

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

« _____ » _____ 2012 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы Ezetrol plus

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1435-2012

Руководитель научно-исследовательского отдела

Государственных эталонов в области

физико-химических измерений

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

« _____ » _____ 2012 г.

Л.А. Конопелько

Ведущий научный сотрудник

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

« _____ » _____ 2012 г.

В.Г. Малеев

Санкт-Петербург

2012

Настоящая методика распространяется на анализаторы Ezetrol plus (далее – анализаторы), предназначенные для непрерывного автоматического измерения массовой концентрации остаточного свободного (активного) хлора в воде, pH, окислительно-восстановительного потенциала и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

1.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Наименование документа, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	да	да
2. Опробование	п. 6.2		
2.1. Проверка сопротивления изоляции	п. 6.2.1	да	нет
2.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.2.2	да	нет
2.3. Проверка общего функционирования.	п. 6.2.3	да	да
2.4 . Проверка нулевых показаний	п. 6.2.4	да	да
3. Определение метрологических характеристик:			
3.1 Определение основной погрешности каналов измерения остаточного свободного (активного) хлора в воде.	п. 6.3.1	да	да
3.2. Определение метрологических характеристик канала pH.	п. 6.3.2	да	да
3.3. Определение метрологических характеристик канала окислительно-восстановительного потенциала	п. 6.3.3	да	да

2. Средства поверки

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование основного или вспомогательного средства поверки. Требования к средству поверки. Основные метрологические или технические характеристики.
6.2.1	Мегомметр М 4100/3 с рабочим напряжением 500 В
6.3	Термометр ртутный, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 50°C, цена деления 0,1°C
6.3	Психрометр аспирационный М34 ТУ 25-1607.054-85, диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от минус 10 до 30 °C;
6.3	Барометр-анероид БАММ-1 ТУ 25011.1513.-79, диапазон измеряемого атмосферного давления от 610 до 790 мм рт.ст., предел допускаемой погрешности $\pm 0,8$ мм рт.ст., диапазон рабочих температур от 10 до 50 °C
6.3.1	Анализатор хлора Р15 plus-М фирмы "USF Wallace & Tiernan", пределы допускаемой относительной погрешности ± 10 %
6.3.2	Рабочие эталоны pH 2-го разряда - буферные растворы по ГОСТ 8.120-99
6.3.3	Растворы по ГОСТ 8.450-81

2.2. Средства, перечисленные в перечне, могут быть заменены аналогичными, но обеспечивающими определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3. Требования безопасности

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в ГОСТ 12.1.005-88, ГОСТ 12.1.007-76 и в технической документации анализатора.

4. Условия поверки

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление $(84 - 106,7)$ кПа;
- относительная влажность $(30-80)$ %.

5. Подготовка к поверке

5.1. При подготовке к первичной поверке необходимо смонтировать интерфейс анализатора, измерительную ячейку и гидравлическую систему в рабочее положение и подготовить к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к периодической поверке (бездемонтажной) анализатор подготовить к поверке в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя, в т.ч. провести корректировку нулевых показаний и чувствительности.

5.2. При подготовке к поверке необходимо:

- проверить наличие источника питания;
- осуществить прогрев анализатора в соответствии с техническим описанием на анализатор;
- проверить работоспособность анализатора в режиме измерения концентрации свободного хлора.

5.3. Необходимо промыть измерительную ячейку дехлорированной водой до тех пор, пока показания анализатора не станут равными $(0 \pm 0,02)$ мг/дм³.

5.4. Подготовить к работе средство поверки - анализатор P15 plus-M в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя (раздел 3.2 и 3.3).

5.4.1. При подготовке к поверке необходимо:

установить анализатор P15 plus-M в помещении, в котором находится поверяемый анализатор;

проверить отсутствие на дисплее анализатора предупреждающих сообщений

5.5. При подготовке к поверке необходимо проверить возможность деления потока анализируемой воды перед поверяемым анализатором с целью ее отбора для измерений на анализаторе P15 plus-M.

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр.

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- надежность креплений соединительных элементов;
- исправность органов управления и настройки;

- четкость надписей на лицевой панели.

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки.

6.2.1. Проверка сопротивления изоляции.

Проверка сопротивления изоляции электрических цепей анализатора проводится с помощью мегомметра М4100/3 с рабочим напряжением 500 В путем измерения сопротивления между замкнутыми контактами сетевого кабеля и корпусом анализатора. Тумблер СЕТЬ должен быть выключен. Через 1 мин после подачи испытательного напряжения по шкале мегомметра фиксируется значение сопротивления изоляции.

