквадратичного отклонения измерений массовой концентрации диоксида хлора и озона	да	да	11.10
Проверка диапазонов измерений	да	да	11.11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка анализатора и датчиков в соответствии с руководством пользователя (далее – РП). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.3.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение первичной (периодической) поверки отдельных датчиков из состава анализатора в соответствии с комплектацией. При этом в сведениях о поверке указывается состав поверяемого анализатора.

3.4 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин или на меньшем числе диапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %, не более

от 15 до 30;
85

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки
1	2	3
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	термометр, гигрометр, либо комбинированный прибор, Testo 622	диапазоны измерений температуры, относительной влажности не менее требуемых по п. 4
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	рабочие эталоны pH	2-ой разряд - буферные растворы по ГОСТ 8.120-2014
	стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-0) ГСО 10530-2014	молярная доля кислорода (O ₂) св. 0,1 до 99,9 %, отн. погрешность $\pm(0,008-0,6)$ % при P=0,95
	стандартные образцы удельной электрической проводимости ГСО 7374-97 - ГСО 7377-97 (УЭП-1 – УЭП-5)	УЭП-1 от 10,6 до 11,8 См/м, УЭП-2 от 1,23 до 1,35 См/м, УЭП-3 от 0,134 до 0,148 См/м, УЭП-4 от 0,028 до 0,030 См/м, УЭП-5 от 0,0045 до 0,0049 См/м, отн. погрешность $\pm 0,25$ % при P=0,95
	pH-метр или иономер с возможностью измерений ОВП (например, анализатор жидкости Inolab pH 7110, рег. № 49093-12)*	диапазон измерений ОВП от минус 2000 до 2000 мВ, абс. погрешность не более ± 2 мВ
	термометр ТЛ 4 с ценой деления 0,1 °С или электронный	термометр с диапазоном измерений не менее, чем от 0 °С до 100 °С, абс. погрешность не более $\pm 0,1$ °С
	установка кондуктометрическая поверочная мод. КПУ-1-0,15Р (рег. № 31468-06)**	диапазон измерений от $1 \cdot 10^{-6}$ до 100 См/м, отн. погрешность $\pm 0,5$ % в диапазоне измерений от 1 мкСм/м до 100 мкСм/м
	стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96	мутность по формазиновой шкале от 3800 до 4200 ЕМФ, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0$ % при P=0,95

Продолжение таблицы 2

1	2	3
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92	интервал аттестованных значений массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе от 3,5 до 4,5 %, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0$ % при $P=0,95$
	стандартный образец состава раствора хлорид-ионов ГСО 7617-99	интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации хлорид-ионов от 9,5 до 10,5 г/дм ³ , границы допускаемого значения относительной погрешности $\pm 1,0$ % при $P=0,95$
	стандартный образец массовой доли активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012	интервал допускаемых аттестованных значений от 200 до 1000 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 2 % при $P=0,95$
	стандартный образец состава раствора фосфат-иона ГСО 7260-96	диапазон аттестованных значений от 0,475 до 0,525 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,0$ % при $P=0,95$
	стандартный образец состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93	диапазон аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 1,0$ % при $P=0,95$
	стандартный образец химического и биологического потребления кислорода в воде ГСО 8048-94	значение ХПК не менее 180 мг/дм ³ , значение БПК-5 не менее 90 мг/дм ³ , границы относительной погрешности аттестованных значений СО $\pm 5,0$ % при $P=0,95$
	стандартный образец бихроматной окисляемости воды (химического потребления кислорода – ХПК) ГСО 7425-97	диапазон аттестованных значений от 9500 до 10500 мг/дм ³ , границы относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 1,5$ % при $P=0,95$
	стандартный образец состава водного раствора ионов калия ГСО 8092-94	диапазон аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм ³ и границы относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 1,0$ % при $P=0,95$
	стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 7117-94	диапазон аттестованных значений от 0,005 до 5,0 мг, границы относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 1,3$ % при $P=0,95$
	стандартный образец состава водного раствора нитрат- ионов ГСО 6696-93	диапазон аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 1,0$ % при $P=0,95$

