

**УТВЕРЖДАЮ**

Зам. директора ФГУП «УНИИМ»

В.В. Казанцев

2015 г.

Изменение № 1

МП 27-241-2010 «ГСИ. Анализаторы промышленные многопараметрические sc60, sc100, sc200, sc1000. Методика поверки»

1. Раздел 4. Пункт 4.1

1.1 Исключить:

- государственный стандартный образец состава газовой смеси O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub> ПГС 3713-87 (объемная доля кислорода в смеси 0,19 %, абсолютная погрешность аттестованного значения ±0,006% при P=0,95);
- государственный стандартный образец состава газовой смеси O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub> ПГС 3723-87 (молярная доля кислород в смеси от 3,000 % до 5,000 %, относительная погрешность аттестованного значения ± (-0,1·X+0,8) % при P=0,95);
- государственный стандартный образец состава газовой смеси O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub> ПГС 3729-87 (молярная доля кислород в смеси от 10 % до 94 %, относительная погрешность аттестованного значения ± (-0,003·X+0,32) % при P=0,95);

1.2 Добавить:

- ГСО-ПГС 9801-2011 состава газовой смеси O<sub>2</sub>-Ar (объемная доля кислорода в смеси от 2,5 % до 5,0 %, относительная погрешность аттестованного значения ± (-0,2·X+2,0) % при P=0,95, где X – аттестованное значение, %);
- ГСО-ПГС 10253-2013 состава газовой смеси O<sub>2</sub>-N<sub>2</sub> (объемная доля кислорода в смеси от 0,00010 до 0,0010 %, относительная погрешность аттестованного значения ± (-1111,1X+5,11) % при P=0,95, где X – аттестованное значение, %); объемная доля кислорода в смеси св. 0,0010 до 0,10 %, относительная погрешность аттестованного значения (-15,15X+4,015) %, где X – аттестованное значение, %;
- ГСО-ПГС 9709-2010 состава газовой смеси O<sub>2</sub>+CO+CH<sub>4</sub>+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> (объемная доля кислорода в смеси от 15 % до 21 %, относительная погрешность аттестованного значения ± 0,9%).

2. Раздел 8. Пункт 8.2 дополнить:

Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Наименование ПО идентифицируется при включении анализатора. Идентификационное наименование ПО должно соответствовать указанному в таблице. Первая цифра номера версии ПО должна соответствовать указанным в таблице.

Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Модель анализатора		
	sc60, sc100	sc200	sc1000
Идентификационное наименование ПО	SC60, SC100	SC200	SC1000
Номер версии ПО	1.XX	2.XX	3.XX
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-
Другие идентификационные данные	-	-	-

Зав. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»

М.Ю. Медведевских

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

УТВЕРЖДАЮ



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы промышленные многопараметрические

sc 60, sc 100, sc 200, sc 1000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 27-241-2010

н.р 30084-10

Екатеринбург

2010

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

**1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**

**2 ИСПОЛНИТЕЛИ Собина Е.П., Зеньков Е.О.**

**3 УТВЕРЖДЕНА зам. директора ФГУП «УНИИМ» в августе 2010 г.**

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>1</b>	<b>ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ .....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ .....</b>	<b>5</b>
<b>4</b>	<b>СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....</b>	<b>6</b>
<b>5</b>	<b>ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ .....</b>	<b>8</b>
<b>6</b>	<b>УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКИ К НЕЙ.....</b>	<b>8</b>
<b>7</b>	<b>ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....</b>	<b>8</b>
<b>8</b>	<b>ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>8</b>
8.1	ВНЕШНИЙ ОСМОТР.....	8
8.2	ОПРОБОВАНИЕ. .....	8
8.3	ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК.....	8
<b>9</b>	<b>ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....</b>	<b>13</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А.....</b>	<b>14</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....</b>	<b>16</b>
	<b>ПРИЛОЖЕНИЕ В.....</b>	<b>17</b>

# **МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

<b>Государственная система обеспечения единства измерений.</b> <b>Анализаторы промышленные многопараметрические sc 60, sc 100, sc 200, sc 1000.</b>	<b>МП 27-241-2010</b>
<b>Методика поверки</b>	

**Дата введения в действие: август 2010 г**

## **1 Область применения**

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы промышленные многопараметрические sc 60, sc 100, sc 200, sc 1000 производства фирмы “HACH-LANGE” (Германия) (далее анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверку в условиях эксплуатации допускается проводить по МИ 2531-99.

