

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы промышленные многопараметрические IQ Методика поверки	МП 101-241-2013
--	------------------------

Дата введения в действие: октябре 2013 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы промышленные многопараметрические IQ (далее - анализаторы) производства фирмы ««WTW Wissenschaftlich-Technische Werkstätten» (Германия) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ПР 50.2.006–94 Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

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

3 Операции и средства поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3		
3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений pH	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений мутности	8.3.2	да	да

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода	8.3.3	да	да
3.4 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нитратного азота, нитритного азота, аммонийного азота, фосфора ортофосфатного	8.3.4	да	да
3.5 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода	8.3.5	да	да
3.6 Проверка относительной погрешности измерений химического потребления кислорода (ХПК)	8.3.6	да	да
3.7 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры жидкости	8.3.7	да	да
3.8 Проверка относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости (УЭП)	8.3.8	да	да
3.9 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации остаточного активного хлора	8.3.9	да	да
3.10 Проверка диапазонов измерений pH, мутности (массовой концентрации взвешенных частиц), ХПК, массовой концентрации: растворенного кислорода, нитритного и нитратного азота, аммонийного азота, фосфора ортофосфатного, остаточного активного хлора, общего органического углерода, УЭП температуры жидкости	8.3.10	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 (диапазон измерений массовой доли компонентов в твердых и жидких веществах и материалах от 0,05 % до 100 %, относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений S_0 от 0,02 % до 0,4 % в зависимости от диапазона измерений, неисключенная относительная систематическая погрешность θ_0 от 0,34 % до 0,61 % в зависимости от диапазона измерений);
- буферные растворы 2-го разряда по ГОСТ 8.135-2004, воспроизводящие следующие значения рН: 1,65; 4,01; 12,65, абсолютная погрешность $\pm 0,01$;
- стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 (мутность по формазиновой шкале 4000 ЕМФ, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 2,0$ %);
- стандартные образцы удельной электрической проводимости ГСО 7374-97 - ГСО 7378-97 (удельная электрическая проводимость 112 мСм/см, 12,9 мСм/см, 1,41 мСм/см, 0,29 мСм/см, 0,047 мСм/см; относительная погрешность аттестованного значения $\pm 0,25$ % при $P=0,95$);
- стандартный образец состава нитрат ионов (ион NO_3^-) ГСО 7863-2000 (массовая концентрация 1,0 г/дм³; относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0$ %);
- стандартный образец состава нитрит ионов (ион NO_2^-) ГСО 7862-2000 (массовая концентрация 1,0 г/дм³; относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0$ %);
- стандартный образец состава ионов аммония (ион NH_4^+) ГСО 7864-2000 (массовая концентрация 1,0 г/дм³; относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0$ %);
- стандартный образец химического потребления кислорода (ХПК) ГСО 7425-97 (массовая концентрация 10000 мг/дм³, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,5$ %);
- стандартный образец фосфат иона ГСО 7020-93 (массовая концентрация 0,1 г/дм³, относительная погрешность аттестованного значения 1,0 %);
- стандартный образец состава газовой смеси O_2-N_2 ПГС 3713-87 (объемная доля

кислорода в смеси 0,19 %, абсолютная погрешность аттестованного значения $\pm 0,006$ %);

- стандартный образец состава газовой смеси O_2-N_2 ПГС 3723-87 (молярная доля кислорода в смеси от 3,000 % до 5,000 %, относительная погрешность аттестованного значения $\pm (-0,1 \cdot X + 0,8)$ %, где X – молярная доля кислорода);

- стандартный образец состава газовой смеси O_2-N_2 ПГС 3729-87 (молярная доля кислорода в смеси от 10 % до 94 %, относительная погрешность аттестованного значения $\pm (-0,003 \cdot X + 0,32)$ %, где X – молярная доля кислорода);

- калий фталевокислый кислый квалификации «хч» по ТУ 6-09-0934-81;

- хлорамин-Т квалификации «ч.д.а.» (массовая доля основного вещества 99 %, массовая доля активного хлора 12,60 %);

- гигрометр Rotronic модификации «HydroLog» (диапазон измерений относительной влажности от 0 до 100 %, абсолютная погрешность 1%, диапазон измерений температуры от минус 40 до 85 °С, абсолютная погрешность 0,2 °С);

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ Р 53228-2008.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила технической безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», требования ГОСТ 12.2.007.0.

