

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

«17»

01

2012 г.



АНАЛИЗАТОРЫ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ
АВТОМАТИЧЕСКИЕ
«АКМС-1»
Методика поверки
МП 242-1288-2012

СОГЛАСОВАНО

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Л.А. Конопелько

_____"_____"_____" 20 г.

Разработал

Руководитель сектора
И.Б. Максакова

И.Б. Максакова

Содержание

Введение.....	3
1 Операции поверки.....	3
2 Средства поверки.....	3
3 Требования безопасности.....	4
4 Условия поверки.....	4
5 Подготовка к поверке.....	4
6 Проведение поверки.....	4
6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности.....	4
6.2 Опробование.....	5
6.3 Подтверждение соответствия ПО.....	5
6.4 Определение основной относительной погрешности и диапазона измерений.....	6
7 Оформление результатов поверки.....	7
Приложение А. Протокол поверки.....	8
Приложение В. Методика приготовления растворов для определения жесткости в питьевых, природных и технологических водах	9

Настоящая методика поверки распространяется на автоматические анализаторы жесткости воды АКМС-1 (далее именуемые анализаторами) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Анализатор предназначен для непрерывных автоматизированных измерений жесткости в питьевых, природных и технологических водах потенциометрическим методом (посредством измерения ЭДС гальванической пары ионоселективного (измерительного) электрода и электрода сравнения (стандартного), пропорциональной суммарной массовой концентрации ионов кальция и магния в пробе, протекающей через проточную измерительную ячейку.

Область применения анализатора - контроль объектов окружающей среды и контроль технологических процессов.

Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1.1

Наименование операции	Пункт раздела “Проведение поверки”	Выполнение операции поверки	
		Первичной	Периодической
1 Внешний осмотр, проверка комплектности	6.1	+	+
2 Опробование	6.2	+	+
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	+	+
4 Определение основной относительной погрешности	6.4	+	+

Примечание: При изменении элементной базы или доработке программы управления анализатором в п.п.6.2 - 6.4 могут быть внесены изменения, не влияющие на метрологические характеристики анализатора.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы, указанные в приложении Б руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ.

2.2 Все используемые средства измерения, стандартные образцы и вспомогательное оборудование должны иметь действующие свидетельства о поверке.

2.3 При проведении поверки допускается использование иных средств измерения, стандартных образцов и вспомогательного оборудования с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

2.4 Основные средства поверки - растворы, приготовленные на основе Государственного стандартного образца (ГСО) общей жесткости ГСО №9284-2008, молярная концентрация 100 ммоль/дм^3 (100 мкмоль/см^3), погрешность аттестованного значения $\pm 1\%$ или ГСО 7373-97 аттестованное значение $10 \text{ }^\circ\text{Ж}$ ($10000 \text{ мкмоль/см}^3$) погрешность аттестованного значения $\pm 1,5\%$, согласно Приложению В.

Поверочные растворы готовятся в объеме не менее $0,5 \text{ дм}^3$.

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки анализатора необходимо соблюдать требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79, правила техники безопасности при работе в химической лаборатории, а так же требования, изложенные в технической документации на анализатор.

3.2 Поверка анализатора осуществляется персоналом, допущенным к работам с электроустановками напряжением до 1000 В - не ниже 3 группы электробезопасности.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия эксплуатации анализатора:

- температура окружающего воздуха, °С	-	от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, %	-	от 45 до 80;
- атмосферное давление, кПа	-	от 84 до 106,7;
- напряжение источника питания переменного тока, В	-	от 187 до 242;
- частота источника питания переменного тока, Гц	-	от 49 до 51;
- температура анализируемой воды, °С	-	от 15 до 25.

5 Подготовка к поверке

5.1 Перед проведением поверки необходимо изучить раздел 2 руководства по эксплуатации анализатора 606.00.00.00.00РЭ и настоящую методику.

