

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ СЕРТИФИКАЦИИ КАРТЕСТ»
(ООО «ЦМС КАРТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор ООО «ЦМС КАРТЕСТ»

А.А. Клоков

2024 г.



**ГСИ. Анализаторы сточных вод АСВ
Методика поверки**

МП КРТ-01-2024

**Москва
2024**

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы сточных вод АСВ (далее - анализаторы) производства АО «СИНТЭП», г. Новосибирск, и устанавливает методы и средства поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

- Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 по Приказу Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» и по Приказу Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 19 февраля 2021 г. № 148»;

- Государственному первичному эталону показателя pH активности ионов водорода в водных растворах ГЭТ 54-2019 в соответствии с приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах».

Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений массовой концентрации взвешенных веществ и показателя химического потребления кислорода (ХПК) – аттестованных характеристик стандартных образцов утвержденного типа и рабочих эталонов pH при измерении pH.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений pH	от 4,0 до 14,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH	±0,5
Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 3 до 100
Пределы допускаемой погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений массовой концентрации взвешенных веществ, %	±10
Диапазон измерений ХПК, мг/дм ³	от 3 до 100
Пределы допускаемой погрешности измерений ХПК, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений ХПК, %	±10

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 №903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 года № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 года № 761 «КОНТРОЛЬ. О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148».

Приказ Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах».

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

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия.

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

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

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

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

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений:			
4.1 Определение погрешности измерений показателей состава воды	да	да	11.2
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин (проверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 30;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений: относительной влажности от 0 % до 95 %, температуры от +10 °C до +35 °C, абсолютная погрешность по каналу относительной влажности $\pm 3,0 \%$, по каналу температуры $\pm 0,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал аттестованных значений массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе от 3,5 % до 4,5 %, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0 \%$, при $P=0,95$	СО массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92
	Рабочие эталоны pH 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения pH $\pm 0,01$	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов рег. № 45142-10
	Интервал аттестованных значений химического потребления кислорода (ХПК) от 9500 до 10500 мг/дм ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,5 \%$, при $P=0,95$	СО бихроматной окисляемости воды (химического потребления кислорода) ГСО 7425-97
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	
	Меры объема – колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770	
	Меры объема – пипетки II класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ. Емкость для проведения поверки и калибровки подготовить для заполнения растворами.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО) и стандарт-титры для приготовления буферных растворов, предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью прибора комбинированного Testo 622, приведенного в таблице 3. Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения дистиллированной воды. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на табло, расположенное на передней панели анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных метрологически значимой части ПО анализатора. Идентификационные данные метрологически значимой части ПО выводятся на двух табло анализатора при обращении к подпункту меню «О программе». Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	ACB
Номер версии ПО	ACB-01.XXX
Цифровой идентификатор ПО	-

Примечание – В номере версии неизменяемая часть ACB-01 отвечает за метрологически значимую часть ПО, метрологически незначимая часть обозначена символами XXX и представляет собой цифровые значения от 001 до 999

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Подготовка контрольных растворов из стандартных образцов и стандарт-титров, необходимых для определения метрологических характеристик анализаторов

Для каждого проверяемого показателя состава воды готовят по три контрольных раствора методом разбавления стандартного образца и стандарт-титров в соответствии с данными, приведенными в таблице 5.

Таблица 5 – Контрольные растворы для определения метрологических характеристик

Наименование определяемой характеристики	Применяемый ГСО	Методика приготовления
Погрешность измерений массовой концентрации взвешенных веществ, приведенная к верхнему пределу диапазона измерений массовой концентрации взвешенных веществ	Стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92	Приложение А

Продолжение таблицы 5

Наименование определяемой характеристики	Применяемый ГСО	Методика приготовления
Погрешность измерений ХПК, приведенная к верхнему пределу измерений ХПК	Стандартный образец бихроматной окисляемости воды (ХПК) ГСО 7425-97	Приложение Б
Абсолютная погрешность измерений pH	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов 2-го разряда, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения pH $\pm 0,01$	В соответствии с Паспортом на буферный раствор

11.2 Проведение измерений при определении погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, pH, ХПК выполняется в следующем порядке:

- в соответствии с РЭ заполняют емкость контрольным раствором по таблице 5 и размещают соответствующий измерительный датчик;

- при определении погрешности измерений pH и ХПК в течение 3 – 5 минут дожидаются установления показаний на табло анализатора, после чего проводят не менее 5 измерений с интервалом 30 секунд;

- при определении погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ в течение не менее 10 минут дожидаются установления показаний на табло анализатора, после чего проводят не менее 5 измерений с интервалом 30 секунд.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Результат измерений показателей состава воды рассчитать, как среднее арифметическое пяти показаний анализатора, полученных по 11.2.

