



УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

«22» июня 2016 г.

Анализаторы серии НАСН 5500 sc
Методика поверки МП-209-21-2016

Руководитель лаборатории

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

В.И. Суворов

Санкт-Петербург
2016 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы серии НАСН 5500 сс предназначенные для измерений массовых концентраций кремния в пересчете на SiO₂, фосфат-ионов, монохлорамина и ионов аммония в воде.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.
Межповерочный интервал – 1 год.

1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение погрешности измерений массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO ₂	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации фосфат-ионов	п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение погрешности измерений массовой концентрации ионов аммония	п. 6.4.3	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается.

Отдельная поверка измерительного канала массовой концентрации монохлорамина не предусмотрена, поскольку массовая концентрация ионов аммония получается из разности массовых концентраций монохлорамина, полученных в разных колориметрических ячейках.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются средства измерений и оборудование, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Характеристики оборудования
1. СО массовой концентрации кремния в растворе силиката натрия	ГСО 8934-2008
2. СО состава раствора фосфат-ионов ГСО 7260-96	ГСО 7018-93÷7020-93
3. СО состава водных растворов ионов аммония	ГСО 7015-93÷7017-93
4. Вода дистиллированная	по ГОСТ 6709-72 по ГОСТ Р 52501-2005
5. Колбы мерные 2-го класса точности	по ГОСТ 1770-74
6. Пипетки мерные 2-го класса точности	по ГОСТ 29228-91

2.2 Допускается применять средства, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, все ГСО должны иметь действующие паспорта.

3 Требования безопасности

3.1 К работе с приборами, используемые при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

3.2 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.3 Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

3.4 Помещение, в котором проводятся испытания, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: 20±5;
- относительная влажность воздуха, %: от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа: от 86,0 до 106,7;

5 Подготовка к поверке

Подготовить анализаторы к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев анализаторов в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность анализаторов в режиме измерения.

Подготовить к работе анализаторы в соответствии с руководством по эксплуатации, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. Перед проведением поверки анализаторы необходимо откалибровать в соответствии с руководством по эксплуатации

Рекомендуется использовать дистиллированную или деионизованную воду с низким значением массовой концентрацией целевого компонента (например, воду производства «HACH-LANGE, входящую в комплект поставки). Вода должна храниться в пластиковой посуде.

Для дальнейшего учета массовой концентрации целевого компонента в «нулевом» растворе, используемого для приготовления поверочных растворов, необходимо на анализаторе провести соответствующие измерения.

Рассчитать среднеарифметическое значение результатов измерений по формуле.

$$\bar{X}_1 = \frac{\sum_i^n X_i}{n} \quad (1), \quad \text{где}$$

X_i – массовая концентрация целевого компонента, мкг/дм³;

n – число измерений

Поверку проводить в режиме ручной подачи пробы. Для перехода в данный режим необходимо нажать кнопку «Menu» выбрать «Ручной пробоотбор» (Grab Sample) и далее «Ручная подача образца» (Grab Sample in). Для данной процедуры требуется не менее 300 мл пробы: 150 мл для промывки ячейки и 150 для проведения измерения. Во время измерения необходимо закрывать ячейку специальной защитной крышкой.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализаторов проверяется соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).
- отсутствие механических повреждений, влияющих на показания;
- соответствие комплектности анализаторов технической документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Анализаторы считаются выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют перечисленным выше требованиям.

Анализаторы с механическими повреждениями, влияющими на точность показаний, к поверке не допускаются.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей анализаторов согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также с помощью органов управления и настройки.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения и его последующего обновления в соответствии с рекомендациями изготовителя.

Просмотр наименования ПО и номер версии доступны в разделе Menu ->Setup System->Instrument Information.

Анализаторы считаются прошедшими поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или выше номера версии, указанного в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение погрешности измерений массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂.

Определение погрешности измерений массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂ проводить с помощью поверочных растворов, приготовленных согласно приложению А. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂ рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta_{\text{SiO}_2} = X_{\text{SiO}_2} - X_{0,\text{SiO}_2} \quad (2)$$

Относительную погрешность измерений массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂ рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_{\text{SiO}_2} = \frac{X_{\text{SiO}_2} - X_{0,\text{SiO}_2}}{X_{0,\text{SiO}_2}} \cdot 100 \quad (3) \quad \text{где}$$

X_{SiO_2} – значение массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂ измеренное анализатором, мкг/дм³;

X_{0,SiO_2} – расчетное значение массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂ в поверочном растворе, мкг/дм³;

Анализаторы считать прошедшим поверку, если:

- абсолютная погрешность измерений массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂ не превышает ±5 мкг/дм³, в диапазоне от 10 до 100 мкг/дм³

- относительная погрешность измерений массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO_2 не превышает $\pm 5\%$ в диапазоне св. 100 до 5000 мкг/дм^3

6.4.2. Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации фосфат-ионов

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации фосфат-ионов проводить с помощью поверочных растворов, приготовленных с использованием ГСО 7018-93÷7020-93 в соответствии с паспортом и инструкцией по применению. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерения.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации фосфат-ионов рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_f = \frac{X_a - (X_{0,f} + X_{i,f})}{(X_{0,f} + X_{i,f})} \cdot 100 \quad (3) \quad \text{где}$$

X_f – значение массовой концентрации фосфат-ионов, измеренное анализатором, мкг/дм^3 ;

$X_{0,f}$ – расчетное значение массовой концентрации фосфат-ионов в поверочном растворе, мкг/дм^3 ;

$X_{i,f}$ – значение массовой концентрации фосфат-ионов в «нулевом» растворе, рассчитанное по формуле 1, мкг/дм^3

Анализаторы считать прошедшим поверку, если относительная погрешность измерений массовой концентрацией фосфат-ионов не превышает $\pm 5\%$.