5.2 Перед проведением операций поверки необходимо провести следующие подготовительные работы:

- при эксплуатации анализатора в режиме подключения к магистрали водозабора отключить его от анализируемого потока жидкости и промыть входную магистраль;
- подготовить средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы, указанные в приложении В руководства по эксплуатации анализатора 606.00.00.00.00РЭ, промыть и тщательно высушить колбы, пипетки и измерительные цилиндры;
- приготовить поверочные растворы с концентрацией ГСО: $C_{0,1} = 5$ мкмоль/дм³; $C_{0,2} = 25$ мкмоль/дм³; $C_{0,3} = 50$ мкмоль/дм³; $C_{0,5} = 200$ мкмоль/дм³, и градуировочный раствор с концентрацией: $C_1 = 100$ мкмоль/дм³; (согласно Приложению В).
- провести техническое обслуживание анализатора в объеме ежегодного в соответствии с п.3.2 руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ;
- подготовить анализатор к работе по п.2.2.3 руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

6.1.1 При проведении внешнего осмотра необходимо установить соответствие поверяемого анализатора следующим требованиям:

- маркировка анализатора должна соответствовать подразделу 1.6 руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ, заводской номер анализатора должен соответствовать номеру, указанному в его паспорте;
- комплектность анализатора должна соответствовать подразделу 1.3 руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ;

- должны отсутствовать механические повреждения органов управления и корпуса анализатора, которые могут влиять на его работоспособность.

6.2 Опробование

6.2.1 Опробование анализатора производить в соответствии с п.2.2.4 руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ.

Опробование анализатора и установку режимов его работы необходимо проводить в следующем порядке:

- с помощью ключа из комплекта ЗИП повернуть фиксатор в замке и открыть лицевую панель анализатора;
- проверить наличие и правильное расположение проточной измерительной ячейки;
- вынуть бутыл для стандартного раствора; отвернуть крышку бутылки, заполнить бутыл стандартным раствором, закрутить крышку. Вставить заполненную емкость внутрь анализатора;
- заполнить электрод и емкость для подпитки стандартного электрода насыщенным раствором хлорида калия, приготовленным по п. В.2.2 Приложения В, порядок заполнения производить в соответствии с п.2.2.4 руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ;

6.2.2 Перед началом эксплуатации анализатора требуется заполнить измерительную ячейку раствором:

- Включить тумблер «СЕТЬ». На лицевой панели загорится индикатор «Сеть», а на табло клавиатуры блока управления появится надпись «Производится инициализация прибора». Для заполнения измерительной ячейки раствором надо в течение 10 – 20 секунд после включения прибора войти в меню пользователя и запустить тест «Расход H1 K1».

- В режиме «Тест» выбрать и запустить тест «Расход H1 K1», загорятся индикаторные светодиоды. Стандартный раствор из ёмкости через насос и клапан постепенно начнёт поступать в ячейку (видно движение раствора по капиллярным трубкам). Повторить данный тест до заполнения раствором капиллярных трубок.

- Затем необходимо заполнить тракт подачи Пробой. Для этого в меню «Тест» запустить пункт «Клапан 2», нажав клавишу «Ent», на дисплее раскроется меню теста и начнет реализовываться процедура заполнения гидравлического тракта Пробой. При первом включении (и перед Градуировкой) рекомендуется 4-5 раз промыть гидравлический тракт Дистиллированной водой.

При первом включении необходимо раствор закачать в прибор с помощью «груши» (через сливной шланг, выходящий из ячейки)

После выполнения процедуры заполнения гидравлического тракта реагентами и Пробой анализатор подготовлен к проведению процедуры Градуировки (п.2.2.5 руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ) и Измерений (п.2.3. руководства по эксплуатации 606.00.00.00.00РЭ)

6.3. Подтверждение соответствия ПО

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из определения номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии программного обеспечения доступен через несколько секунд после включения анализатора. Подтверждение можно считать успешным, если номер версии совпадает с номером, указанным в описании типа.

6.4 Определение основной относительной погрешности анализатора.