6 Условия поверки и подготовки к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия, если иные не оговорены особо:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25

- относительная влажность воздуха, (при $t = 20$ °С), % не более 80

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

7 Подготовка к поверке

При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

- анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее - РЭ);

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки;

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить анализатор и проверить, что анализатор проходит режим самодиагностики.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализаторов путем вывода на экран номера версии. Первая цифра в номере версии ПО анализатора должна соответствовать приведенной в таблице 2.

Таблица 2

Модель контроллера	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	Цифровой идентификатор программного обеспечения	Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения
D IQ/S 182	DIQ/S 182	3.XX	-	-
M IQ/TC 2020	MIQ/TC 2020	3.XX	-	-

8.3 Проверка метрологических характеристик.

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений рН

Буферные растворы – рабочие эталоны рН приготовить согласно инструкции на стандарт-титры для рН-метрии.

Провести измерения рН трех буферных растворов – рабочих эталонов рН, воспроизводящих значения рН=1,65, рН=4,01 и рН=12,65 при температуре растворов $(25 \pm 0,2)$ °С. Измерения провести не менее трех раз на каждом буферном растворе.

Абсолютную погрешность измерения рН рассчитать для каждого значения рН буферных растворов по формуле

$$\Delta pH = pH_{ij} - pH_{i\text{эт}}, \quad (1)$$

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

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

Для каждого буферного раствора и результата измерения значение ΔpH , рассчитанное по формуле (1), должно удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений мутности

Подготовить к измерениям стандартный образец ГСО 7271-96 (мутность по формазинной шкале 4000 ЕМФ) в соответствии с инструкцией по применению. Приготовить растворы с известными значениями мутности (2000 ЕМФ, 100 ЕМФ, 0,1 ЕМФ) путем разбавления ГСО с учетом рекомендаций приложения А.

Провести не менее трех измерений мутности в ГСО 7271-96. Рассчитать абсолютную погрешность измерения мутности по формуле

$$\Delta = X_{ij} - A_i, \quad (2)$$

где X_{ij} - j -е измеренное значение мутности i -го раствора, приготовленного по приложению А) (или ГСО 7271-96), ЕМФ; A_i - аттестованное значение мутности в i -ом растворе по приложению А (или ГСО 7271-96), ЕМФ.

Повторить измерения и расчеты для растворов на основе разбавленного ГСО 7271 (по Приложению А).

Значения абсолютной погрешности измерений мутности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

8.3.3.1 Проверить фоновые показания анализатора по раствору серноокислого натрия в дистиллированной воде (концентрация не менее 80 г/дм³) при температуре (20 ± 1) °С. Фоновые показания должны быть в диапазоне (0,02-0,1) 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

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

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 концентрация растворенного кислорода в воде равна 9,08 мг/дм³ (Приложение Б).

Погрузить датчик в дистиллированную воду. Вода в мерной колбе должна перемешиваться со скоростью (10 ± 2) об/мин. Через (5-7) минут произвести не менее 5 измерений концентрации растворенного кислорода. Рассчитать абсолютную погрешность измерения массовой концентрации растворенного кислорода по формуле

$$\Delta = C_{ij}^{изм} - C_{O_2}, \quad (4)$$

где $C_{ij}^{изм}$ - i -е измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода в j -ой пробе воды, мг/дм³.

8.3.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода в других точках диапазона проводят с использованием стандартных образцов газовых смесей кислорода с азотом ПГС-ГСО, которыми насыщают дистиллированную воду.

