

СОГЛАСОВАНО
Главный метролог ЛОЕИ
ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»

В.А. Лапшинов

М.П.

«22» апреля 2024 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы жидкости SMT-APX

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-270-2024

2024 г.

1 Общие положения

Настоящая методика применяется для поверки анализаторов жидкости SMT-APX (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Анализаторы предназначены для автоматических автономных измерений показателя активности ионов водорода (рН), окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) водных растворов.

При поверке анализаторов должна быть обеспечена прослеживаемость к следующим государственным первичным эталонам:

ГЭТ 54-2019 государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта № 324 от 9 февраля 2022 г.;

ГЭТ 3-2020 государственный первичный эталон единицы массы - килограмма в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод непосредственного сравнения результата измерений поверяемого средства измерений со значением показателя рН активности ионов водорода в водных растворах и окислительно-восстановительного потенциала (ОВП).

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 Для поверки анализаторов должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1	2	3	4
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	-	-	10
Определение абсолютной погрешности измерений рН	Да	Да	10.1
Определение абсолютной погрешности измерений ОВП	Да	Да	10.2

2.2 Объем операций при определении метрологических характеристик обуславливается составом анализатора.

2.3 Допускается, в соответствии с заявлением владельца средства измерений, проведение периодической поверки отдельных измерительных каналов анализатора, установленных в описании типа.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия измерений:

- температура окружающего воздуха: от плюс 15 °С до плюс 25 °С;
- относительная влажность окружающего воздуха: от 30 % до 80 %;
- отсутствие вибрации, тряски и других механических воздействий, влияющих на работу анализаторов.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технической безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства измерений и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений); п. 8.2 Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 % с относительной погрешностью не более 2 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7М-Д, рег.№ 71394-18
п. 10.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH	Буферные растворы – рабочие эталоны pH, соответствующие требованиям к эталонам не ниже 1-го разряда в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов pH 1 разряда СТ-pH-1, рег № 45142-10 (приведены в п. Б.1 приложения Б)
п. 10.2 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП	Буферные растворы, воспроизводящие значения окислительно-восстановительно потенциала, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения ОВП ± 3 мВ;	Стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег.№ 61364-15 (приведены в п. Б.2 приложения Б)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Растворы, воспроизводящие шкалу окислительных потенциалов по ГОСТ 8.450-81 в диапазоне от -133 до +1236 мВ при температуре 25 °С; Рабочие эталоны не ниже 5-го разряда - весы неавтоматического действия, класс точности I «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011, пределы допускаемой относительной погрешности не более $\pm 2 \cdot 10^{-4}$ %, в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 №1622	Растворы по п.3 ГОСТ 8.450-81 «Шкала окислительных потенциалов водных растворов» Весы неавтоматического действия ACCULAB ATL-80d4, рег. № 57188-14
Вспомогательные средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:		
Термостат жидкостный, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне от +15 °С до +35 °С, погрешность поддержания температуры не ниже, чем $\pm 1,0$ °С		Термостат переливной прецизионный ТПП – 2.1
Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15		
Железоаммонийные квасцы, ч.д.а., ТУ 6-09-5359-88		
Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора), ч.д.а., ГОСТ 4208-72		
Динатриевая соль этилендиамин-тетрауксусной кислоты (Трилон Б), ч., ГОСТ 10652-73		
Ацетат натрия (натрий уксуснокислый), ч.д.а., ГОСТ 199-78		
Серная кислота, х.ч., ГОСТ 4204-77		
Церий серноокислый 4-водный, ч., ТУ 6-09-1646-77		
Мерные колбы 2 класса точности с одной отметкой и пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см ³ , ГОСТ 1770-74		
Вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018		
Калий хлористый х.ч. по ГОСТ 4234-77		
Мешалка магнитная, скорость вращения от 400 до 1200 об/мин		
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

6.1.1 Правила безопасности, при работе с анализаторами и средствами поверки в соответствии с соответствующими разделами эксплуатационной документации.

6.1.2 Правила безопасности, действующие на месте поверки (на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации) или в лаборатории).

6.1.3 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.1.4 Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок должны соответствовать ГОСТ 12.1.019-2017, правила пожарной безопасности – ГОСТ 12.1.004-91.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида и комплектности анализатора требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений и видимых дефектов, способных повлиять на результаты поверки анализатора;
- наличие и четкость маркировки, включая однозначную идентификацию наименования, модификации и заводского номера анализатора в соответствии с описанием типа.