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 8.120–99 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений pH

ГОСТ 8.134–98 Государственная система обеспечения единства измерений. Шкала pH водных растворов

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

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

Общие требования безопасности

РМГ 60-2003 Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

МИ 2531-99 Рекомендация. ГСИ. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные.

Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации.

### 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
1	2	3	4
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик	8.3	да	да
3.1 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений pH	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазона и определение приведенной погрешности измерений удельной электрической проводимости (УЭП)	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений мутности	8.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода	8.3.4	да	да

**продолжение таблицы 1**

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>
3.5 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нитратного азота, нитритного азота, фосфатов, аммонийного азота, хлора активного остаточного	8.3.5	да	да
3.6 Проверка относительного СКО выходного сигнала при контроле растворенных органических соединений и нефтепродуктов	8.3.6	да	да
3.7 Проверка диапазона и определение СКО результатов измерений массовой концентрации озона, диоксида хлора, свободного и общего хлора	8.3.7	да	да

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

#### **4 Средства поверки**

4.1 При проведение поверки применяют следующие средства поверки:

- буферные растворы 2-го разряда по ГОСТ 8.135-2004, воспроизводящие следующие значения pH: 1,65; 4,01; 12,65. Абсолютная погрешность аттестованного значения  $\pm 0,01$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ ;

- государственный стандартный образец состава содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 7117-94 (содержание нефтепродуктов 0,5-5,0 мг, относительная погрешность аттестованного значения 1,1 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ );

- комплект государственных стандартных образцов удельной электрической проводимости ГСО 7374-97...ГСО 7378-97 (удельная электрическая проводимость 0,0047 См/м, 0,029 См/м, 0,141 См/м, 1,29 См/м, 11,23 См/м; относительная погрешность аттестованного значения  $\pm 0,25$  % при  $P=0,95$ );

- государственный стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 (мутность по формазиновой шкале 4000 ЕМФ, относительная погрешность аттестованного значения  $\pm 2,0$  % при  $P=0,95$ );

- государственный стандартный образец состава нитрит ионов (ион  $NO_2^-$ ) ГСО 7862-2000 (массовая концентрация 1,0 г/дм<sup>3</sup>; относительная погрешность аттестованного значения ± 1,0 % при Р=0,95);
  - государственный стандартный образец состава нитрат ионов (ион  $NO_3^-$ ) ГСО 7863-2000 (массовая концентрация 1,0 г/дм<sup>3</sup>; относительная погрешность аттестованного значения ± 1,0 % при Р=0,95);
  - государственный стандартный образец состава ионов аммония (ион  $NH_4^+$ ) ГСО 7864-2000 (массовая концентрация 1,0 г/дм<sup>3</sup>; относительная погрешность аттестованного значения ± 1,0 % при Р=0,95);
  - государственный стандартный образец состава фосфат ионов (ион  $PO_4^{3-}$ ) ГСО 7748-99 (массовая концентрация 1,0 г/дм<sup>3</sup>; относительная погрешность аттестованного значения ± 1,0 % при Р=0,95);
  - государственный стандартный образец состава хлора активного остаточного (ион  $HClO$ ) ГСО 8203-2003 (массовая концентрация 1,0 г/дм<sup>3</sup>; относительная погрешность аттестованного значения ± 1,0 % при Р=0,95);
  - государственный стандартный образец состава газовой смеси  $O_2-N_2$  ПГС 3713-87 (объемная доля кислорода в смеси 0,19 %, абсолютная погрешность аттестованного значения ±0,006% при Р=0,95);
  - государственный стандартный образец состава газовой смеси  $O_2-N_2$  ПГС 3723-87 (молярная доля кислород в смеси от 3,000 % до 5,000 %, относительная погрешность аттестованного значения ± (-0,1·X+0,8) % при Р=0,95);
  - государственный стандартный образец состава газовой смеси  $O_2-N_2$  ПГС 3729-87 (молярная доля кислород в смеси от 10 % до 94 %, относительная погрешность аттестованного значения ± (-0,003·X+0,32) % при Р=0,95);
  - термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498-90;
  - барометр БК-75 по ТУ 25-04-2533-75 (или иной аналогичный, БАММ-1)
  - колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770;
  - пипетки II класса точности по ГОСТ 29169;
  - вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- 4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерений.