Подсоединить к баллону с ПГС-ГСО редуктор типа ДКП-1-65 для понижения давления газа. Подсоединить к редуктору гибкую трубку и опустить другой конец трубки на дно колбы. Открыть редуктор, таким образом, чтобы пошли пузырьки газа с частотой не менее 100 в минуту. Концентрация кислорода в дистиллированной воде, насыщенной поверочными газовыми смесями рассчитать по формуле

$$C_{jO_2} = 9,08 \cdot \frac{C_{jГСО}}{20,94} \cdot \frac{P_A}{101,3}, \quad (5)$$

где C_{jO_2} - концентрация кислорода в воде, насыщенной j -ым ПГС-ГСО, мг/л;
 $C_{jГСО}$ - объемная доля кислорода в j -ом ПГС-ГСО, % (приведена в паспорте на ПГС-ГСО);
 P_A - атмосферное давление, кПа.

Погрузить датчик в дистиллированную воду, насыщенную первым ПГС-ГСО и произвести не менее 5 измерений массовой концентрации растворенного кислорода. Рассчитать абсолютную погрешность измерения массовой концентрации растворенного кислорода по формуле (4).

Провести измерения массовой концентрации растворенного кислорода с использованием остальных ПГС-ГСО, указанных в 4.1.

Значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.4 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нитратного азота, нитритного азота, аммонийного азота, фосфора ортофосфатного

Для измерений приготовить для каждого компонента не менее трех растворов с различными концентрациями (в начале, середине и конце диапазона измерений соответствующего компонента) в соответствии с Приложением А. Провести не менее трех измерений концентрации компонента в каждом приготовленном растворе ГСО и в исходном растворе. Рассчитать абсолютную погрешность измерения массовой концентрации компонента в растворе по формуле

$$\Delta_j = \bar{W}_{ji} - A_{ji}, \quad (6)$$

где \bar{W}_{ji} - среднеарифметическое значение массовой концентрации j -го компонента в i -м растворе, мг/дм³; A_{ji} - аттестованное значение массовой концентрации i -го компонента в j -м растворе, мг/дм³.

Измерения и расчеты выполнить для всех растворов. Полученные значения абсолютных погрешностей измерений массовых концентраций компонентов должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.5 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода

8.3.5.1 Приготовить исходный раствор с концентрацией по углероду 20000 мг/дм³. В чистую, сухую мерную колбу поместить навеску калия фталевокислого кислого (фталата калия) квалификации «хч» по ТУ 6-09-0934-81 массой m , определяемой по формуле

$$m = \frac{w_c \cdot V_{кол}}{w'_c} \quad (7)$$

где $V_{кол}$ - объем мерной колбы, дм³;

w'_c - массовая доля углерода во фталате калия (0,70577);

w_c - требуемая концентрация углерода в растворе (20000 мг/дм³), мг/дм³;

m - масса фталата калия, мг.

В полученном растворе массовую концентрацию общего органического углерода определить с помощью ГВЭТ 176-1-2010.

8.3.5.2 Для измерений приготовить из раствора, полученного по 8.3.5.1, не менее трех растворов с различными концентрациями (в начале, середине и конце диапазона измерений) в соответствии с Приложением А. В каждом полученном растворе массовую концентрацию общего органического углерода определить с помощью ГВЭТ 176-1-2010. Про-

известны не менее трех измерений массовой концентрации углерода в каждом приготовленном растворе. Рассчитать абсолютную погрешность измерения массовой концентрации общего органического углерода в растворе по формуле

$$\Delta_i = Y_{ji} - A_i, \quad (8)$$

где Y_{ij} - j -ое измеренное значение массовой концентрации общего органического углерода в i -м растворе, мг/дм³; A_j - аттестованное значение массовой концентрации общего органического углерода в i -м растворе, мг/дм³.

Измерения и расчеты выполнить для всех растворов. Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.6 Проверка относительной погрешности измерений химического потребления кислорода (ХПК)

Подготовить к измерениям стандартный образец ГСО 7425-97 (массовая концентрация ХПК 10000 мг/дм³) в соответствии с инструкцией по применению. Приготовить растворы с известными значениями ХПК (1 мг/дм³, 100 мг/дм³ и 1000 мг/дм³) путем разбавления ГСО с учетом рекомендаций приложения А.

Провести не менее трех измерений ХПК в исходном ГСО и приготовленных растворах. Рассчитать относительную погрешность измерений массовой концентрации ХПК по формуле

$$\delta = \frac{Z_{ij} - A_i}{A_i}, \quad (9)$$

где Z_{ij} - j -е измеренное значение ХПК i -го стандартного образца, мг/дм³; A_i - аттестованное значение ХПК в i -ом стандартном образце в соответствии с паспортом, мг/дм³.