7.2 Результат внешнего осмотра считают положительным, если анализатор соответствует требованиям, перечисленным в п. 7.1.

7.3 Если перечисленные условия не выполняются, анализатор признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки.

8.1.1 В помещении, где будет проходить поверка средств измерений, необходимо провести контроль условий окружающей среды – определить температуру и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля окружающей среды отображают в рабочих записях и в протоколе поверки.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 Анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2.2 Проверяют наличие действующих сведений о результатах поверки средств измерений, применяемых при поверке, в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений РФ, устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их эксплуатационной документацией.

8.2.3 Проверяют сроки годности стандарт-титров и реактивов.

8.2.4 Готовят буферные растворы pH, предусмотренные в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению.

8.2.5 Готовят контрольные растворы ОВП:

- из стандарт-титров – в соответствии с инструкциями по применению;
- из реактивов – в соответствии с ГОСТ 8.450-81 «Шкала окислительных потенциалов водных растворов». Контрольные растворы, воспроизводящие значения потенциалов окислительно-восстановительных систем, приведены в п.3, методика их приготовления описана в Приложении «Состав и методика приготовления растворов, воспроизводящих шкалу окислительных потенциалов водных растворов».

8.2.6 Устанавливают температуру термостата плюс 25 °С, выдерживают его до достижения установленной температуры, контролируя температуру воды с помощью термометра.

8.2.7 Перед измерениями все приготовленные растворы термостатируют до достижения температуры плюс 25 °С.

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 Включают анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.3.2 Дожидаются выхода на рабочий режим.

8.3.3 Результат опробования считают положительным, если подключенные датчики распознаются измерительным блоком и отсутствуют сообщения об ошибках и отказах.

8.4 Если перечисленные условия не выполняются, анализатор признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Идентификация версии метрологически значимой части встроенного программного обеспечения осуществляется следующим образом: находясь в основном меню анализатора, нажимают два раза кнопку «menu», выбирают «System Set», далее «Software», на экране появляется информация о версии ПО (рисунок 1).

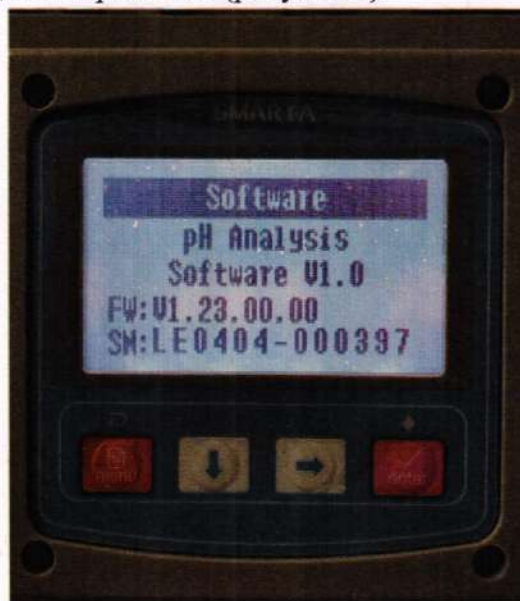


Рисунок 1 – Меню с информацией о версии ПО анализаторов

9.2 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные программного обеспечения средства измерений не ниже указанных в описании типа средства измерений. Если номер версии ПО не соответствует номеру, указанному в описании типа, анализатор признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH

10.1.1 Для определения абсолютной погрешности проводят измерения pH трех буферных растворов - рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH = 1,646, pH=6,865 и pH=9,180 с установленной температурой растворов (25±0,2) °C. Допускается использовать другие стандарт-титры для приготовления буферных растворов, приведенные в таблице Б.1 Приложения Б.

10.1.2 Измерения повторяют не менее трех раз на каждом буферном растворе.

10.1.3 Абсолютную погрешность измерений pH (ΔpH_{ij}) рассчитывают для каждого значения pH буферных растворов по формуле (1):

$$\Delta pH_{ij} = pH_{\text{изм.}ij} - pH_{\text{эт.}i}, \quad (1)$$

где $pH_{\text{изм.}ij}$ – j -ое значение pH i -го буферного раствора, измеренное анализатором;

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

10.1.4 Результаты определения абсолютной погрешности измерений pH считают положительными, если абсолютная погрешность измерений показателя pH не превышает значений, указанных в таблице А.1 Приложения А. Если это условие не выполняется, анализатор признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП

10.2.1 Для определения абсолютной погрешности измерений ОВП в качестве поверочных растворов используют буферные и контрольные растворы, подготовленные в соответствии с п. 8.2.5.