Продолжение таблицы 2

1	2	3
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	стандартный образец состава раствора нитрит-ионов ГСО 7479-98	диапазон аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95
	стандартный образец состава калия фталевокислого (бифталата калия) 1-го разряда ГСО 2216-81	диапазон аттестованных значений от 99,950 % до 100,00 %, абсолютная погрешность ± 0,030 % при P=0,95
	вода дистиллированная***	по ГОСТ Р 58144-2018

Примечания к таблице 2:

Взамен указанных в таблице средств поверки допускается применять

Примечание	Перечень рекомендуемых средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки
*	Стандарт-титры СТ-ОВП-01-1 и СТ-ОВП-01-2 (рег. № 61364-15)	Номинальные значения ОВП 298,0 и 605,0 мВ, абс. погрешность не более ± 2 мВ
**	Кондуктометр лабораторный типа КЛ-С (рег. № 46635-11)	Диапазон измерений от 1·10 ⁻⁴ до 100 См/м, Пределы допускаемой основной отн. погрешности ±0,25 %
***	вода деонизированная или вода 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005	удельная электрическая проводимость не более 0,010 мСм/м

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РП;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РП.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО) и буферные растворы, предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 2.

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения дистиллированной воды или рабочего водного раствора. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на экран персонального компьютера с использованием программного обеспечения анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО выводятся на экран персонального компьютера при запуске ПО. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Модель анализатора				
	SC200	SC1000	SC1500	SC4200c	SC4500
Идентификационное наименование ПО	—	—	—	—	—
Номер версии ПО	не ниже 2.XX	не ниже 3.XX	не ниже 1.XX	не ниже 1.XX	не ниже 1.XX
Цифровой идентификатор ПО	—	—	—	—	—

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности измерений рН

Провести измерения рН трех буферных растворов – рабочих эталонов рН, воспроизводящих значения рН=4,01, рН=6,86 и рН=9,18 (допускается использовать буферные растворы рН 7,00 и 10,00 или других номиналов по ГОСТ 8.135) при температуре растворов (25±0,2) °С. Измерения провести не менее трех раз на каждом буферном растворе.

11.2 Проверка абсолютной погрешности измерений ОВП

Проверку абсолютной погрешности измерений ОВП провести с использованием проб, подготовленных в соответствии с ГОСТ 8.450, или рабочих проб, в которых значения ОВП определены на рН-метре или иономере с возможностью измерений ОВП, или буферных растворов-рабочих эталонов ОВП 2 разряда. Значение ОВП в пробах должны находиться в начале и конце диапазона измерений.

Провести не менее трех измерений ОВП в каждой рабочей пробе.

Допускается проверку ОВП провести одновременно с определением рН по 11.1.

11.3 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры жидкости

Абсолютную погрешность измерения температуры жидкости определить не менее чем на трех точках диапазона (начале, середине и в конце диапазона).

Поместить термокопенсатор, электрод или датчик со встроенным датчиком температуры поверяемого анализатора и датчик контрольного (далее – термометр) термометра в емкость с любым рабочим раствором, имеющим температуру поверяемой отметки шкалы. После выдержки в рабочем растворе не менее 3 мин регистрируют показания анализатора и термометра.

11.4 Проверка абсолютной и относительной погрешности измерений УЭП

Проверку абсолютной и относительной погрешности измерений УЭП провести с использованием ГСО УЭП по таблице 2 прямым измерением или сличением значения проводимости рабочей пробы воды с показаниями эталонного кондуктометра. Провести не менее трех измерений УЭП в каждом ГСО или в рабочей пробе начала, середины и конца диапазона измерений датчика (для низких значений использовать воду дистиллированную (деонизированную) 1 степени чистоты).

11.5 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода провести с использованием растворов, приготовленных по приложению А. Готовят раствор с фоновыми значениями массовой концентрации растворенного кислорода и два раствора в середине и конце диапазона измерений.

Провести не менее трех измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода в каждом растворе.

11.6 Проверка абсолютной погрешности измерений мутности

Для каждого поверяемого диапазона измерений из стандартного образца ГСО 7271-96 готовят не менее двух контрольных суспензии с аттестованными значениями мутности, соответствующими началу и концу диапазона измерений, методом разбавления ГСО в

соответствии с Приложением Б настоящей методики поверки. Данные для приготовления контрольных растворов представлены в таблице 4.