Значения относительной погрешности измерений массовой концентрации ХПК должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.7 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры жидкости

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

Поместить термокомпенсатор или электрод со встроенным датчиком температуры и термопару гигрометра Rotronic в емкость с любым буферным раствором, имеющим температуру поверяемой отметки шкалы. После выдержки в буферном растворе не менее 3 мин регистрируют показания анализатора и гигрометра Rotronic.

Абсолютную погрешность измерения температуры жидкости рассчитать по формуле

$$\Delta_t = t_{изм} - t_{эм}, \quad (10)$$

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

Полученные значения Δ_t должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.8 Проверка относительной погрешности измерений УЭП

Приготовить растворы стандартных образцов УЭП к измерениям в соответствии с инструкцией по применению ГСО.

Датчик измерения УЭП погрузить в первый приготовленный раствор. Провести не менее 3 измерений УЭП. Рассчитать относительную погрешность измерения УЭП для каждого раствора по формуле

$$\delta_{pi} = \frac{\kappa_{ij} - A_i}{A_i} \cdot 100, \quad (11)$$

где κ_{ij} - j -е измеренное значение УЭП i -го стандартного образца, мСм/см; A_i - аттестованное значение УЭП в i -ом стандартном образце в соответствии с паспортом, мСм/см.

Повторить измерения и расчеты для других ГСО. Полученные значения относительной погрешности измерений УЭП должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.9 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации остаточного активного хлора

Проверку абсолютной погрешности измерений массовой концентрации остаточного активного хлора с использованием растворов, приготовленных по приложению В на основе хлорамина Т.

Провести измерения массовой концентрации остаточного активного хлора каждого раствора, приготовленных по приложению В, не менее пяти раз. Рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации остаточного активного хлора по формуле

$$\Delta_{Cl_2} = N_{ji} - A_i, \quad (12)$$

где N_{ji} - j -ое значение массовой концентрации остаточного активного хлора в i -м растворе, измеренное на анализаторе мг/дм³; A_i - аттестованное значение массовой концентрации остаточного активного хлора в i -м растворе, мг/дм³.

Измерения и расчеты выполнить для всех растворов. Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации остаточного активного хлора должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.10 Проверку диапазонов измерений рН, мутности, ХПК, массовой концентрации: растворенного кислорода, нитритного и нитратного азота, аммонийного азота, фосфора ортофосфатного, общего органического углерода, УЭП, температуры жидкости, остаточного активного хлора провести одновременно с определением погрешностей по 8.3.1 – 8.3.9 (провести измерения в начале, середине и в конце диапазона измерений каждого параметра анализатора). Полученные значения диапазонов измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3

Наименование характеристик	Значения Характеристик
<i>1</i>	<i>2</i>
Диапазоны измерений:	
- рН (датчик SensoLyt 700 IQ (SW))	от 1,0 до 14,0
- мутности, ЕМФ/NTU, для датчиков: - VisoTurb 700 IQ (SW), ViSolid 700 IQ (SW) - Turb 2000	от 0,1 до 4000,0 от 0,01 до 1000
- удельной электрической проводимости (УЭП), мСм/см	от 0,01 до 150
- массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³ , для датчиков: - FDO 700 IQ (SW) - TriOxmatic 702 IQ - TriOxmatic 701 IQ - TriOxmatic 700 IQ	от 0,1 до 20,0 от 0,01 до 10,0 от 0,01 до 60,0 от 0,1 до 60,0
- массовой концентрации нитратного азота, мг/дм ³ , для датчиков: VARiON plus 700 IQ, NitraLyt plus 700 IQ NitraVis 701 IQ, NitraVis 701 IQ TS, NiCaVis 701 IQ NI NitraVis 705 IQ, NitraVis 705 IQ TS, NiCaVis 705 IQ NI, NiCaVis 705 IQ	от 0,2 до 1000 от 0,1 до 100 от 0,01 до 25
- массовой концентрации нитритного азота, мг/дм ³ , для датчиков: NiCaVis 701 IQ NI NiCaVis 705 IQ NI	от 0,1 до 25 от 0,01 до 5
- массовой концентрации аммонийного азота, мг/дм ³ , для датчиков: VARiON plus 700 IQ, AmmoLyt plus 700 IQ	от 0,2 до 1000
- массовой концентрации фосфора ортофосфатного, мг/дм ³ , для датчика P 700 IQ	от 0,05 до 50
- массовой концентрации остаточного активного хлора, мг/дм ³ , для датчика Chlorine 3000	от 0,03 до 10
- массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм ³ , для датчиков: CarboVis 701 IQ, CarboVis 701 IQ TS, NiCaVis 701 IQ NI CarboVis 705 IQ, CarboVis 701 IQ TS, NiCaVis 705 IQ NI, NiCaVis 705 IQ	от 5 до 20000 от 0,5 до 500

