

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»




Н.П. Муравская
«13» января 2017г

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы цветности фотометрические ColorPlus 2, ColorPlus EX

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 010.Д4-17**

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода
«13» января 2017г

Москва
2017 г.

1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы цветности фотометрические ColorPlus 2, ColorPlus EX (далее по тексту – анализаторы), предназначены для автоматического определения цветности прозрачных жидкостей в производственных условиях, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

Интервал между периодическими поверками – 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При вводе в эксплуатацию и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения цветности по хром-кобальтовой шкале	8.4.1	Да	Да
6	Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения цвета по платино-кобальтовой шкале	8.4.2	Да	Нет*

*допускается проводить данную операцию при периодической поверке по желанию заказчика

2.2 Допускается проведение поверки части диапазона, установленного требованием заказчика.

2.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.4 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1	ГСО 9608-2010 Государственный стандартный образец цветности водных растворов (хром-кобальтовая шкала) Интервал допускаемых аттестованных значений, градусы цветности – от 498 до 502; Границы допускаемой относительной погрешности – $\pm 1\%$ (при $P=0,95$)
8.4.2	Растворы сравнения Хазена по ГОСТ 29131-91

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

4 Требования безопасности

4.1 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

4.2 При выполнении измерений должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации анализаторов.

4.3 Помещение, в котором проводятся измерения, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83

4.4 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- прошедшие обучение по требуемому виду измерений.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от 15 до 35
- относительная влажность воздуха, %,от 10 до 95
- атмосферное давление, кПа.....от 94 до 106
- напряжение питания сети постоянного тока, В.....от 9 до 30

6.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать факторы появления пыли, интенсивных воздушных потоков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

7 Подготовка к поверке

7.1 Так как анализаторы являются поточными средствами контроля, необходимо обеспечить возможность подачи контрольного образца в измерительную ячейку.

7.2 Приготовить растворы хром-кобальтовой шкалы согласно Приложению 1.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром анализаторов должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер анализаторов;
- соответствие комплектности анализаторов требованиям документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;
- отсутствие на наружных поверхностях анализаторов повреждений, влияющих на их работоспособность.

8.1.2 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование анализаторов проводится при помощи контрольного стекла идущего в комплекте с каждой модификацией.

8.2.2 Для этого необходимо установить контрольное стекло и провести процедуру калибровки согласно эксплуатационной документации на анализаторы.

8.2.3 Анализаторы считаются прошедшими опробование, если измеренное значение пропускания контрольного стекла не отличается от значения указанного на корпусе контрольного стекла более чем на 2 %.

8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.3.4 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверки, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	ColorPlus 2	ColorPlus EX
Идентификационное наименование ПО	SiPhoV124.uc3	Abso.bin
Номер версии (идентификационный номер) ПО	V124 и выше	V2.9 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	

8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения цветности по хром-кобальтовой шкале

8.4.1.1 Приготовить растворы хром-кобальтовой шкалы на 5, 10, 15 и 20 градусов цветности согласно Приложению 1.

8.4.1.2 Провести 10-ти кратные измерения цветности каждого раствора. Для этого заполнить мерную ячейку раствором и снять показания с экрана анализатора.

8.4.1.3 Для проверки нуля, провести 10-ти кратные измерения цветности дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72.

8.4.1.4 Вычислить среднее арифметическое значение серии измерений (E_{cp}) по формуле 1:

$$E_{cp} = \frac{E_i}{n} \quad (1)$$

8.4.1.5 Рассчитать значение относительной погрешности измерения цветности по формуле 2:

$$\Delta(E) = \frac{E_{cp} - E_m}{E_{cp}} \cdot 100\% \quad (2)$$

где E_m – значение цветности контрольного раствора в градусах цветности.

8.4.1.6 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения находятся в диапазоне измерения цветности по хром-кобальтовой шкале от 0,01 до 20 градусов цветности, а относительная погрешность измерения не превышает $\pm 2\%$.

8.4.2 Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения цвета по платино-кобальтовой шкале

8.4.2.1 Приготовить растворы платино-кобальтовой шкалы на 5, 10, 15 и 20 единиц Хазена согласно Приложению 2.

8.4.2.2 Провести 10-ти кратные измерения цвета каждого раствора. Для этого заполнить мерную ячейку раствором и снять показание с экрана анализатора.

8.4.2.3 Для проверки нуля, провести 10-ти кратные измерения цвета дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72.

8.4.2.4 Вычислить среднее арифметическое значение серии измерений (E_{cp}) по формуле 1.

8.4.2.5 Рассчитать значение относительной погрешности измерения цвета по формуле 2.

8.4.2.6 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если полученные значения находятся в диапазоне измерения цвета по платино-кобальтовой шкале от 0,01 до 20 единиц Хазена, а относительная погрешность измерения не превышает $\pm 2\%$

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 3).

