

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ

С.В. Медведевских

2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Системы автоматизированные автономного контроля стоков

АСАКС

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 32-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Крашенинина М. П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в апреле 2019 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	4
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ.....	5
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	6
8.1	ВНЕШНИЙ ОСМОТР	6
8.2	ОПРОБОВАНИЕ.....	6
8.3	ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

Дата введения в действие: апрель 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на системы автоматизированные автономного контроля стоков АСАКС (далее - системы автоматизированные АСАКС) производства ООО «АКСИТЕХ» и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка систем автоматизированных АСАКС должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками - один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке
Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.3		
3.1 Проверка среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации ПАУ	8.3.1	да	да
3.3 Проверка абсолютной погрешности результатов измерений массовой концентрации ПАУ	8.3.2	да	да
3.4 Проверка относительной погрешности результатов измерений массовой концентрации ПАУ	8.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазона измерений массовой концентрации ПАУ	8.3.4	да	да

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

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр) ГСО 8749-2006 с массовой концентрацией антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см³ с границами допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0\%$ при $P=0,95$;
- пипетки 1 (10, 50) по ГОСТ 29227;
- колбы мерные 2-500 (1000)-2 по ГОСТ 1770.

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

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки систем автоматизированные АСАКС должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на систему автоматизированную АСАКС и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 10 до 30

6.2 Системы автоматизированные АСАКС устанавливаются вдали от источников электромагнитных полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Системы автоматизированные АСАКС подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2 Стандартные образцы подготовить в соответствии с инструкциями по эксплуатации.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений систем автоматизированных АСАКС;
- чистоту систем автоматизированных АСАКС, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реагентов;

- соответствие комплектности указанной в РЭ;

- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки систем автоматизированных АСАКС при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО систем автоматизированных АСАКС. Номер версии ПО идентифицируется путем вывода на экран номера версии с помощью соответствующего пункта меню. Номер версии ПО должен быть не ниже приведенной в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Сервер OPC UA обработки данных	ПО контроллеров сбора и передачи данных КАМ100 и КАМ200
Идентификационное наименование ПО	Axi.OPC.Asaks	KAM200_10S CHEMISTRY
Номер версии ПО	не ниже 4.1.0.0	не ниже 1.5.11
Цифровой идентификатор ПО	MD5	CRC32

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка среднего квадратического отклонения результатов измерений массовой концентрации ПАУ

Проверку среднего квадратического отклонения (далее - СКО) результатов измерений массовой концентрации ПАУ провести с использованием контрольных растворов, приготовленных из ГСО 8749-2006 в соответствии с приложением А.

Выполнить не менее 5 измерений массовой концентрации ПАУ в трех точках диапазона измерений от 0 до 50 мкг/дм³ и в трех точках диапазона измерений св. 50 до 500 мкг/дм³.

По результатам измерений для диапазона измерений от 0 до 50 мкг/дм³ включ. вычислить среднее арифметическое (\bar{C}_1) и СКО (S_1) результатов измерений массовой концентрации ПАУ по формулам:

$$\bar{C}_1 = \frac{\sum_{i=1}^n C_{1i}}{n}, \quad (1)$$

$$S_1 = \sqrt{\frac{\sum (C_{1i} - \bar{C}_1)^2}{n-1}}. \quad (2)$$

По результатам измерений для диапазона измерений св. 50 до 500 мкг/дм³ включ. вычислить среднее арифметическое (\bar{C}_2) и относительное СКО (S_2) результатов измерений массовой концентрации ПАУ по формулам:

$$\bar{C}_2 = \frac{\sum_{i=1}^n C_{2i}}{n}, \quad (3)$$

$$S_2 = \frac{1}{\bar{C}_2} \sqrt{\frac{\sum (C_{2i} - \bar{C}_2)^2}{n-1}} \cdot 100, \quad (4)$$

где C_{1i}, C_{2i} - результат i -го измерения массовой концентрации ПАУ первого и второго диапазона соответственно, мкг/дм³;

$n = 5$ - количество измерений массовой концентрации ПАУ.

Полученное значение СКО для первого диапазона и относительного СКО для второго диапазона результатов измерений массовой концентрации ПАУ должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности результатов измерений массовой концентрации ПАУ

Проверку абсолютной погрешности результатов измерений массовой концентрации ПАУ в диапазоне от 0 до 50 мкг/дм³ включ. провести с использованием результатов измерений, полученных по п. 8.3.1.

Абсолютную погрешность результатов измерений массовой концентрации ПАУ (Δ) для каждого контрольного раствора рассчитать по формуле

$$\Delta = C_{(изм)ij} - C_{\varnothing j}, \quad (5)$$

где $C_{(изм)ij}$ - i -ое измеренное значение массовой концентрации ПАУ в j точке, мкг/дм³;

$C_{\varnothing j}$ - j -ое значение массовой концентрации ПАУ в контрольном растворе, приготовленном по приложению А, мкг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности результатов измерений массовой концентрации ПАУ должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.3 Проверка относительной погрешности результатов измерений массовой концентрации ПАУ

Проверку относительной погрешности результатов измерений массовой концентрации ПАУ св. 50 до 500 мкг/дм³ включ. провести с использованием результатов измерений полученных по п. 8.3.1.