## 5 Требования безопасности

5.1 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:

- температура окружающего воздуха, °C от 18 до 25
  - относительная влажность воздуха, (при  $t = 20$  °C), % не более 70

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников магнитных и электрических полей.

## 7 Подготовка к поверке

7.1 При подготовке к проведению поверки выполнить следующие операции:

- анализаторы подготавливают к работе в соответствии с РЭ (руководством по эксплуатации).

7.2 Приготовить государственные стандартные образцы, предусмотренные в качестве эталонных средств поверки в соответствии с инструкциями по применению на ГСО.

7.3 Растворы на основе разбавления ГСО нефтепродуктов и ионов готовят в соответствии с Приложением А.

## **8 Проведение поверки**

## 8.1 Внешний осмотр.

**При внешнем осмотре установить:**

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
  - чистоту анализаторов, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реагентов;
  - соответствие комплектности указанной в РЭ;
  - четкость обозначений и маркировки.

## 8.2 Опробование.

- включить анализатор и проверить, что анализатор проходит режим самодиагностики;
  - провести градуировку поверяемого анализатора в соответствии с РЭ.

### 8.3 Проверка метрологических характеристик.

### 8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений pH.

Буферные растворы – рабочие эталоны pH приготавливают, как указано в инструкции на стандарт-титры для pH-метрии.

Проводят измерения pH трех буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизведящих значения pH=1,65, pH=4,01 и pH=12,65 при температуре растворов (25±0,2) °C. Измерения проводят не менее трех раз на каждом буферном растворе.

Абсолютную погрешность измерения pH рассчитывают для каждого значения pH буферных растворов по формуле

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

где  $pH_{ij}$  -  $j$ -е измерение pH  $i$ -го буферного раствора;

$pH_{i\text{эм}}$  - значение pH, воспроизводимое  $i$ -ым буферным раствором при температуре 25 °C;

Для каждого буферного раствора и результата измерения значение  $\Delta pH$ , рассчитанное по формуле (1), должно находиться в интервале ± 0,05.

8.3.2 Проверка приведенной погрешности измерений удельной электрической проводимости (УЭП).

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

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

$$\delta_p = \frac{|X_{ij} - A_i|}{N_e} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $X_{ij}$  - результат  $j$ -го измерения УЭП,  $i$ -го стандартного образца, мкСм;  $A_i$  - аттестованное значение УЭП в  $i$ -ом стандартном образце в соответствии с паспортом, мкСм/см;  $N_e$  - верхний предел измерений УЭП, мкСм/см.

Повторить измерения и расчеты для других ГСО. Полученные значения приведенной погрешности измерений УЭП не должно превышать 3,0 %,

8.3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений мутности

Подготовить к измерениям стандартный образец ГСО 7271-96 (мутность по формазиновой шкале 4000 ЕМФ) в соответствии с инструкцией по применению. Приготовить растворы с известными значениями мутности (2000 ЕМФ, 100 ЕМФ, 20 ЕМФ, 0,5 ЕМФ) путем разбавления ГСО с учетом рекомендаций приложения А.

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

$$\Delta = |X_{ij} - A_i|, \quad (3)$$

где  $X_{ij}$  -  $j$ -е измерение мутности,  $i$ -го стандартного образца, ЕМФ;  $A_i$  - аттестованное значение мутности в  $i$ -ом стандартном образце в соответствии с паспортом, ЕМФ.

Повторить измерения и расчеты для всех растворов на основе разбавленного ГСО 7271.

Значения абсолютной погрешности измерений мутности должны находиться в интервале  $\pm (0,1 + 0,05^{\circ}\text{C})$ , где С – среднеарифметическое результатов измерений мутности, ЕМФ.