6.4.1 Определение основной относительной погрешности измерений и проверку диапазона измерения общей жесткости проводят последовательно на поверочных растворах, соответствующих началу, середине и концу рабочего диапазона прибора (см. Таблицу В.1 Приложения В).

Прибор может быть настроен на измерения в любом из указанных в Таблице В.1 диапазонов, в пределах от 5,0 до 25 000 мкмоль/дм³. Диапазон показаний каждого прибора и градуировочный раствор выбирается Предприятием-Изготовителем, в соответствии с ожидаемыми величинами жесткости пробы.

Например, для диапазона 5 - 200 мкмоль/дм³ проверку основной относительной погрешности измерений и диапазона измерения общей жесткости проводят последовательно на поверочных растворах $C_{0,1} = 5,0$ мкмоль/дм³, $C_{0,2} = 25$ мкмоль/дм³; $C_{0,3} = 50$ мкмоль/дм³ и $C_{0,5} = 200$ мкмоль/дм³. Методика приготовления растворов приведена в Приложении В (см. Таблицу В2).

Количество каждого поверочного раствора должно быть не менее 0,5 дм³.

6.4.2 Перенести шланг забора пробы в емкость с раствором с концентрацией:

$C_{0,1} = 5$ мкмоль/дм³

6.4.3 Определение основной относительной погрешности анализатора проводят в следующем порядке:

а) войти в пункт меню “Тест” и выбрать тест “Поверочное Измерение”, после чего автоматически реализуется режим измерения суммарной массовой концентрации ионов кальция и магния (общей жесткости). В процессе измерений на внутреннем дисплее контролировать измеренные значения массовых концентраций ионов кальция и магния (общей жесткости). Результат измерения после звукового сигнала показывается в начале третьей строки на внутреннем дисплее и на внешнем дисплее, а также записывается в Архив;

б) провести последовательно измерение суммарной массовой концентрации ионов кальция и магния (общей жесткости) в поверочных растворах с концентрацией ГСО: $C_{0,1} = 5$ мкмоль/дм³; $C_{0,2} = 25$ мкмоль/дм³; $C_{0,3} = 50$ мкмоль/дм³; $C_{0,5} = 200$ мкмоль/дм³.

в) По окончании всех измерений выйти в главное меню, нажав на клавиатуре управления анализатора клавишу “1”.

г) Клавишами “↑”, “↓” выбирать пункт “Архив”, и нажать клавишу “Ent”, появится список результатов измерений

д) вычислить значение основной относительной погрешности анализатора, Δ_o (%), для поверочных растворов, соответственно, по формуле:

$$\Delta_o = 100 \cdot (C_{и, i} - C_{д, i}) / C_{д, i}, \quad (1)$$

где

$C_{д, i}$ – действительное значение суммарной массовой концентрации ионов кальция и магния (общей жесткости) в i -том растворе, мкмоль/дм³, полученное по процедуре приготовления согласно приложению В;

i - номер раствора;

раствору концентрации $C_{0,1} = 5$ мкмоль/дм³ присваивают номер 1;

раствору концентрации $C_{0,2} = 25$ мкмоль/дм³ присваивают номер 2;

раствору концентрации $C_{0,3} = 50$ мкмоль/дм³ присваивают номер 3;

– раствору концентрации $C_{0,5} = 200$ мкмоль/дм³ присваивают номер 5.
 $C_{и,i}$ - показание прибора для i – ого поверочного раствора, мкмоль/дм³
 (или мкг-экв/дм³).

е) значения основной относительной погрешности анализатора для каждого поддиапазона измерений не должно превышать значений, указанных в таблице 1.2.

Таблица 1.2

Диапазон измерений жесткости, мкмоль/дм ³ (или мкг-экв/дм ³)	Предел допускаемой основной относительной погрешности Δ_0 , %
от 5 до 200	± 30
свыше 200 до 1000	± 20
свыше 1000 до 5000	± 15
свыше 5000 до 25000	± 10

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки необходимо вести протокол поверки по форме, приведенной в приложении А.

7.2 Результаты поверки считаются положительными, если анализатор удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки.

