

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских



" 09 " 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы промышленные многопараметрические

АКВАТОС

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 82-241-2019

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Медведевских М. Ю.
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в сентябре 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	5
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ	9
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	9
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	10
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	10
	8.1 Внешний осмотр	10
	8.2 Опробование	10
	8.3 Проверка метрологических характеристик	11
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	22
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	23

<p>Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы промышленные многопараметрические АКВАТОС Методика поверки</p>	<p>МП 82-241-2019</p>
--	------------------------------

Дата введения в действие: сентябрь 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы промышленные многопараметрические АКВАТОС производства ООО «ТОС Технологии», Россия (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке
 Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 19710-83 Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 5841-74 Реактивы. Гидразин сернокислый

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

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.3		
3.1 Проверка диапазонов и абсолютных погрешностей измерений массовых концентраций ионов, общего азота, БПК, ХПК, гидразина, жесткости, нефтепродуктов, формальдегида, общего фосфора, хлора общего (свободного), монохлорамина	8.3.1	да	да
3.2 Проверка диапазонов и абсолютных погрешностей измерений массовых концентраций общего органического углерода (ООУ), общего углерода (ОУ) и АПАВ	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений цветности	8.3.3	да	да
3.4 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации этиленгликоля, фенольного индекса	8.3.4	да	да
3.5 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации гидразина	8.3.5	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проведение поверки не в полном объеме, для меньшего числа поддиапазонов измерений и измеряемых компонентов (в зависимости от комплектации анализатора).

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец состава водного раствора общего азота (комплект №8А) ГСО 7193-95 с диапазоном аттестованных значений от 0,475 до 0,525 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 1,0 \%$ при $P=0,95$;

- стандартный образец состава раствора ионов алюминия (НК-ЭК) ГСО 7927-2001 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора ионов бария ГСО 7760-2000 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец химического и биологического потребления кислорода в воде ГСО 8048-94 со значением ХПК не менее 180 мг/дм³ и со значением БПК-5 не менее 90 мг/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованных значений СО ±5,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора железа (III) ГСО 8032-94 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец жесткости воды ГСО 9914-2011 с диапазоном аттестованных значений от 95 до 1393 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора ионов калия ГСО 8092-94 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора ионов марганца (II) ГСО 7875-2000 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора ионов меди (II) ГСО 7255-96 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора ионов натрия ГСО 8063-94 с диапазоном аттестованных значений от 0,475 до 0,525 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 7117-94 с диапазоном аттестованных значений от 0,005 до 5,0 мг и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,3 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора ионов никеля ГСО 7265-96 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора нитрат-ионов ГСО 6696-93 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора нитрит-ионов ГСО 7479-98 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора ионов свинца ГСО 7252-96 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора ионов серебра ГСО 9727-2010 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора кремния ГСО 8212-2002 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±2,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора сульфат-ионов ГСО 7683-99 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора сульфид-ионов ГСО 9728-2010 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора фенола в этаноле ГСО 7270-96 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора формальдегида ГСО 8639-2004 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора фосфат-ионов ГСО 7260-96 с диапазоном аттестованных значений от 0,475 до 0,525 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения CO ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора общего фосфора ГСО 7241-96 с диапазоном аттестованных значений от 0,475 до 0,525 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора фторид-ионов (НЭ-ЭК) ГСО 8125-2002 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец массовой концентрации активного хлора в воде ГСО 10138-2012 (АХС СО УНИИМ) с диапазоном аттестованных значений от 200 до 1000 мг/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±2,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава хлорид-ионов ГСО 7262-96 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец бихроматной окисляемости воды (химического потребления кислорода - ХПК) ГСО 7425-97 с диапазоном аттестованных значений от 9500 до 10500 мг/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора ионов хрома (VI) 7834-2000 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора ионов цинка (НК-ЭК) ГСО 7837-2000 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава раствора ионов кадмия ГСО 7472-98 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава водного раствора ионов кальция ГСО 7682-99 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 г/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения СО ±1,0 % при P=0,95;

- стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда ГСО 2216-81 с диапазоном аттестованных значений от 99,950 до 100,000 % и с границами абсолютной погрешности аттестованного значения СО ±0,030 % при P=0,95;

- стандартный образец массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na₂CO₃ СО УНИИМ) ГСО 10450-2014 с диапазоном аттестованных значений от 99,950 до 100,000 % и с границами абсолютной погрешности аттестованного значения СО ±0,030 % при P=0,95;

- стандартный образец цветности водных растворов (хромато-кобальтовая шкала) ГСО 8214-2002 с диапазоном аттестованных значений от 4750 до 5250 градусов цветности и с относительной погрешностью $\pm 1,5$ % при $P=0,95$;