Таблица 4 - Данные для приготовления контрольных растворов мутности

Диапазон измерений мутности, ЕМФ	Номинальное аттестованное значение мутности в растворе ГСО 7271-96, ЕМФ	Аликвота раствора ГСО 7271-96, см ³	Объем раствора, см ³	Номинальное значение мутности в контрольном растворе, ЕМФ
от 5 до 100	4000	0,25	100	10
	4000	2,5	100	100
от 100 до 4000	4000	5,0	100	200
	4000	100	100	4000

Провести не менее трех измерений мутности в каждом контрольном растворе.

11.7 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ

Для каждого проверяемого диапазона измерений из стандартного образца ГСО 6541-92 готовят не менее двух контрольных растворов с аттестованными значениями массовой концентрации взвешенных веществ, соответствующими началу и концу диапазона измерений, в соответствии с Приложением Б настоящей методики поверки. Процедура приготовления суспензий описана в инструкции по применению стандартного образца и в Приложении В настоящей методики поверки. Данные для приготовления контрольных растворов представлены в таблице 5.

Таблица 5 - Данные для приготовления контрольных растворов массовой концентрации взвешенных веществ

Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	Номинальное аттестованное значение массовой концентрации взвешенных веществ в растворе ГСО 6541-92, мг/дм ³	Аликвота раствора ГСО 6541-92, см ³	Объем раствора, см ³	Массовая концентрация взвешенных веществ в контрольном растворе, мг/дм ³
от 0,5 до 100	5000	0,2	100	10
	5000	2,0	100	100
от 25 до 500	5000	0,5	100	25
	5000	10	100	500
от 150 до 5000	5000	3	100	150
	5000	-	100	5000

Провести не менее трех измерений массовой концентрации взвешенных веществ в каждом контрольном растворе.

11.8 Проверка абсолютной погрешности измерений массовых концентраций нитрат-иона, азота нитратов, нитрит-ионов, азота нитритов, хлорид-иона, аммоний-иона, азота аммонийного, ионов калия, ортофосфат-иона, фосфора ортофосфатов, остаточного активного хлора свободного, остаточного активного хлора общего, химического потребления кислорода (ХПК) и бихроматной окисляемости, нефтепродуктов

Для проверки абсолютных погрешностей измерений массовых концентраций нитрат-иона, азота нитратов, нитрит-ионов, азота нитритов, хлорид-иона, аммоний-иона, азота аммонийного, ионов калия, ортофосфат-иона, фосфора ортофосфатов, остаточного активного хлора свободного, остаточного активного хлора общего, химического потребления кислорода (ХПК) и бихроматной окисляемости, нефтепродуктов приготовить исходные растворы на основе стандартных образцов по таблице 2 в соответствии с таблицей 6. Объемы аликвоты, рекомендованные таблицей 6 для приготовления исходных растворов, подобраны таким образом, чтобы содержания (массовые концентрации) определяемых компонентов соответствовали верхнему значению диапазона измерений.

Для расчета массовой концентрации азота нитратов соответствующее значение массовой концентрации нитрат-ионов умножают на коэффициент 0,226; для расчета массовой концентрации азота нитритов соответствующее значение массовой концентрации нитрит-ионов умножают на коэффициент 0,304; для расчета массовой концентрации аммонийного азота соответствующее значение массовой концентрации аммоний иона умножают на коэффициент 0,778; для расчета массовой концентрации фосфора ортофосфатов соответствующее значение массовой концентрации ортофосфат-иона умножают на коэффициент 0,326.

Точные значения массовой концентрации исходных растворов (мг/дм³) для всех определяемых компонентов вычислить по формуле

$$C_i = \frac{C_{i,ГСО} \cdot V_{i,ал} \cdot 10^3}{V_{i,м.к.}}, \quad (1)$$

где $C_{i,ГСО}$ - номинальное аттестованное значение массовой концентрации i -го определяемого компонента (приведено в паспорте), г/дм³;

$V_{i,ал}$ - объем аликвоты ГСО, взятый с помощью пипетки II класса точности по ГОСТ 29227, см³;

$V_{i,м.к.}$ - заданный объем мерной колбы II класса точности по ГОСТ 1770, см³.

Объем колбы довести до метки водой дистиллированной по ГОСТ Р 58144.