### 8.3.4 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

8.3.4.1 Подготовить к измерениям анализаторы и датчики 5740 sc, LDO. Проверить фоновые показания анализатора по раствору сернокислого натрия в дистиллированной воде (концентрация не менее 80 г/дм<sup>3</sup>) при температуре  $(20 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ . Фоновые показания должны быть в диапазоне (0,02-0,1) мг/дм<sup>3</sup>. Произвести настройку измерительного блока кислородомера по кислороду воздуха в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.3.4.2 Приготовить пробу воды, залить в мерную колбу 2 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды. Измерить атмосферное давление  $P_A$  в кПа и температуру. Рассчитать концентрацию растворенного кислорода в воде по формуле

$$C_{O_2} = \frac{P_A}{101,3} \cdot 9,08, \quad (4)$$

где  $C_{O_2}$  - концентрация растворенного кислорода в воде при атмосферном давлении  $P_A$  и температуре  $t, ^{\circ}\text{C}$ , мг/дм<sup>3</sup>, при нормальном атмосферном давлении 101,3 кПа и температуре 20  $^{\circ}\text{C}$  концентрация растворенного кислорода в воде равна 9,08 мг/дм<sup>3</sup> (Приложение Б).

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

$$\Delta = X_{ij} - C_{O_2}, \quad (5)$$

8.3.4.3 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 трубы на дно колбы. Открыть редуктор, таким образом, чтобы пошли пузырьки газа с частотой не менее 100 в минуту. Концентрация кислорода в дистиллированной воде, насыщенной поверхочными газовыми смесями рассчитать по формуле

$$C_{jO_2} = 9,08 \cdot \frac{C_{jPGCO}}{20,94} \cdot \frac{P_A}{101,3}, \quad (6)$$

где  $C_{jO_2}$  - концентрация кислорода в воде, насыщенной  $j$ -ым ПГС-ГСО, мг/л;  $C_{jPGCO}$  - 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 (5).

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

Значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода должны находиться в интервалах:

от 0,10 до 1,0 вкл.:  $\pm 0,1$  мг/дм<sup>3</sup>;

св. 1,0 до 20 вкл.:  $\pm 0,2$  мг/дм<sup>3</sup>.

**8.3.5 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нитратного азота, нитритного азота, фосфатов, аммонийного азота, хлора активного остаточного**

Для измерений приготовить для каждого иона (компонента) по не менее трех растворов с различными массовыми концентрациями (в начале, середине и конце диапазона измерений) на основе разбавления ГСО в соответствии с Приложением А. Произвести не менее трех измерений массовой концентрации ионов в каждом приготовленном растворе ГСО. Рассчитать абсолютную погрешность измерения массовой концентрации иона в растворе по формуле

$$\Delta_j = X_{ji} - A_i, \quad (7)$$

где  $X_{ji}$  -  $j$ -е измерение массовой концентрации  $i$ -го иона, мг/дм<sup>3</sup>;  $A_i$  - аттестованное значение массовой концентрации  $i$ -го иона, мг/дм<sup>3</sup>.

Измерения и расчеты выполнить для всех растворов. Полученные значения абсолютных погрешностей измерений массовой концентрации должны находиться в интервалах:  
 $\pm (0,5 + 0,05 \cdot C)$  - при измерении массовой концентрации нитратного и нитритного азота,  
 $\pm (0,05 + 0,05 \cdot C)$  - при измерении массовой концентрации фосфатов и аммонийного азота,

$\pm (0,02 + 0,03 \cdot C)$  - при измерении массовой концентрации хлора активного остаточного.

### 8.3.6 Проверка относительного СКО выходного сигнала при контроле растворенных органических соединений и нефтепродуктов

Для измерений используют государственный стандартный образец состава содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 7117-94 и растворы, приготовленные на его основе в соответствии с Приложением А со значениями  $5000 \text{ мкг/дм}^3$ ,  $2000 \text{ мкг/дм}^3$ ,  $50 \text{ мкг/дм}^3$

Измерения проводят согласно руководства по эксплуатации анализатора sc 1000 и датчика UVAS sc. Анализатор настраивают на измерение показателя «растворенная органика» в соответствии с процедурой, установленной в инструкции по эксплуатации. Выполняют последовательно не менее пяти параллельных измерений выходного сигнала на первом растворе. Рассчитывают для первого раствора среднее арифметическое ( $\bar{X}_i$ ) и относительное СКО ( $S_i$ ) результатов измерений по формуле

$$S_i = \frac{100}{\bar{X}_i} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_i)^2}{n-1}}, \quad (8)$$

$X_{ij}$  -  $j$ -е измерение массовой концентрации нефтепродуктов в  $i$ -ом стандартном образце,  $\text{мг/дм}^3$ .