7.3 Положительные результаты поверки оформляются записью в паспорте на анализатор результатов и даты поверки. При этом запись должна быть удостоверена клеймом.

7.4 Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие анализатора хотя бы одному требованию настоящей методики поверки.

7.5 Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин непригодности и внесением соответствующей записи в паспорт на анализатор.

Приложение А
(рекомендуемое)
Протокол поверки

1 Поверяемый прибор: анализатор жёсткости воды автоматический АКМС-1
 № _____, выпущенный (отремонтированный) _____
 _____, дата выпуска или ремонта _____
 _____, принадлежащий _____
 предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие наименование организации

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

3. Сведения о средствах поверки (№ партии, срок годности ГСО) _____

4 Результаты поверки

Операции поверки	Допускаемое значение параметра	Установленное значение параметра по результатам поверки
1 Внешний осмотр	1 Маркировка четкая и полная 2 Комплектность полная 3 Дефекты корпуса отсутствуют	
2 Опробование	1 Работает световая индикация включения анализатора 2 Работает звуковая сигнализация исправности 3 Высвечиваются положительные результаты проверки	
3 Подтверждение соответствия ПО	Номер версии ПО соответствует номеру, указанному в описании типа	
4 Определение основной относительной погрешности в диапазоне: от 5 до 200 мкмоль/дм ³ свыше 200 до 1000 мкмоль/дм ³ свыше 1000 до 5000 мкмоль/дм ³ свыше 5000 до 25000 мкмоль/дм ³	 ± 30 ± 20 ± 15 ± 10	

На основании результатов поверки внесена запись в паспорт (выдано извещение о непригодности № _____)

Поверитель _____ Дата поверки “_____” _____ 20__ г.

Приложение В

**Методика приготовления растворов
для определения общей жёсткости
в питьевых, природных и технологических водах**

В.1 Средства измерений, вспомогательные средства, реактивы, применяемые при приготовлении растворов

- ГСО № 9284-2008 общей жесткости воды, молярной концентрации 100 ммоль/дм^3 (100 мкмоль/см^3) или ГСО 7373-97 (аттестованное значение $10 \text{ }^\circ\text{Ж}$ ($10000 \text{ мкмоль/см}^3$)) погрешность аттестованного значения $\pm 1,5\%$;
- весы аналитические 2-го класса точности (ВЛР-200, ВЛА-200) по ГОСТ 24104;
- меры массы по ГОСТ 7328;
- стакан лабораторный термостойкий вместимостью 200, 500 см^3 по ГОСТ 25336;
- дистиллятор лабораторный;
- колбы 100, 200, 500 см^3 по ГОСТ 1770;
- пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 10, 20, 25, 50 см^3 по ГОСТ 29169;
- фильтры обеззоленные «красная лента», ТУ 6-09-1678-86;
- воронки В-75-110 ХС ГОСТ 25336.
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- калий хлористый х.ч. по ГОСТ 4234.

Примечание - Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

В.2 Приготовление растворов

В.2.1 Приготовление дистиллированной воды.

Приготовление очищенной дистиллированной воды производится пропусканием проточной воды через дистиллятор. Воду на выходе из дистиллятора собирают в объеме, необходимом для приготовления растворов реагентов. Очищенная вода устойчива при хранении в закрытом сосуде в течение недели.

В.2.2 Приготовление насыщенного раствора хлористого калия.

Навеску 34 г (при температуре воздуха $\sim 30 \text{ }^\circ\text{C}$) или 31 г (при температуре воздуха $\sim 20 \text{ }^\circ\text{C}$) хлористого калия помещают в стакан, добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения.

В случае выпадения осадка - кристаллов хлористого калия из насыщенного раствора, образовавшийся осадок отфильтровывают через фильтр «красная лента».

Полученный раствор хранят в плотно закрытой склянке. Срок хранения не ограничен.