Таблица 6 – Приготовление исходных растворов из стандартных образцов утвержденных типов

Определяемый компонент	Номер ГСО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Ед. изм.	Приготовление исходного раствора		Относительная погрешность приготовления исходного раствора, %
				$V_{i,al}$, см ³	$V_{i,м.к.}$, см ³	
Хлорид-ион	ГСО 7617-99	от 9,5 до 10,5	г/дм ³	10	100	± 1,0
ХПК и бихроматная окисляемость	ГСО 7425-97	от 9500 до 10500	мг/дм ³	40	1000	± 1,5
Аммоний-ион, азот аммонийный	ГСО 7015-93	от 0,95 до 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
Калий	ГСО 8092-94	от 0,95 до 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
Нитрат-ион, азот нитратов	ГСО 6696-93	от 0,95 до 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
Нитрит-ион, азот нитритов	ГСО 7479-98	от 0,95 до 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
Ортофосфат-ион, фосфор ортофосфатов	ГСО 7260-96	от 0,475 до 0,525	мг/см ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
Остаточный активный хлор свободный, остаточный активный хлор общий	ГСО 10138-2012	от 200 до 1000	мг/см ³	исходный раствор приготовить в соответствии с инструкцией		± 2,0
Нефтепродукты	ГСО 7117-94	от 0,005 до 5,0	мг	исходный раствор приготовить в соответствии с инструкцией		± 1,3

Далее для каждого проверяемого диапазона измерений приготовить не менее двух контрольных растворов из исходных растворов с аттестованными значениями массовой концентрации компонентов, соответствующими началу и концу диапазона измерений, методом

последовательного разбавления в соответствии с Приложением Б настоящей методики поверки. Провести не менее трех измерений массовой концентрации компонента в каждом контрольном растворе.

11.9 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода (ОУ)

Для приготовления исходного раствора общего органического углерода (ОУ) в сухую мерную колбу поместить навеску ГСО 2216-81 массой, г, вычисляемой по формуле

$$m = \frac{C(\text{ОУ}) \cdot V_{\text{м.к.}} \cdot 10^{-4}}{\omega} \cdot \frac{M_{\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}}}{M_{\text{C}}}, \quad (2)$$

где $C(\text{ОУ})$ - значение массовой концентрации общего органического углерода (ОУ), которое соответствует верхнему значению диапазона измерений, мг/дм³;

ω - аттестованное значение массовой доли калия фталевокислого кислого, %;

$V_{\text{м.к.}}$ - заданный объем мерной колбы, см³;

$M_{\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}}$ - молярная масса калия фталевокислого кислого (204,22 г/моль);

M_{C} - молярная масса углерода (12,01 г/моль).

Затем довести объем колбы до метки водой дистиллированной по ГОСТ Р 58144, закрыть и тщательно перемешать.

Далее для каждого проверяемого диапазона измерений приготовить не менее двух контрольных растворов из исходного раствора с аттестованными значениями массовой концентрации общего органического углерода (ОУ), соответствующими началу и концу диапазона измерений, методом последовательного разбавления в соответствии с Приложением Б настоящей методики поверки. Провести не менее трех измерений массовой концентрации компонента в каждом контрольном растворе.

11.10 Проверка относительного среднеквадратичного отклонения измерений массовой концентрации диоксида хлора и озона

Для проверки относительного среднеквадратичного отклонения измерений массовой концентрации диоксида хлора использовать рабочие пробы, содержащие диоксид хлора в начале и конце диапазона измерений анализатора. Включить анализатор и соответствующие датчики, провести не менее 5 измерений массовой концентрации диоксида хлора.

Для проверки относительного среднеквадратичного отклонения измерений массовой концентрации озона использовать рабочие пробы, содержащие растворенный озон в начале и конце диапазона измерений анализатора. Включить анализатор и соответствующие датчики, провести не менее 5 измерений массовой концентрации озона.

11.11 Проверка диапазонов измерений

Проверку диапазонов измерений свойств и состава воды провести одновременно с определением погрешности по 11.1-11.10 (провести измерения в начале и в конце диапазона измерений).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Абсолютную погрешность измерений рН рассчитать для каждого значения рН буферных растворов по формуле

$$\Delta pH = pH_{ij} - pH_{изм}, \quad (3)$$

где pH_{ij} - j -е измеренное значение рН i -го буферного раствора;

$pH_{изм}$ - значение рН, воспроизводимое i -ым буферным раствором при температуре 25 °С.