12.2 Приведенную погрешность измерений ХПК и массовой концентрации взвешенных веществ рассчитать по формуле:

$$\gamma = \frac{\bar{X}_i - X_{i\text{эт}}}{X_n} \cdot 100\% , \quad (1)$$

где \bar{X}_i – среднее арифметическое значение показателя в i -ом контрольном растворе, массовой концентрации взвешенных веществ ($\text{мг}/\text{дм}^3$) или ХПК ($\text{мг}/\text{дм}^3$);

$X_{i\text{эт}}$ – расчетное значение показателя в i -ом контрольном растворе, приготовленном из ГСО по таблице 5, массовой концентрации взвешенных веществ ($\text{мг}/\text{дм}^3$) или ХПК ($\text{мг}/\text{дм}^3$);

X_n – нормирующее значение, которое представляет собой верхний предел диапазона измерений показателя: массовой концентрации взвешенных веществ и ХПК (оба равные $100 \text{ мг}/\text{дм}^3$).

12.3 Абсолютную погрешность измерений pH рассчитать по формуле:

$$\Delta = \bar{X}_i - X_{i\text{эт}} , \quad (2)$$

где \bar{X}_i – среднее арифметическое значение pH в i -ом контрольном растворе (в ед. pH);

$X_{i\text{эт}}$ – значение pH, воспроизводимое использованным стандарт-титром, в i -ом контрольном растворе, приготовленном по таблице 5 (в ед. pH).

Полученные значения погрешности измерений каждого из показателей должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.4 Проверка диапазонов измерений

Проверка диапазонов измерений показателей состава воды проводится одновременно с определением погрешности по 11.2 (проводить измерения в начале, середине и в конце диапазона измерений).

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказами Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 и от 31.07.2020 г. № 2510.

Разработчик

Инженер по метрологии ООО «ЦМС КАРТЕСТ»



М.Ю. Медведевских

Приложение А

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов для градуировки и определения массовой концентрации взвешенных веществ

А.1 Оборудование, средства измерений, вспомогательные средства, реактивы, применяемые при приготовлении градуировочных растворов, приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 – Перечень рекомендуемых средств поверки, применяемых для приготовления контрольных растворов на основе ГСО, указанных в таблице 4.

Перечень рекомендуемых средств поверки	Метрологические требования
Стакан лабораторный вместимостью 250, 600, 5000 см ³	ГОСТ 25336
Пипетки с отметкой 2-го класса точности, вместимостью 10, 20, 25, 50, 100 см ³	ГОСТ 29169
Колбы мерные вместимостью 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 см ³	ГОСТ 1770
Вода дистиллированная	ГОСТ Р 58144
Пипетки градуированные 2-го класса точности 1, 2, 5, 10, 25 см ³	ГОСТ 29227
Примечание – Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.	

А.2 Приготовление растворов

А.2.1 В качестве раствора №1 использовать дистиллированную воду.

А.2.2 Для приготовления градуировочных и контрольных растворов используется стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твёрдой основе МНВ-20.

ВНИМАНИЕ! Растворы взвешенных веществ готовят в день проведения измерений. Растворы использовать не позднее чем через 2 часа после приготовления. Растворы требуется встряхивать непосредственно перед проведением измерения.

А.2.3 Раствор взвешенных веществ массовой концентрацией 200 мг/дм³. Раствор №2.

Мерную колбу вместимостью 1000 см³ наполняют дистиллированной водой на треть, вносят навеску ГСО 6541-92, массой, рассчитанной по формуле А.1, и доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Массу навески стандартного образца (г) рассчитывают по формуле:

$$m = \frac{C_0 \cdot 100 \cdot V_k}{A \cdot 10^6}, \quad (A.1)$$

где C_0 – значение массовой концентрации взвешенных веществ в приготавливаемом растворе (200 мг/дм³), мг/дм³;

V_k – объем мерной колбы, см³;

A – аттестованное значение массовой доли нерастворимых веществ каолина на твердой основе стандартного образца, приведено в паспорте на СО, %.