Анализатор считается выдержавшим проверку, если сопротивление изоляции не менее 40 МОм.

6.2.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения

Операция “Подтверждение соответствия программного обеспечения” заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (ПО).

Вывод номера версии ПО на дисплей осуществляется из меню анализатора (Menu-Diagnosis-Software release).

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в разделе “Программное обеспечение” описания типа средства измерений.

6.2.3. Проверка общего функционирования

Проверка общего функционирования проводится в соответствии с технической документацией на анализатор (см. Руководство по эксплуатации).

Результаты проверки считать положительными, если по окончании времени прогрева анализатора отсутствуют сообщения о неисправностях и на дисплее отображаются текущие результаты измерения определяемых параметров.

6.2.4. Проверка нулевых показаний

Проверка нулевых показаний проводится в соответствии с руководством по эксплуатации на прибор при отключении потока воды и использовании в меню команды «CI₂ ноль».

Проверка считается удовлетворительной, если возможна установка нуля с помощью соответствующих команд меню или с использованием потенциометра. Ток измерительного электрода должен составлять (0 ± 5) мкА.

6.3. Определение основной погрешности

6.3.1. Определение основной относительной погрешности анализатора в режиме измерения концентрации свободного хлора.

6.3.1.1. Основную относительную погрешность анализатора в режиме измерения концентрации свободного хлора определяют методом сличения показаний поверяемого анализатора с показаниями анализатора P15 plus-M для одной и той же анализируемой воды.

6.3.1.2. Устанавливают наименьший диапазон измерений, в котором находится измеряемое значение массовой концентрации.

Проводят считывание показаний поверяемого анализатора по шкале свободного хлора с одновременным отбором анализируемой воды для анализатора P15 plus-M.

Измерение массовой концентрации свободного хлора на анализаторе P15 plus-M проводят следующим образом:

- наливают в ячейку отобранную анализируемую воду и устанавливают нулевые показания анализатора P15 plus-M;
- добавляют в ячейку таблетку DPD № 1 (для свободного хлора), входящую в комплект поставки анализатора P15 plus-M.
- считывают показания анализатора после добавления таблетки в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора P15 plus-M.

При появлении на дисплее прибора сообщения «+Err», т.е. превышение диапазона измерений, анализируемую пробу воды необходимо разбавить.

Примечание. При наличии в анализируемой воде озона провести операции по п. 4.д) руководства по эксплуатации анализатора P15 plus-M и провести соответствующие расчеты.

6.3.1.3. Операцию по п.6.3.1.2 проводят не менее 2-х раз.

6.3.1.4. Основную относительную (δ_0 в %) погрешность анализатора в зависимости от установленного диапазона измерений (см. Приложение А) рассчитывают по формуле:

$$\delta_0 = \frac{C_i - C_0}{C_0} \cdot 100, \quad (1)$$

где C_i – i-ое показания поверяемого анализатора по шкале свободного хлора, мг/дм³;

C_d – действительное значение массовой концентрации свободного хлора, полученное на анализаторе P15 plus-M, мг/дм³;

Вычисления проводят для каждого измерения.

6.3.1.5. Результаты поверки канала свободного хлора считаются положительными, если полученные значения относительной погрешности не превышают $\pm 25 \%$.

По согласованию с заказчиком, может быть проведена поверка в том диапазоне, в котором эксплуатируется конкретный прибор.

6.3.2. Определение метрологических характеристик канала рН.

6.3.2.1. Абсолютную погрешность канала рН анализатора определяют методом сравнения значения рН поверочного раствора, измеренного анализатором и его действительного значения.

6.3.2.2. Готовят буферный раствор - рабочий эталон рН, как указано в инструкции на стандарт-титры для рН-метрии. Буферный раствор готовят непосредственно перед проведением измерений. Готовят буферный раствор - рабочий эталон рН, воспроизводящего значение рН = 6,86 при температуре растворов $(25 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$.

Допускается использование других растворов, воспроизводящих рН с учетом преимущественного диапазона измерений при эксплуатации прибора.

Вытаскивают или вывинчивают датчик рН из крышки корпуса ячейки. Далее следует окунуть датчик рН через верхний хомут не менее чем на 2 см в буферный раствор и слегка подвигать, пока величина рН на индикаторе не станет постоянной.