6.4.3. Определение погрешности измерений массовой концентрации ионов аммония

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов аммония проводится с помощью поверочных растворов, приготовленных с использованием ГСО 7015-93÷7017-93 в соответствии с паспортом и инструкцией по применению. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерения.

Для определения погрешности измерений в диапазоне температур св. 40 до 50 °С раствор предварительно термостатируют в термостате при температуре 45 в течение 15 минут, после чего проводят измерения.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации ионов аммония рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta_a = X_a - (X_{0,a} + X_{i,a}) \quad (2)$$

Относительную погрешность измерений массовой концентрации ионов аммония рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_a = \frac{X_a - (X_{0,a} + X_{i,a})}{(X_{0,a} + X_{i,a})} \cdot 100 \quad (3) \quad \text{где}$$

X_a – значение массовой концентрации ионов аммония измеренное анализатором, мкг/дм^3 ;

$X_{0,a}$ – расчетное значение массовой концентрации ионов аммония в поверочном растворе, мкг/дм^3 ;

$X_{i,a}$ – значение массовой концентрации ионов аммония в «нулевом» растворе, рассчитанное по формуле 1, мкг/дм^3

Анализаторы считать прошедшим поверку, если в диапазоне температур от 5 до 40 °С:

- абсолютная погрешность измерений массовой концентрации ионов аммония не превышает $\pm 10 \text{ мкг/дм}^3 \text{ дм}^3$ (в диапазоне измерений от 10 до 200 мкг/дм^3)

- относительная погрешность измерений массовой концентрации ионов аммония не превышает $\pm 5\%$ (в диапазоне измерений св. 200 до 2000 мкг/дм^3)

в диапазоне температур св. 40 до 50 °С

- абсолютная погрешность измерений массовой концентрации ионов аммония не превышает $\pm 20 \text{ мкг/дм}^3 \text{ дм}^3$ (в диапазоне измерений от 10 до 200 мкг/дм^3)

- относительная погрешность измерений массовой концентрации ионов аммония не превышает $\pm 10\%$ (в диапазоне измерений св. 200 до 2000 мкг/дм^3)

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Б, в котором указывается его соответствие предъявляемым требованиям.

7.2. Результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке или извещения о непригодности.

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если анализаторы удовлетворяют всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке. Знак поверки в виде голографической наклейки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке, допускается нанесение на анализатор, над дисплеем.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

Приготовление поверочных растворов массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂ на основе ГСО

А.1 Для приготовления раствора А с массовой концентрацией кремния в пересчете на SiO₂ взять аликвоту ГСО 9729-2010 (с аттестованным значением массовой концентрации кремния 1,00 мг/см³ и с относительной погрешностью аттестованного значения 1,0 %) объемом 5 см³, перенести в колбу на 100 см³, затем довести колбу водой до метки и тщательно перемешать.

А.2 Поверочные растворы готовят путем последовательного разбавления раствора А. Вся посуда, используемая для приготовления, должна быть тщательно промыта дистиллированной водой. Каждый приготавливаемый раствор должен быть тщательно перемешан, путем поворачивания мерной колбы не менее 30 раз, затем перелит в пластиковую посуду. Время нахождения раствора в стеклянной колбе должно быть минимальным. Массовую концентрацию кремния в дистиллированной воде, используемой для приготовления, учитывают в соответствии с формулой (1).

А.3. В чистую сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть раствора А, которую затем перенести в колбу на 1000 см⁻¹ и довести дистиллированной водой до метки. Массовую концентрацию кремния в пересчете на SiO₂ в растворах рассчитать по формуле (А.1)

$$C_{ACi} = \frac{(CV)_{ACi} + C_{SiO_2} \cdot (V_{МК} - V_{ACi})}{V_{МК}} \quad \text{А.1}$$

где C_{ACi} - массовая концентрация кремния в пересчете на SiO₂ в растворе, используемом для приготовления i-го раствора;

V_{ACi} - объем аликвоты раствора, используемого для приготовления i-го раствора;

C_{SiO_2} - значение массовой концентрации диоксида в «нулевом» растворе, рассчитанное по формуле 1;

$V_{МК}$ - объем мерной колбы, используемой для i-го приготовления, см³;

А.4 Растворы на основе разбавления раствора А применяют для проверки анализатора только в день приготовления. Относительная погрешность приготавливаемых растворов не превышает ±2 %.

А.5 Порядок приготовления растворов

Таблица А.1

№	Наименование раствора	Раствор, используемый для приготовления	Объем аликвоты раствора, V _{ал} , см ³	Вместимость мерной колбы, V _{МК} , см ³	Значение массовой концентрации кремния в пересчете на SiO ₂ , мкг/дм ³
1	В1	А	40	40	4289,0
2	В2	А	20	20	2149,5
3	В3	А	10	10	1079,8
4	В4	В1	200	200	865,8
5	В5	В3	100	100	117,0
6	В6	В4	100	100	95,6
7	В7	В6	200	200	27,1

А.7 В расчетах таблицы А.1 массовая концентрация кремния в воде, используемой для приготовления растворов (C_{ACi}), составляет 10 мкг/дм³. В случае если массовая концентрация кремния в воде отличается от указанного, то значение массовой концентрации кремния в пересчете на SiO₂ необходимо пересчитать по формуле (А.1).

Протокол поверки

Анализаторы серии НАСН 5500 sc

Зав. № _____

Модификация _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Подтверждение соответствия ПО _____
4. Результаты определения погрешностей измерения:

Заключение _____

Поверитель _____

Сведения о средствах поверки _____

Сведения о документе МП _____

Дата _____