9.2 Анализаторы, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В.Иванов

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

А. Н. Шобина

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

П. С. Мальцев

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ ХРОМ-КОБАЛЬТОВОЙ ШКАЛЫ В РАСТВОРЕ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 9608-2010

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы в растворе серной кислоты на основе разбавления ГСО 9608-2010. Аттестованные растворы хром-кобальтовой шкалы в растворе серной кислоты предназначены для поверки анализаторов цветности фотометрических ColorPlus 2, ColorPlus EX. Интервал аттестованных значений от 498 до 502 градусов цветности.

А.2 Нормы и погрешности

А.2.1 Характеристики погрешности аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов.

А.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы с погрешностью не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm\Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

А.3 Средства измерений, приборы и реактивы

А.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74

А.3.2 Дозатор механический 1-канальный с варьируемым объемом дозирования ВЮНІТ 1000-10000 мкл, действительные метрологические характеристики приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1

Объем, мкл	Отн. Погрешность
1000	0,32 %
10000	0,37 %

А.3.3 ГСО 9608-2010.

А.3.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

А.3.5 Кислота серная по ГОСТ 4204-77 х.ч.

А.3.6 Указанные СИ должны быть поверены в установленном порядке.

А.4 Требования безопасности

А.4.1. Серная кислота и ее пары обладают сильным прижигающим и раздражающим слизистые оболочки действием. При попадании на кожу и слизистые оболочки серная кислота вызывает тяжелые ожоги.

А.4.2. При работе с серной кислотой х.ч. необходимо строго соблюдать меры, предупреждающие выделение серного ангидрида в воздух, попадание серной кислоты на кожу, применять индивидуальные средства защиты (халаты с длинными рукавами по ГОСТ 12.4.131-83, респираторы, защитные очки, резиновые перчатки, нарукавники, резиновые фартуки), а также соблюдать меры личной гигиены.

А.4.3. Предельно допустимая концентрация серной кислоты и серного ангидрида в воздухе рабочей зоны производственных помещений - 1 мг/м. При превышении ПДК пары серной кислоты раздражают и прижигают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, поражают легкие. Класс опасности 2 по ГОСТ 12.1.005-88.

А.4.4. Помещения, в которых проводятся работы с серной кислотой, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Все работы с серной кислотой необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

А.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

А.6 Условия приготовления аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы

А.6.1 Приготовление аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25, °С
- атмосферное давление от 96 до 104, кПа
- относительная влажность воздуха от 45 до 75, %

А.6.2 Растворы шкалы цветности хранят в закрытой емкости в темном месте при температуре от 2 до 8 °С. Срок хранения растворов – не более 3 мес.

А.7 Приготовление аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы

А.7.1 Приготовление раствора серной кислоты. Раствор серной кислоты готовят в следующей последовательности: в мерную колбу вместимостью 1000 см³, наполовину заполненную дистиллированной водой, осторожно добавляют 1 см³ концентрированной серной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора — не более года.

А.7.2 Растворы хром-кобальтовой шкалы цветности готовят в следующей последовательности: в мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят ГСО цветности водных растворов в количестве, приведенном в таблице 1.2, и доводят до метки раствором серной кислоты.

Таблица 1.2

Номинальное значение цветности водных растворов, градусы цветности	Шкала цветности			
	5	10	15	20
Объем аликвоты ГСО 9608-2010, см ³	1	2	3	4

А.8 Оценка метрологических характеристик аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы

А.8.1 Значения пределов относительной погрешности аттестованного значения градусов цветности (ΔA) в аттестованных растворах, рассчитывают по формуле (1):

$$\Delta A = (\delta \cdot X) \quad (1)$$

где δ - относительная погрешность приготовления аттестованных растворов, рассчитываемая по формуле (2):

X – значение цветности приготовленных растворов;

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}, \quad (2)$$

А.8.2 Относительная погрешность приготовления аттестованных растворов рассчитывается по формулам 3 и 4:

$$\delta_1 = (\Delta V_K / V_K) \cdot 100, \% \quad (3)$$

$$\delta_2 = (\Delta V_D / V_D) \cdot 100, \% \quad (4)$$

где ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы, (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);

V_k - объем мерной колбы, см³;

ΔV_d - погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора (п. А.3.2);

V_d - объем дозирования 1-канального механического дозатора, мм³.

А.9 Оформление результатов

А.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы приведены в таблице 1.3.

Таблица 1.3

№ аттестованного раствора	Значение цветности раствора, градусы цветности	Относительная погрешность аттестованного значения растворов хром-кобальтовой шкалы, ΔA , %
1	5	
2	10	
3	15	
4	20	

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ ПЛАТИНО-КОБАЛЬТОВОЙ ШКАЛЫ В РАСТВОРЕ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ ПО ГОСТ 29131-91

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов платино-кобальтовой шкалы в растворе соляной по ГОСТ 29131-91. Растворы платино-кобальтовой шкалы в растворе соляной кислоты предназначены для поверки анализаторов цветности фотометрических ColorPlus 2, ColorPlus EX.