10.2.2 Проводят не менее трех измерений ОВП в начале, середине и конце диапазона измерений, в каждой точке по три раза.

10.2.3 Абсолютную погрешность измерений ($\Delta E_{h_{ij}}$, мВ) рассчитывают по формуле (2):

$$\Delta E_{h_{ij}} = E_{h_{\text{изм.}ij}} - E_{h_{\text{эт.}i}}, \quad (2)$$

где $E_{h_{\text{изм.}ij}}$ – i -ое значение ОВП, измеренное анализатором, мВ,
 $E_{h_{\text{эт.}i}}$ – i -ое значение ОВП, воспроизводимое стандарт-титром ОВП или раствором, приготовленным в соответствии с ГОСТ 8.450-81 «Государственная система обеспечения единства измерений. Шкала окислительных потенциалов водных растворов», мВ

10.2.4 Результаты определения абсолютной погрешности измерений ОВП считают положительными, если абсолютная погрешность измерений ОВП не превышает значений, указанных в таблице А.1 Приложения А. Если это условие не выполняется, анализатор признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, составленным в произвольной форме и содержащим результаты по разделам 7, 8, 9, 10 настоящей методики поверки.

11.2 Сведения о результатах поверки анализаторов передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений, предусмотренным частью 3 статьи 20 Федерального закона № 102-ФЗ.

11.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке по установленной форме, соответствующей действующему законодательству в области обеспечения единства измерений.

11.4 При отрицательных результатах поверки анализаторы признаются непригодными к применению. Сведения об отрицательных результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

Ведущий инженер по метрологии ЛОЕИ
 ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»

Инженер по метрологии ЛОЕИ
 ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»




Г.С. Володарская

О.Н. Бегутова

Приложение А

(обязательное)

Метрологические характеристики анализаторов

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений pH	от 0 до 14
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH	$\pm 0,02$
Диапазон показаний ОВП, мВ	от - 2000 до 2000
Диапазон измерений ОВП, мВ	от -133 до +1236
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ОВП, мВ	± 6
Дискретность отчёта измерений:	
- pH	0,01
- ОВП, мВ	1

Приложение Б
(обязательное)

Стандарт-титры, используемые при поверке

1. Стандарт-титры, используемые при поверке канала рН.

Таблица Б.1 - Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов рН 1 разряда СТ-рН-1, рег. №45142-10

Модификация стандарт-титров	Химические вещества, входящие в состав стандарт-титров	Масса навесок химических веществ, г	Концентрация веществ, моль/кг	Воспроизводимое значение рН при температуре +25 °С
СТ-рН-1-1	Калий тетраоксалат 2-водный	12,6100	0,05	1,646
СТ-рН-1-2	Калий гидротартрат	9,50	насыщ. при температуре +25 °С	3,557
СТ-рН-1-3	Калий гидрофталат	10,1200	0,05	4,005
СТ-рН-1-4	Калий фосфорнокислый однозамещенный	3,3880	0,025	6,865
	Натрий фосфорнокислый двузамещенный	3,5330	0,025	
СТ-рН-1-5	Калий фосфорнокислый однозамещенный	1,1790	0,0087	7,413
	Натрий фосфорнокислый двузамещенный	4,3030	0,0304	
СТ-рН-1-6	Натрий тетраборнокислый 10-водный	3,8064	0,01	9,180
СТ-рН-1-7	Натрий углекислый	2,6428	0,025	10,012
	Натрий углекислый кислый	2,0947	0,025	
СТ-рН-1-8	Кальция гидроксид	1,75	насыщ. при t = +20 °С	12,43
Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения рН рабочих эталонов 1 разряда: $\pm 0,004$ при (температуре раствора плюс 25 °С)				

2. Стандарт-титры, используемые при поверке канала окислительно-восстановительного потенциала (ОВП).

Таблица Б.2 - Стандарт-титры ОВП для приготовления буферных растворов, воспроизводящих значения окислительно-восстановительного потенциала, рег. № 61364-15

Обозначение модификации	Химический состав	Номинальное значение ОВП при температуре 25°С, мВ	Пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения ОВП буферных растворов, мВ
СТ-ОВП-01-1	Калий дигидрофосфат Натрий моногидрофосфат Хингидрон	298,0	± 3
СТ-ОВП-01-2	Тетраоксалат калия 2-водный Хингидрон	605,0	± 3