<i>1</i>	<i>2</i>
- химического потребления кислорода (ХПК), мг/дм ³ , для датчиков: CarboVis 705 IQ, NiCaVis 705 IQ, NiCaVis 705 IQ NI CarboVis 701 IQ, NiCaVis 701 IQ NI	от 0,5 до 800 от 1 до 4000
- температуры жидкости, °С	от минус 5 до 60
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений рН	± 0,03
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности, ЕМФ	± (0,02 + 0,06·С)
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации, мг/дм ³ : - нитратного азота - нитритного азота - аммонийного азота - фосфора ортофосфатного - остаточного активного хлора - растворенного кислорода, для датчиков: - FDO 700 IQ (SW) - TriOxmatic 702 IQ - TriOxmatic 701 IQ - TriOxmatic 700 IQ	± (0,05 + 0,05·С) ± (0,02 + 0,1·С) ± (0,05 + 0,05·С) ± (0,05 + 0,05·С) ± (0,03 + 0,05·С) ± (0,1 + 0,05·С) ± (0,01 + 0,03·С) ± (0,01 + 0,02·С) ± (0,01 + 0,05·С)
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода, г/дм ³	± 0,2·С
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений химического потребления кислорода (ХПК), %	± 20
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости, %	± 2,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры жидкости, °С	±1
Примечание - С – среднее арифметическое значение результатов измерений характеристики.	

9 Оформление результатов поверки

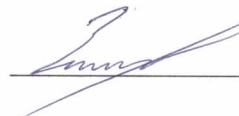
9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Г.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

Разработчик:

Инженер I категории лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



Е.О. Зеньков

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО

А.1 Для приготовления растворов на основе разбавления ГСО (далее - растворы) с известными значениями массовой концентрации компонентов используют следующие стандартные образцы:

- ГСО 7271-96, ГСО 7863-2000, ГСО 7862-2000, ГСО 7864-2000, ГСО 7425-97, ГСО 7020-93;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

А.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрацией компонентов.

Растворы готовятся путем последовательного разбавления стандартного образца.

А.2.1 В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_1 V_z}{A_2}, \quad (\text{A.1})$$

где A_1 - аттестованное значение массовой концентрации в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/дм³; A_2 - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мг/дм³; V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, дм³.

А.2.2 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать

А.2.3 Относительная погрешность аттестованного значения приготовленных растворов не превышает 2,0 % при P=0,95.

А.2.5 Растворы на основе разбавления ГСО применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

А.3 Приготовление растворов с известными значениями мутности (2000 ЕМФ, 100 ЕМФ, 20 ЕМФ, 0,5 ЕМФ) путем последовательного разбавления исходного ГСО 7271-96 с аттестованным значением мутности 4000 ЕМФ:

- дистиллированную воду по ГОСТ 6709, дополнительно пропускают через системы очистки воды Synergy System Kit или Elix производства Millipore (Франция), имеющие конечный фильтр с размерами пор 0,22 мкм или аналогичную систему фильтрации.

- порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО 7271-96 или АС в соответствии с таблицей А.1, доведения колбы до метки очищенной дистиллированной водой и тщательным перемешиванием содержимого колбы.