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности растворов платино-кобальтовой шкалы оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов платино-кобальтовой шкалы с погрешностью не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm\Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

А.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Б.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74

Б.3.2 Дозатор механический 1-канальный с варьруемым объемом дозирования ВЮНИТ 1000-10000 мкл, действительные метрологические характеристики приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Объем, мкл	Отн. Погрешность
1000	0,32 %
10000	0,37 %

Б.3.3 Хлороплатинат калия (K_2PtCl_6)

Б.3.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

Б.3.5 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, $\rho \sim 1,19 \text{ г/см}^3$, раствор с массовой долей приблизительно 39 % или раствор концентрации 12 моль/дм³.

Б.3.6 Кобальт хлористый 6-водный по ГОСТ 4525-77

Б.3.7 Указанные СИ должны быть поверены в установленном порядке.

Б.4 Требования безопасности

Б.4.1. Соляная кислота относится к веществам III-го класса опасности (ГОСТ 12.1.007-76). Предельно допустимая концентрация хлористого водорода в воздухе рабочей зоны – 5 мг/м³. Кислота оказывает прижигающее действие на слизистые оболочки и кожу, сильно раздражает дыхательные пути.

Б.4.2. При работе с соляной кислотой следует применять индивидуальные средства защиты, а также соблюдать правила личной гигиены и не допускать попадания препарата на слизистые оболочки, кожные покровы, а также внутрь организма.

Б.4.3. Помещения, в которых проводятся работы с соляной кислотой, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Все работы с соляной кислотой необходимо проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Б.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов платино-кобальтовой шкалы и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

Б.6 Условия приготовления растворов платино-кобальтовой шкалы

Б.6.1 Приготовление растворов платино-кобальтовой шкалы проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха от 15 до 25, °С
- атмосферное давление от 96 до 104, кПа
- относительная влажность воздуха от 45 до 75, %

Б.6.2 Растворы хранят в закрытой емкости в темном месте. Срок хранения растворов 1 год.

Б.7 Приготовление аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы

Б.7.1 Приготовление основного раствора, 500 единиц Хазена. Растворяют 2,00 г хлорида кобальта и соответствующую массу хлороплатината калия (2,49 г), в воде в мерной колбе вместимостью 2000 см³, добавляют 200 см³ раствора соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Б.7.2 Растворы платино-кобальтовой шкалы готовят в следующей последовательности: в мерные колбы вместимостью 500 см³ вносят основного раствора в количестве, приведенном в таблице 2.2, и доводят до метки дистиллированной водой.

Таблица 2.2

Объем аликвоты основного раствора, см ³	5	10	15	20
Соответствующая интенсивность окраски, единицы Хазена	5	10	15	20

Б.8 Оценка метрологических характеристик растворов платино-кобальтовой шкалы

Б.8.1 Значения пределов относительной погрешности аттестованного значения градусов цветности (ΔA) в аттестованных растворах, рассчитывают по формуле (1):

$$\Delta A = (\delta \cdot X) \quad (1)$$

где δ - относительная погрешность приготовления аттестованных растворов, рассчитываемая по формуле (2):

X – значение цветности приготовленных растворов;

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}, \quad (2)$$

Б.8.2 Относительная погрешность приготовления аттестованных растворов рассчитывается по формулам 3 и 4:

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \% \quad (3)$$

$$\delta_2 = (\Delta V_d / V_d) \cdot 100, \% \quad (4)$$

где ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы, (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);

V_k - объем мерной колбы, см³;

ΔV_d - погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора (п. А.3.2);

V_d - объем дозирования 1-канального механического дозатора, мм³.

Б.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных аттестованных растворов хром-кобальтовой шкалы приведены в таблице 2.3.

Таблица 2.3

№ аттестованного раствора	Значение цветности раствора, градусы цветности	Относительная погрешность аттестованного значения растворов хром-кобальтовой шкалы, ΔA , %
1	5	
2	10	
3	15	
4	20	

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
к Методике поверки
«Анализаторы цветности фотометрические ColorPlus 2, ColorPlus EX»

ПРОТОКОЛ

первичной / периодической поверки

от «_____» _____ 201__ года

Средство измерений: Анализаторы цветности фотометрические ColorPlus 2, ColorPlus EX
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

_____ то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ _____ №/№ _____

Заводские номера блоков

Принадлежащее _____

Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки «Анализаторы цветности фотометрические ColorPlus 2, ColorPlus EX. Методика поверки МП Д4-17», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 2017 года.

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____

(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 35
- относительная влажность воздуха, % от 10 до 95
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106
- напряжение питания сети постоянного тока, В от 9 до 30

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации _____

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: _____

_____ подписи, ФИО, должность