А.2.4 Растворы для градуировки (раствор №2, а также растворы с индексом С1, С2, С3) и определения погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, приведенной к верхнему пределу диапазона измерений массовой концентрации взвешенных веществ (контрольные растворы с индексом С01, С02, С03, С04) получают разбавлением соответствующего количества Раствора №2 в дистиллированной воде. Для разбавления используют дистиллированную воду.

В каждую из мерных колб вместимостью 1000 см³ добавляют различное количество Раствора №2 в соответствии с таблицей А.2.

А.2.5 При приготовлении раствора с другим объемом мерной колбы V_k , отбираемый объем Раствора №2 необходимо изменить пропорционально изменению объема V_k , для сохранения заданной концентрации взвешенных веществ в приготавливаемых растворах.

ВНИМАНИЕ! Непосредственно перед отбором аликовотной части Раствор №2 требуется встряхивать.

Таблица А.2 – Приготавливаемые контрольные растворы для определения массовой концентрации взвешенных веществ

Индекс раствора	Отбираемый объем Раствора №2, см ³	Объем мерной колбы, используемый для приготовления раствора, V _к , см ³	Номинальная концентрация взвешенных веществ в приготавливаемом растворе, мг/дм ³
C1	15	1000	3,0
C2	300	1000	60,0
C3	500	1000	100,0
C ₀₁	45	1000	9,0
C ₀₂	75	1000	15,0
C ₀₃	250	1000	50,0
C ₀₄	450	1000	90,0

Приложение Б

(обязательное)

Методика приготовления градуировочных и контрольных растворов для определения ХПК

Б.1 Оборудование, средства измерений, вспомогательные средства, применяемые при приготовлении контрольных и градуировочных растворов, приведены в таблице А.1.

Б.2. Приготовление растворов

Б.2.1 В качестве раствора №1 использовать дистиллированную воду.

Б.2.2 Для приготовления градуировочных и контрольных растворов используется стандартный образец бихроматной окисляемости воды ГСО 7425-97.

Б.2.3 Приготовление основного раствора со значением ХПК 200 мг/дм³. Раствор №2.

Для приготовления раствора со значением ХПК 200 мг/дм³ аликвоту стандартного образца бихроматной окисляемости воды ГСО 7425-97 помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 1 месяц в холодильнике в колбе с притертой пробкой.

Аликвоту стандартного образца рассчитывают по формуле

$$V_{CO} = \frac{C_0 \cdot V_k}{A} \quad (Б.1)$$

где C_0 – значение ХПК приготавливаемого раствора (200 мг/дм³), мг/дм³;

V_k – объем мерной колбы (1000 см³), см³;

A – аттестованное значение ХПК, приведено в паспорте на СО, мг/дм³.

Б.2.4 Растворы для градуировки (растворы с индексом С1, С2, С3) и определения погрешности измерений ХПК, приведенной к верхнему пределу измерений ХПК анализатора (контрольные растворы с индексом С01, С02, С03, С04) приготавливаются в мерных колбах вместимостью 1000 см³ путем добавления различного количества Раствора №2 в соответствии с таблицей Б.1 и доводятся дистиллированной водой до метки. Срок хранения раствора 1 месяц в холодильнике в колбе с притертой пробкой.

Б.2.5 При приготовлении раствора с другим объемом мерной колбы V_k , отбираемый объем Раствора №2 необходимо изменить ровно пропорционально изменению объема V_k , для сохранения номинальной концентрации ХПК в приготавливаемых растворах.

Таблица Б.1 – Приготавливаемые растворы для определения ХПК

Индекс раствора	Отбираемый объем Раствора №2, см ³	Объем мерной колбы, используемый для приготовления раствора, V_k , см ³	Номинальное значение ХПК раствора, мг/дм ³
С1	15	1000	3,0
С2	300	1000	60,0
С3	500	1000	100,0
С01	45	1000	9,0
С02	75	1000	15,0
С03	250	1000	50,0
С04	450	1000	90,0