Таблица А.1 Процедура приготовления растворов с известными значениями мутности

№	Наименование АС	V_{al} , см ³	V_{mk} , см ³	V_{H_2O} , см ³	Аттестованное значение мутности A , ЕМФ	Абсолютная погрешность аттестованного значения ΔA , ЕМФ
1	ГСО 7271-96	-	-	-	4000,00	80,00
2	Раствор №1 готовится из ГСО 7271-96	50,00	100,00	50,00	2000,00	40,06*
3	Раствор №2 готовится из раствора №1	10,00	100,00	90,00	200,00	4,13*
4	АС Раствор 3 готовится из раствора №2	10,00	100,00	90,00	20,00	0,43*
5	Раствор №4 готовится из раствора №3	2,50	100,00	97,50	0,50	0,05*

* Примечание: при расчете погрешности аттестованного значения учитывали: погрешность от процедуры приготовления; погрешность аттестованного значения ГСО 7271-96 или раствора; погрешность от разбавления исходного ГСО очищенной водой, величина мутности которой менее 0,05 ЕМФ (подтверждено измерениями мутности воды с помощью мутномеров). Формула для расчета погрешности аттестованного значения мутности в растворах

$$\Delta A = \sqrt{\left(\frac{V_{al}}{V_{mk}}\right)^2 \Delta A^2 + \left(\frac{A}{V_{mk}}\right)^2 \Delta V_{al}^2 + \left(\frac{AV_{al} + X_{H_2O} V_{H_2O}}{V_{mk}^2}\right)^2 \Delta V_{al}^2 + \left(\frac{V_{H_2O}}{V_{mk}}\right)^2 \Delta X_{H_2O}^2 + \left(\frac{X_{H_2O}}{V_{H_2O}}\right)^2 \Delta V_{H_2O}^2}, \quad (A.2)$$

где A - аттестованное значение мутности ГСО 7271-96 (приведено в паспорте) или раствора в соответствии с таблицей А1, ЕМФ;

ΔA - погрешность значения мутности ГСО 7271-96 или раствора, в соответствии с таблицей А1, ЕМФ;

V_{mk} - объем мерной колбы, см³;

V_{al} - объем отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или раствора, см³; V_{H_2O} - объем очищенной воды; $\Delta V_{mk} = \pm 0,2$ см³ - погрешность измерений объема мерной колбы, см³;

$\Delta V_{al} = \pm 0,05$ см³ - погрешность измерений объема отбираемой аликвоты ГСО 7271-96 или раствора;

X_{H_2O} - мутность очищенной воды, ЕМФ (в расчета принималась за нуль, что подтверждено измерениями мутности с помощью мутномера универсального 2100 N (Госреестр № 26091-03), имеющий абсолютную погрешность измерений мутности $\pm 0,05$ ЕМФ в диапазоне измерений 0,05 – 2,0 ЕМФ); $\Delta X_{H_2O} = \pm 0,05$ ЕФМ - погрешность измерений мутности очищенной воды с помощью мутномера универсального 2100 N.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Концентрация растворенного кислорода в дистиллированной воде при атмосферном давлении 101,3 кПа

Условия насыщения (условия равновесия): атмосферное давление 101,3 кПа, что соответствует 760 мм рт.ст.; относительная влажность воздуха 10 %, объемное содержание кислорода в воздухе – 20,94 %.

При температуре воздуха и воды + 20 °С, атмосферном давлении 101,3 кПа, плотности кислорода 1,428 кг/м³ в 1 литре воды растворится 6,36 см³ или 9,08 мг кислорода, т.е. 9,08 мг/дм³.

Таблица Б.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 В

(обязательное)

Процедура приготовления растворов остаточного активного хлора

В.1 Приготовление растворов остаточного активного хлора

В.1.1 Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией остаточного активного хлора $50,4 \text{ мг/дм}^3$

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 внести навеску 400 мг хлорамина Т, затем добавить 2-3 капли серной кислоты. Довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

Массовую концентрацию приготовленного раствора C_a , мг/дм^3 , вычислить по формуле

$$C_a = 0,126 \cdot m / V_k, \quad (\text{A.1})$$

где m - масса хлорамина Т, мг ;

V_k - объем мерной колбы, дм^3 .