В.2.3 Раствор ГСО 9284-2008, общая жёсткость 500 мкмоль/дм^3 (0,5 мкмоль/см^3)

Раствор №1

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 , заполненную на две трети дистиллированной водой, количественно переносят 2,5 см^3 ГСО №9284-2008, разбавляют до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор приготавливают непосредственно перед его использованием.

В.2.4 Растворы для градуировки (растворы с индексом С1, С2, С3, С4) и **определения относительной погрешности анализатора** (поверочные растворы с индексом С_{0,1}, С_{0,2}, С_{0,3}...С_{0,12}) получают разбавлением соответствующего количества ГСО №9284-2008 или Раствора №1 по п.В.2.3 в дистиллированной воде.

Для разбавления используют дистиллированную воду, приготовленную по п.В.2.1. В каждую из мерных колб объемом 500 см^3 добавляют различное количество ГСО или

Раствора №1 в соответствии с таблицей В2.

В.2.5 Пример приготовления поверочного раствора общей жёсткости $C_{0,2} = 25$ мкмоль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 500 см³, заполненную на две трети дистиллированной водой, количественно переносят 25 см³ Раствора №1 с общей жёсткостью 500 мкмоль/дм³ (0,5 мкмоль/см³), затем перемешивают. После перемешивания раствор в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой, и снова тщательно перемешивают.

Полученному раствору приписывают общую жёсткость $C_{0,2} = 25$ мкмоль/дм³.

Раствор приготавливают непосредственно перед его использованием.

Перечень диапазонов показаний приборов и соответствующих им градуировочных и поверочных растворов приведён в Таблице В.1.

$$1000 \text{ мкг-экв/дм}^3 = 1 \text{ мг-экв/дм}^3 = 1^\circ \text{ Жёсткости}$$

Таблица В.1 – Выбор градуировочного (стандартного) раствора и поверочных растворов в зависимости от диапазона показаний прибора

Диапазон показаний прибора (рабочий диапазон), мкмоль/дм ³ (или мкг-экв/дм ³)	Градуировочный (стандартный) раствор,		Поверочные растворы,	
	Индекс раствора	Общая жёсткость, мкмоль/дм ³ (или мкг-экв/дм ³)	Индекс раствора	Общая жёсткость, мкмоль/дм ³ (или мкг-экв/дм ³)
5,0-200	С1	100	C _{0,1}	5,0
			C _{0,2}	25
			C _{0,3}	50
			C _{0,5}	200
100-1000	С2	400	C _{0,4}	100
			C _{0,5}	200
			C _{0,6}	500
			C _{0,7}	1 000
500-5000	С3	2000	C _{0,6}	500
			C _{0,7}	1 000
			C _{0,8}	3 000
			C _{0,9}	5 000
5000-25000	С4	10000	C _{0,9}	5 000
			C _{0,10}	10 000
			C _{0,11}	20 000
			C _{0,12}	25 000

Приготовление поверочных растворов общей жёсткости приведены в Таблице В.2.

Таблица В.2 – Приготавливаемые растворы

№ раствора	Индекс раствора	Отбираемый объем, $V_{p-ра}$, см ³		Объем мерной колбы, используемый для приготовления раствора, V_k , см ³	Общая жёсткость в приготавливаемых растворах, мкмоль/дм ³ (или мкг-экв/дм ³)
		ГСО 9284-2008	Раствора №1		
2	C1	-	100	500	100
3	C2	2,0	-		400
4	C3	10,0	-		2 000
5	C4	50,0	-		10 000
6	C _{0,1}	-	5		5
7	C _{0,2}	-	25		25
8	C _{0,3}	-	50		50
9	C _{0,4}		100		100
10	C _{0,5}	1,0	-		200
11	C _{0,6}	2,5	-		500
12	C _{0,7}	5,0	-		1 000
13	C _{0,8}	15	-		3 000
14	C _{0,9}	25	-		5 000
15	C _{0,10}	50	-		10 000
16	C _{0,11}	100	-		20 000
17	C _{0,12}	125	-		25 000

Каждый раствор приготавливают непосредственно перед его использованием.