Повторяют измерения и расчеты на втором растворе.

Полученные значения относительного СКО измерений выходного сигнала не должны превышать 10 %.

### 8.3.7 Проверка среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений массовой концентрации озона, диоксида хлора, свободного и общего хлора

Для измерений использовать рабочие пробы, содержащие растворенный озон, диоксид хлора, свободный и общий хлор в начале и конце диапазона измерений анализатора. Включить анализатор и соответствующие датчики, провести не менее 5 измерений массовой концентрации озона (в диапазоне от 0,04 до 2,00  $\text{мг/дм}^3$ ), диоксида хлора (в диапазоне от 0,04 до 2,00  $\text{мг/дм}^3$ ), свободного и общего хлора (в диапазоне от 0,1 до 10,0  $\text{мг/дм}^3$ ).

Рассчитывают среднее измеренное значение ( $\bar{X}_i$ ) и СКО ( $S_i$ ) по формулам:

$$\bar{X}_i = \frac{\sum X_i}{n}, \quad (9)$$

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (X_{ij} - \bar{X}_j)^2}{n-1}}, \quad (10)$$

где  $X_{ij}$  -  $j$ -е измерение массовой концентрации  $i$ -го компонента, мг/дм<sup>3</sup>.

Полученные значения СКО не должны превышать:

- для озона и диоксида хлора ( $0,02 + 0,05 \cdot C$ ) мг/дм<sup>3</sup>;
- для свободного и общего хлора ( $0,018 + 0,036 \cdot C$ ) мг/дм<sup>3</sup>.

## 9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения В.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с ПР 50.2.006.

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.

**Научный сотрудник лаб.241, к.х.н., ФГУП «УНИИМ»**

**Инженер 2 категории лаб.241 ФГУП «УНИИМ»**



**Е.П. Собина**



**Е.О. Зеньков**

## **ПРИЛОЖЕНИЕ А**

(обязательное)

### **Процедура приготовления растворов на основе разбавления ГСО**

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

- ГСО 7862-00, ГСО 7863-00, ГСО 8203-2003, ГСО 7864-2000, ГСО 7748-99; ГСО 7117-94;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

A.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрацией нефтепродуктов, ионов.

Растворы готовятся путем последовательного разбавления государственного стандартного образца.

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

$$V_{al} = \frac{A_i V_{mk}}{A}, \quad (A.1)$$

где  $A$  - аттестованное значение концентрации в исходном ГСО (приведено в паспорте);  $A_i$  - значение концентрации, которое необходимо приготовить;  $V_{mk}$  - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки соответствующего анализатора.

A.2.2 Затем колбу заполняют до метки дистиллированной водой, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

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

A.2.5 Растворы на основе разбавления ГСО нефтепродуктов в воде и ионов применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

A.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:

- дистиллиированную 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 АС 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 АС с известными значениями мутности

№	Наименование АС	$V_{al}$ , см <sup>3</sup>	$V_{mk}$ , см <sup>3</sup>	$V_{H_2O}$ , см <sup>3</sup>	Аттестованное значение мутности $A$ , ЕМФ	Абсолютная погрешность аттестованного значения $\Delta A$ , ЕМФ
1	ГСО 7271-96	-	-	-	4000,00	80,00
2	AC №1 готовится из ГСО 7271-96	50,00	100,00	50,00	2000,00	40,06*
3	AC №2 готовится из AC №1	10,00	100,00	90,00	200,00	4,13*
4	AC №3 готовится из AC №2	10,00	100,00	90,00	20,00	0,43*
5	AC №4 готовится из AC №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 АС; 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 АС