Для каждого буферного раствора и результата измерения значения ΔpH , рассчитанное по формуле (3), должно удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 11 Описания типа на анализаторы.

12.2 Абсолютную погрешность измерений ОВП рассчитать по формуле

$$\Delta X = X_{ij} - X_{изм}, \quad (4)$$

где X_{ij} - j -ое измеренное значение ОВП в i -ой рабочей пробе, мВ;

$X_{изм}$ - значение ОВП в i -ой рабочей пробе, измеренное рН-метром или иономером, мВ.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений ОВП должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 11 Описания типа на анализаторы.

12.3 Абсолютную погрешность измерений температуры жидкости рассчитать по формуле

$$\Delta_t = t_{изм} - t_{эм}, \quad (5)$$

где $t_{изм}$ - температура воды, измеренная анализатором, °С;

$t_{эм}$ - температура воды, измеренная термометром, °С.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений температуры жидкости должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 13 Описания типа на анализаторы.

12.4 Абсолютную (ΔY) и относительную погрешность (δY) измерений УЭП рассчитать по формулам:

$$\Delta Y = Y_{ij} - Y_{изм}, \quad (6)$$

$$\delta Y = \frac{Y_{ij} - Y_{i3m}}{Y_{i3m}} \cdot 100, \quad (7)$$

где Y_{ij} - j -ое измеренное значение УЭП в i -ом ГСО или воде дистиллированной (деонизированной, 1 степени чистоты), мкСм/см;

Y_{i3m} - аттестованное значение УЭП в i -ом ГСО или значение УЭП в воде дистиллированной (деонизированной, 1 степени чистоты), измеренное кондуктометрической установкой, мкСм/см.

Полученные значения абсолютной и относительной погрешности измерений УЭП должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 12 Описания типа на анализаторы.

12.5 Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации растворенного кислорода рассчитать по формуле

$$\delta P = P_{ij} - P_{i3m}, \quad (8)$$

где P_{ij} - j -ое измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода в i -ом растворе, мг/дм³;

P_{i3m} - расчетное значение массовой концентрации растворенного кислорода в i -ом растворе, мг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 14 Описания типа на анализаторы.

12.6 Абсолютную погрешность измерений мутности рассчитать по формуле

$$\delta = T_{ij} - T_{i3m}, \quad (9)$$

где T_{ij} - j -ое измеренное значение мутности в i -ом контрольном растворе, ЕМФ;

T_{i3m} - расчетное значение мутности в i -ом контрольном растворе, ЕМФ.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений мутности должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 15 Описания типа на анализаторы.

12.7 Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации взвешенных веществ, общего органического углерода (ООУ), нитрат-иона, азота нитратов, нитрит-ионов, азота нитритов, хлорид-иона, аммоний-иона, азота аммонийного, ионов калия, ортофосфат-иона, фосфора ортофосфатов, остаточного активного хлора свободного, остаточного активного хлора общего, химического потребления кислорода (ХПК) и бихроматной окисляемости, нефтепродуктов рассчитать по формуле

$$\Delta C = C_{ij} - C_{i3m}, \quad (10)$$

где C_j - j -ое измеренное значение массовой концентрации определяемого компонента состава в i -ом контрольном растворе, мг/дм³;

C_{izm} - расчетное значение массовой концентрации определяемого компонента состава в i -ом контрольном растворе, мг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, общего органического углерода (ООУ), нитрат-иона, азота нитратов, нитрит-ионов, азота нитритов, хлорид-иона, аммоний-иона, азота аммонийного, ионов калия, ортофосфат-иона, фосфора ортофосфатов, остаточного активного хлора свободного, остаточного активного хлора общего, химического потребления кислорода (ХПК) и бихроматной окисляемости, нефтепродуктов должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблицах 15 - 18 Описания типа на анализаторы.

12.8 Относительное среднеквадратичное отклонение измерений массовой концентрации диоксида хлора и озона (S_o) рассчитать по формуле

$$S_{oi} = \frac{100 \cdot S_i}{\bar{C}_i}, \quad (11)$$

где

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (C_{ij} - \bar{C}_i)^2}{n-1}}, \quad (12)$$

$$\bar{C}_i = \frac{\sum_{j=1}^n C_{ij}}{n}, \quad (13)$$

C_j - j -ое измеренное значение массовой концентрации диоксида хлора и озона в i -ой рабочей пробе, мг/дм³;

n - число измерений.