6.3.2.3. Определение абсолютной погрешности анализатора при измерении рН производят следующим образом: измеряют значение рН раствора и рассчитывают погрешность по следующей формуле:

$$\Delta_{\text{рН}} = \text{рН}_{\text{изм}} - \text{рН}_{\text{эт}},$$

где $\text{рН}_{\text{изм}}$ - измеренное значение рН буферного раствора;

$\text{рН}_{\text{эт}}$ - значение рН по ГОСТ 8.134-98, воспроизводимое буферным раствором - рабочим эталоном рН при температуре $25 ^\circ\text{C}$.

6.3.2.4. Результаты поверки канала рН считаются положительными, если для контрольной точки абсолютная погрешность не превышает $\pm 0,05$ ед. В противном случае результаты поверки канала рН считаются отрицательными.

6.3.2.5. Допускается проводить поверку по Р 50.2.036-2004 “ ГСИ. рН-метры и ионометры. Методика поверки ” (пункты 9.3-9.5), используя растворы, с учётом преимущественного диапазона измерений при эксплуатации прибора.

6.3.3. Определение метрологических характеристик канала ОВП.

6.3.3.1. Абсолютную погрешность канала ОВП анализатора определяют методом сравнения значения E_h поверочного раствора, измеренного анализатором и его действительного значения.

6.3.3.2. Готовят раствор № 13 по ГОСТ 8.450-81 для поверки канала измерений ОВП, воспроизводящий значение $E_h=520$ мВ. Термостатируют раствор при температуре 25 °С.

Допускается использование других растворов, воспроизводящих ОВП с учетом преимущественного диапазона измерений при эксплуатации прибора.

Вытаскивают или вывинчивают датчик E_h из крышки корпуса ячейки.

Далее следует окунуть датчик E_h через верхний хомут не менее чем на 2 см в буферный раствор и слегка подвигать, пока величина E_h на индикаторе не станет постоянной.

6.3.3.3. Определение абсолютной погрешности анализатора при измерении ОВП производят следующим образом: измеряют значение ОВП раствора и рассчитывают погрешность по следующей формуле:

$$\Delta_{E_h} = E_{h_{\text{изм}}} - E_{h_{\text{эт}}},$$

где $E_{h_{\text{изм}}}$ - измеренное значение E_h раствора,

$E_{h_{\text{эт}}}$ - значение E_h раствора по ГОСТ 8.450-81.

6.3.3.4. Результаты поверки признают положительными, если для контрольной точки абсолютная погрешность не превышает ± 5 мВ. В противном случае результаты поверки канала E_h считаются отрицательными.

6.3.3.5. Допускается проводить поверку по ГОСТ Р 8.702-2010 “Электроды для определения окислительно-восстановительного потенциала. Методика поверки” (пункт 7.2.2), воспроизводя значение $E_h=605$ мВ.

7. Оформление результатов поверки

7.1. Анализатор поверенный по настоящей методике и отвечающий её требованиям, признаётся годным к применению и на него выдаётся свидетельство о поверке установленной формы.

7.2. Анализатор не соответствующий требованиям настоящей методики, к применению не допускаются и на него выдается извещение о непригодности с указанием причин непригодности.

7.2. Результаты поверки оформляются в виде протокола (см. Приложение Б)

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

1. Диапазон измерений массовой концентрации свободного хлора и пределы допускаемой основной погрешности анализатора приведены в таблице А1

Таблица А1

Диапазон показаний, мг/дм ³	Диапазон измерений, мг/дм ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
0 – 10,00	0 – 10,00	± 25

2. Диапазон измерений pH и пределы допускаемой абсолютной погрешности анализатора приведены в таблице А2.

Таблица А2

Диапазон показаний	Диапазон измерений	Пределы допускаемой абсолютной погрешности
4,00 - 9,00	4,00 - 9,00	± 0,05

3. Диапазон измерений ОВП и пределы допускаемой абсолютной погрешности анализатора приведены в таблице А3.

Таблица А3

Диапазон показаний, мВ	Диапазон измерений, мВ	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мВ
400 - 900	400 - 900	± 20

Протокол поверки анализатора Ezetrol plus

Зав. номер _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки :

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

Средства поверки:

- анализатор хлора P15 plus-M фирмы “USF Wallace & Tiernan”, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 10\%$,

- рабочие эталоны pH 2-го разряда - буферные растворы по ГОСТ 8.120-99

Методика поверки - МП 242-1435-2012

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования _____

3. Результаты определения погрешности:

№	Диапазон	Показания поверяемого анализатора	Предел допускаемой погрешности	Значение погрешности, полученной при поверке

4. Заключение _____

Поверитель _____