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

где  $A$  - аттестованное значение мутности ГСО 7271-96 (приведено в паспорте) или АС в соответствии с таблицей А1, ЕМФ;  $\Delta A$  - погрешность значение мутности ГСО 7271-96 или АС, в соответствии с таблицей А1, ЕМФ;  $V_{mk}$  - объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;  $V_{al}$  - объем отбиаемой аликвоты ГСО 7271-96 или АС, см<sup>3</sup>;  $V_{H_2O}$  - объем очищенной воды;  $\Delta V_{mk} = \pm 0,2$  см<sup>3</sup> – погрешность измерений объема мерной колбы, см<sup>3</sup>;  $\Delta V_{al} = \pm 0,05$  см<sup>3</sup> - погрешность измерений объема отбиаемой аликвоты ГСО 7271-96 или АС;  $X_{H_2O}$  - мутность очищенной воды, ЕМФ (в расчете принималась за нуль, что подтверждено измерениями мутности с помощью мутномера универсального 2100 N (Госрегистр № 26091-03), имеющий абсолютную погрешность измерений мутности  $\pm 0,05$  ЕМФ в диапазоне измерений 0,05 – 2,0 ЕМФ);  $\Delta X_{H_2O} = \pm 0,05$  ЕМФ - погрешность измерений мутности очищенной воды с помощью мутномера универсального 2100 N.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

### Концентрация растворенного кислорода в дистиллированной воде при атмосферном давлении

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/м<sup>3</sup> в 1 литре воды растворится 6,36 см<sup>3</sup> или 9,08 мг кислорода, т.е. 9,08 мг/дм<sup>3</sup>.

Таблица Б.1 Равновесные концентрации растворенного кислорода (мг/дм<sup>3</sup>) в зависимости от температуры

°C	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

### ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

#### ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор промышленный многопараметрический, модификация \_\_\_\_\_, зав № \_\_\_\_\_

Документ на поверку: «ГСИ. Анализаторы промышленные многопараметрические sc 60, sc 100, sc 200, sc 1000. Методика поверки. МП 27-241-2010».

Информация об использованных средствах поверки

---

---

#### Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C \_\_\_\_\_
- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_
- атмосферное давление, кПа \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

Результаты опробования \_\_\_\_\_

#### Проверка метрологических характеристик

Таблица В.1 Результаты проверки абсолютной погрешности измерений pH

Значение pH воспроизводимое буферным раствором	Результаты измерений pH	Абсолютная погрешность измерений pH	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
1,65			
4,01			
12,65			

Таблица В.2 Результаты проверки приведенной погрешности измерений удельной электрической проводимости

Значение УЭП воспроизводимое ГСО, См/м	Результаты измерений УЭП, См/м	Приведенная погрешность измерений УЭП, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
ГСО 7374-97			
ГСО 7375-97			
ГСО 7477-97			

Таблица В.3 Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

Значение массовой концентрации растворенного кислорода, рассчитанное исходя из ПГС-ГСО, мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений массовой концентрации кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Абсолютная погрешность измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
ПГС 3713-87			
ПГС 3723-87			
ПГС 3729-87			

Таблица В.4 Результаты проверки приведенной погрешности измерений мутности

Номинальное значение мутности, рассчитанное исходя из ГСО 7271-96, ЕМФ	Результаты измерений мутности, ЕМФ	Абсолютная погрешность измерений, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)

Таблица В.5 Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нитратов, нитритов, фосфатов, аммония, хлора активного остаточного

Аттестованное значение массовой концентрации соответствующего иона, мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений массовой концентрации соответствующего иона, мг/дм <sup>3</sup>	Абсолютная погрешность измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Нитрат _____			
Нитрат _____			
Нитрит _____			
Нитрит _____			
Фосфатов _____			
Фосфатов _____			
Аммония _____			
Аммония _____			
хлора активного остаточного _____			
хлора активного остаточного _____			

Таблица В.6 Результаты проверки относительного СКО выходного сигнала при контроле растворенных органических соединений и нефтепродуктов

Аттестованное значение массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм <sup>3</sup>	Результаты измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Относительное СКО, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
50			
2000			
5000			

Таблица В.7 Результаты проверки СКО результатов измерений массовой концентрации озона, диоксида хлора, свободного и общего хлора

Наименование компонента	Результаты измерений, мг/дм <sup>3</sup>	СКО, %	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
Озон (проба №1)			
Озон (проба №2)			
Диоксид хлора (проба №1)			
Диоксид хлора (проба №2)			

продолжение Таблица В.7

Свободный хлор (проба №1)			
Свободный хлор (проба №2)			
Общий хлор (проба №1)			
Общий хлор (проба №2)			

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_