Полученные значения относительного среднеквадратичного отклонения измерений массовой концентрации диоксида хлора и озона должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблицы 17 Описания типа на анализаторы.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г. № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодными к дальнейшей эксплуатации, и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга от 31.07.2020 г. № 2510.

13.5 Сведения о проведенной поверке передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга от 28.08.2020 г. № 2906.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ю. Медведевских

Приложение А

(обязательное)

Методика приготовления растворов с расчетными значениями массовой концентрации растворенного кислорода

А.1 Средства измерений и реактивы

- весы неавтоматического действия I специального класса точности по ГОСТ R OIML 76-1;

- колбы мерные 2 класса точности по ГОСТ 1770;

- пипетки градуированные 2 класса точности по ГОСТ 29227;

- сульфит натрия ч.д.а. по ГОСТ 195;

- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

А.2 Проверить фоновые показания анализатора по раствору сульфита натрия в дистиллированной воде (концентрация не менее 80 г/дм³) при температуре (20...25) °С.

Фоновые показания должны быть не более 0,2 мг/дм³. Произвести настройку измерительного блока анализатора по кислороду воздуха в соответствии с руководством по эксплуатации.

Приготовить пробу воды, залить в мерную колбу объемом 2 дм³ дистиллированной воды. Измерить атмосферное давление P_A в кПа и температуру. Рассчитать концентрацию растворенного кислорода в воде по формуле

$$C_{O_2} = \frac{P_A}{101,3} \cdot 9,08, \quad (A.1)$$

где C_{O_2} - концентрация растворенного кислорода в воде при атмосферном давлении P_A и температуре t , °С, мг/дм³. При нормальном атмосферном давлении 101,3 кПа и температуре 20 °С массовая концентрация растворенного кислорода в воде равна 9,08 мг/дм³ (для других температур приведены в таблице А.1).

А.3 Приготовление поверочных растворов

Приготовление поверочных растворов проводят с использованием стандартных образцов газовых смесей кислорода с азотом ПГС-ГСО, которыми насыщают дистиллированную воду.

Стакан объемом 1 дм³ промывают и наполняют его на $\frac{3}{4}$ от объема дистиллированной водой. При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с ПГС. Расход газовой смеси устанавливают визуально более 5 пузырьков в секунду.

В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр, закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую скорость перемешивания (так, чтобы не образовывалась воронка).

Насыщение воды поверочной смесью проводят не менее 40 мин.

Значение массовой концентрации растворенного кислорода рассчитать по формуле

$$C_{jO_2} = 9,08 \cdot \frac{C_{jГСО}}{20,94} \cdot \frac{P_A}{101,3}, \quad (A.2)$$

где C_{jO_2} - массовая концентрация кислорода в воде, насыщенной j -ым ПГС-ГСО, мг/дм³;

$C_{jГСО}$ - объемная (молярная) доля кислорода в j -ом ПГС-ГСО, % (приведена в паспорте на ПГС-ГСО); P_A - атмосферное давление, кПа.

Таблица А.1 - Равновесные концентрации растворенного кислорода (мг/дм³) в зависимости от температуры