Относительную погрешность результатов измерений массовой концентрации ПАУ (Δ) для каждого контрольного раствора рассчитать по формуле

$$\Delta = \frac{C_{(изм)ij} - C_{\varnothing j}}{C_{\varnothing j}} \cdot 100, \quad (6)$$

где $C_{(изм)ij}$ - i -ое измеренное значение массовой концентрации ПАУ в j точке, мкг/дм³;

$C_{\varnothing j}$ - j -ое значение массовой концентрации ПАУ в контрольном растворе, приготовленном по приложению А, мкг/дм³.

Полученные значения относительной погрешности результатов измерений массовой концентрации ПАУ должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.4 Проверка диапазона измерений массовой концентрации ПАУ

Проверку диапазона измерений массовой концентрации ПАУ провести одновременно с проверкой абсолютной и относительной погрешности (Провести измерения массовой концентрации в начале, середине и в конце каждого диапазона измерений). Полученные значения диапазона измерений массовой концентрации ПАУ должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон показаний массы ПАУ в час, г/ч	от 0 до 150
Диапазон измерений массовой концентрации ПАУ, мкг/дм ³	от 0 до 500
Предел допускаемого среднего квадратического отклонения, мкг/дм ³ , в диапазоне: - от 0 до 50 мкг/дм ³ включ.	5
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения, %, в диапазоне: - св. 50 до 500 мкг/дм ³ включ.	10
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ПАУ, мкг/дм ³ , в диапазоне: - от 0 до 50 мкг/дм ³ включ.	±10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ПАУ, %, в диапазоне: - св. 50 до 500 мкг/дм ³ включ.	±20

9 Оформление результатов поверки

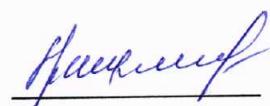
9.1 Оформляют протокол проведения поверки в свободной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки систему автоматизированную АСАКС признают непригодной к дальнейшей эксплуатации, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик

С.н.с. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



М.П. Красченинина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов антрацена в воде дистиллированной

А.1 Для приготовления раствора антрацена в воде дистиллированной по ГОСТ 6709 используют:

- стандартный образец состава раствора антрацена (СО-Антр) ГСО 8749-2006 с массовой концентрацией антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см³ с границами допускаемых значений относительной погрешности при $\pm 2,0\% P=0,95$;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- пипетки 1 (10, 50) по ГОСТ 29227;
- колбы мерные 2-500 (1000)-2 по ГОСТ 1770.

А.2 Процедура приготовления раствора

А.2.1 Рассчитать объем аликовты ГСО, которую надо отобрать, для приготовления исходного раствора с концентрацией 500 мкг/см³ по формуле

$$V_{RCO} = \frac{C_0 \cdot V_{M.K.}}{C_{RCO} \cdot 10^3 \cdot 10^3}, \quad (A.1)$$

где C_0 - массовая концентрация исходного раствора, равная 500 мкг/дм³, мкг/дм³;

C_{RCO} - аттестованное значение ГСО 8749-2006, мг/см³;

V_{RCO} - объем ГСО, отбираемый для приготовления раствора, см³;

$V_{M.K.}$ - объем мерной колбы, используемой для приготовления раствора, см³.

А.2.2 Растворы с массовой концентрацией менее 500 мкг/дм³ приготовить объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов. Массовую концентрацию контрольного компонента рассчитать по формулам:

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_1}{V_{M.K.}}, \quad (A.2)$$

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_2}{V_{M.K.}}, \quad (A.3)$$

$$C_n = \frac{C_{n-1} \cdot V_n}{V_{M.K.}}, \quad (A.4)$$

где n – номер ступени разбавления исходного контрольного раствора с массовой концентрацией C_0 ;

V_1, V_2, V_n - объемы аликовот раствора с массовой концентрацией C_0, C_1, C_{n-1} соответственно, см^3 .

А.2.3 Перед каждым разбавлением рассчитать значение аликовоты растворов (V_1, V_2, V_n), исходя из заданного значения массовой концентрации контрольного компонента (C_0, C_1, C_{n-1}) и массовой концентрации разбавляемого раствора. Заданными концентрациями должны быть следующие точки: 300 мкг/дм^3 ; 100 мкг/дм^3 ; 50 мкг/дм^3 ; 30 мкг/дм^3 и 10 мкг/дм^3 .

А.2.4 В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 внести аликовоту разбавляемого раствора, довести объем раствора до метки и тщательно перемешать.

А.3 Хранение приготовленных растворов

Приготовленные растворы хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при комнатной температуре.

Срок хранения исходного раствора от 3 до 5 дней.

Относительная погрешность приготовления растворов не превышает 10 %.