Массовую концентрацию приготовленного раствора определить на ГВЭТ 176-1-2010.

В.1.2 Приготовление поверочных растворов остаточного активного хлора

Приготовить растворы с массовой концентрацией активного хлора путем разбавления раствора, приготовленного по В.1.1. Для этого в мерную колбу объемом 100 см^3 внести аликвоту согласно таблице В.1. Довести объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

Таблица В.1

Объем аликвоты, см^3	Значение массовой концентрации остаточного активного хлора, мг/дм^3	Относительная погрешность массовой концентрации остаточного активного хлора, %
1,0	0,50	10,0
3,0	1,51	2,5
9,0	4,53	2,0

Раствор с массовой концентрацией остаточного активного хлора $0,05 \text{ мг/дм}^3$ готовят путем разбавления в 10 раз раствора с массовой концентрацией остаточного активного хлора $0,50 \text{ мг/дм}^3$. Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации остаточного активного хлора в данном растворе не превышает 10 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(обязательное)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор промышленный многопараметрический IQ, зав. № _____

Документ на поверку: МП 101-241-2013 «ГСИ. Анализаторы промышленные многопараметрические IQ. Методика поверки».

Перечень эталонных средств, используемых при поверке:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Г.1 Результаты проверки абсолютной погрешности измерений pH

Значение pH воспроизводимое буферным раствором	Результаты измерений pH	Абсолютная погрешность измерений pH	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений pH

Таблица В.Г Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

Значение массовой концентрации растворенного кислорода, рассчитанное исходя из ПГС-ГСО, мг/дм ³	Результаты измерений массовой концентрации кислорода, мг/дм ³	Абсолютная погрешность измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³
ПГС 3713-87 _____			
ПГС 3723-87 _____			
ПГС 3729-87 _____			

Таблица Г.3 Результаты проверки абсолютной погрешности измерений мутности

Номинальное значение мутности, рассчитанное исходя из ГСО 7271-96, ЕМФ	Результаты измерений мутности, ЕМФ	Абсолютная погрешность измерений мутности, %	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений мутности, ЕМФ

Таблица Г.4 Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нитритного и нитратного азота, аммонийного азота, фосфора ортофосфатного, остаточного активного хлора.

Аттестованное значение массовой концентрации соответствующего компонента, мг/дм ³	Результаты измерений массовой концентрации соответствующего компонента, мг/дм ³	Абсолютная погрешность измерений массовой концентрации соответствующего компонента, мг/дм ³	Нормируемые значения абсолютной погрешности, мг/дм ³
Нитрат _____			
Нитрат _____			
Нитрит _____			
Нитрит _____			
Аммоний _____			
Аммоний _____			
фосфор _____			
фосфор _____			
Остаточный активный хлор _____			
Остаточный активный хлор _____			

Таблица Г.5 Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода.

Аттестованное значение массовой концентрации общего органического углерода в растворе, мг/дм ³	Результаты измерений массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм ³	Абсолютная погрешность измерений массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм ³	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм ³

Таблица Г.6 Результаты проверки относительной погрешности измерений химического потребления кислорода (ХПК)

Аттестованное значение ХПК в растворе, мг/дм ³	Результаты измерений ХПК, мг/дм ³	Относительная погрешность измерений ХПК, %	Нормируемые значения относительной погрешности измерений ХПК, %

Таблица Г.7 Результаты проверки относительной погрешности измерений УЭП

Значение УЭП воспроизводимое ГСО, мСм/м	Результаты измерений УЭП, мСм/м	Относительная погрешность измерений УЭП, %	Нормируемое значение относительной погрешности измерений УЭП, %

Таблица Г.8 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений температуры жидкости

Значение температуры жидкости, измеренное термометром, °С	Результаты измерений температуры жидкости на анализаторе, °С	Абсолютная погрешность измерений температуры жидкости, °С	Нормируемые значения абсолютной погрешности измерений температуры жидкости, °С

Таблица Г.9– Результаты проверки диапазонов измерений анализатора

Наименование характеристики	Полученные значения диапазона	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____
Подпись
(Ф.И.О.)

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Организация, проводившая поверку _____