°С	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	14,56	14,52	14,48	14,44	14,40	14,37	14,33	14,29	14,25	14,21
1	14,18	14,14	14,10	14,06	14,03	13,99	13,95	13,92	13,88	13,84
2	13,81	13,77	13,73	13,70	13,66	13,63	13,59	13,56	13,53	13,49
3	13,45	13,42	13,38	13,35	13,31	13,28	13,24	13,20	13,17	13,14
4	13,11	13,07	13,04	13,01	12,97	12,94	12,91	12,87	12,84	12,81
5	12,78	12,74	12,71	12,68	12,65	12,61	12,58	12,55	12,52	12,49
6	12,46	12,43	12,39	12,36	12,33	12,30	12,27	12,24	12,21	12,18
7	12,15	12,12	12,09	12,06	12,03	12,00	11,97	11,94	11,91	11,88
8	11,85	11,82	11,80	11,77	11,74	11,71	11,68	11,65	11,62	11,60
9	11,57	11,54	11,51	11,49	11,46	11,43	11,40	11,38	11,35	11,32
10	11,29	11,27	11,24	11,21	11,19	11,16	11,14	11,11	11,08	11,06
11	11,03	11,01	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,80
12	10,78	10,75	10,73	10,70	10,68	10,66	10,63	10,61	10,58	10,56
13	10,54	10,51	10,49	10,46	10,44	10,42	10,39	10,37	10,35	10,32
14	10,30	10,28	10,26	10,23	10,21	10,19	10,17	10,14	10,12	10,10
15	10,08	10,05	10,03	10,01	9,99	9,97	9,95	9,92	9,90	9,88
16	9,86	9,84	9,82	9,80	9,78	9,86	9,74	9,71	9,69	9,67
17	9,65	9,63	9,61	9,59	9,57	9,55	9,53	9,51	9,49	9,47
18	9,45	9,43	9,42	9,40	9,38	9,36	9,34	9,32	9,30	9,28
19	9,26	9,24	9,23	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11	9,10
20	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,94	8,92
21	8,90	8,99	8,97	8,95	8,93	8,92	8,90	8,79	8,77	8,75
22	8,73	8,72	8,70	8,68	8,67	8,65	8,63	8,62	8,60	8,58
23	8,57	8,55	8,54	8,52	8,50	8,49	8,47	8,46	8,44	8,43
24	8,41	8,40	8,38	8,37	8,35	8,33	8,32	8,30	8,29	8,27
25	8,26	8,24	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26	8,11	8,10	8,09	8,07	8,06	8,04	8,03	8,01	8,00	7,99
27	7,97	7,96	7,95	7,93	7,92	7,90	7,89	7,88	7,86	7,85
28	7,84	7,82	7,81	7,80	7,78	7,77	7,73	7,69	7,66	7,63
29	7,71	7,69	7,68	7,67	7,65	7,64	7,63	7,62	7,60	7,59
30	7,58	7,57	7,55	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,47
31	7,45	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Процедура приготовления растворов методом последовательного разбавления

Б.1 Для приготовления растворов методом последовательного разбавления используют:

- колбы мерные вместимостью 100 см³ 2 класса точности по ГОСТ 1770;

- пипетки градуированные 2 класса точности по ГОСТ 29227 или дозаторы электронные одноканальные или многоканальные;

- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Б.2 В чистую сухую мерную колбу отбирают аликвотную часть исходного раствора объемом, вычисленным по формуле

$$V_i = \frac{A_i \cdot V_p}{A_0}, \quad (\text{Б.1})$$

где A_0 – номинальное аттестованное или действительное значение массовой концентрации компонента в исходном растворе, мг/дм³;

V_p – объем мерной колбы для приготовления i -го контрольного раствора, см³;

A_i – массовая концентрация i -го контрольного раствора, мг/дм³.

Б.3 Дистиллированной водой доводят до метки, тщательно перемешивают.

Б.4 Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации компонента в приготовленных растворах не превышает 2,0 % при $P=0,95$.

Б.5 Растворы, приготовленные методом последовательного разбавления исходных растворов стандартных образцов, применяют только в день приготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

Процедура приготовления суспензий из стандартного образца ГСО 6541-92

В.1 Для приготовления суспензий используют:

- весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, НВП не менее 220 г;
- колбы мерные вместимостью 50 см³ 2 класса точности по ГОСТ 1770;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

В.2 Приготовление основной суспензии с массовой концентрацией взвешенных веществ 10000 мг/дм³

Мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают на весы, обнуляют показания весов. В колбу вносят 25 таблеток ГСО 6541-92, фиксируют показание весов. Добавляют в колбу (25-30) см³ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения. Затем доводят объем суспензии до метки, закрывают колбу и перемешивают.

Массовую концентрацию взвешенных веществ (мг/дм³) в основной суспензии рассчитывают по формуле

$$C_{\text{осн}} = \frac{m_{\text{гсо}} \cdot A}{V_{\text{р}} \cdot 100}, \quad (\text{В.1})$$

где $m_{\text{гсо}}$ – масса внесенных в мерную колбу таблеток, мг;

$V_{\text{р}}$ – объем мерной колбы, дм³;

A – номинальное аттестованное значение массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе в стандартном образце ГСО 6514-92, %;

В.3 Необходимые градуировочные и контрольные суспензии готовят по п. В.2 растворением таблеток ГСО 6541-92 или методом последовательного разбавления основной суспензии стандартного образца в соответствии с Приложением Б настоящей методики поверки.