- стандартный образец цветности водных растворов (хром-кобальтовая шкала) ГСО 7853-2000 с диапазоном аттестованных значений от 475 до 525 градусов цветности и с относительной погрешностью $\pm 1,5$ % при $P=0,95$;

- стандартный образец состава додецилсульфата натрия ГСО 8049-94 с диапазоном аттестованных значений от 97 до 100 % и с относительной погрешностью $\pm 2,0$ % при $P=0,95$;

- стандартный образец состава этилендиаминтетрауксусной кислоты (CRM 502-092) ГСО 9113-2008 с диапазоном аттестованных значений массовой доли азота от 9,40 до 9,70 % и с абсолютной погрешностью аттестованного значения $\pm 0,06$ % при $P=0,95$;

- стандартный образец состава раствора 1,1-диметилгидразина в серной кислоте (ДМГ-1) ГСО 8838-2006 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения $\pm 5,0$ % при $P=0,95$;

- стандартный образец состава водного раствора роданид-ионов ГСО 7618-99 с диапазоном аттестованных значений от 0,95 до 1,05 мг/см³ и с границами относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0$ % при $P=0,95$;

- титратор автоматический серии Т модель Т70 (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 33902-07);

- весы лабораторные неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальной нагрузкой не менее 200 г и ценой деления 0,1 мг.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 30

- относительная влажность воздуха, (при $t= 35\text{ }^{\circ}\text{C}$), % не более 80

6.2 Анализаторы устанавливаются вдали от источников электромагнитных полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Анализаторы подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2 Стандартные образцы подготовить в соответствии с инструкциями по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализаторов;
- чистоту анализаторов, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реактивов;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении соответствующего пункта меню анализатора путем вывода на экран номера версии. Номер версии ПО должен быть не ниже приведенной в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение		
	АКВАТОС-К / АКВАТОС-Т	АКВАТОС-УИК	АКВАТОС-УФ
Идентификационное наименование ПО	-	-	-
Номер версии ПО, не ниже	200416	27092016iP	1.15
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка диапазонов и абсолютных погрешностей измерений массовых концентраций ионов, общего азота, БПК, ХПК, жесткости, нефтепродуктов, формальдегида, фенола, общего фосфора, хлора общего (свободного), монохлорамина

8.3.1.1 Для проверки абсолютных погрешностей измерений массовых концентраций ионов, общего азота, БПК, ХПК, гидразина, жесткости, нефтепродуктов, формальдегида, фенола, общего фосфора, хлора общего (свободного), монохлорамина использовать:

- стандартные образцы по п. 4.1;
- пипетки II класса точности по ГОСТ 29227;
- колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.3.1.2 Для проверки абсолютных погрешностей измерений приготовить исходные растворы на основе стандартных образцов по п.4.1 в соответствии с таблицей 3. Объемы аликвоты, рекомендованные таблицей 3 для приготовления исходных растворов, подобраны таким образом, чтобы содержания (массовые концентрации) определяемых компонентов соответствовали верхнему значению диапазона измерений.

Точные значения массовой концентрации исходных растворов (мг/дм^3) вычислить по формулам:

- для всех определяемых компонентов (за исключением силикатов и общего азота в диапазоне св. 500 до 1000 мг/дм^3)

$$C_i = \frac{C_{i,ГСО} \cdot V_{i,ал} \cdot 10^3}{V_{i,м.к.}}, \quad (1)$$

- для силикатов (ГСО 8212-2002)

$$C_i = \frac{C_{i,ГСО} \cdot V_{i,ал} \cdot 10^3}{V_{i,м.к.}} \cdot \frac{M_{SiO_2}}{M_{Si}}, \quad (2)$$

- для общего азота в диапазоне св. 500 до 1000 мг/дм^3 (ГСО 9113-2008)

$$C_i = \frac{\omega_{i,ГСО} \cdot m_{нав} \cdot 10^6}{100 \cdot V_{i,м.к.}}, \quad (3)$$

где $C_{i,ГСО}$ - аттестованное значение массовой концентрации i -го определяемого компонента (приведено в паспорте), г/дм^3 ;

$V_{i,ал}$ - объем аликвоты ГСО, взятый с помощью пипетки II класса точности по ГОСТ 29227, см^3 ;

$V_{i,м.к.}$ - заданный объем мерной колбы II класса точности по ГОСТ 1770, см^3 .

M_{SiO_2} - молярная масса силикат-ионов (76,084 г/моль), г/моль;

M_{Si} - молярная масса кремния (28,086 г/моль), г/моль;

$\omega_{i,GCO}$ - аттестованное значение массовой доли азота в ГСО 9113-2008, %;

$m_{нав}$ - масса навески ГСО 9113-2008, г.

Объем колбы довести до метки водой дистиллированной по ГОСТ 6709.

8.3.1.3 Для приготовления растворов с содержанием определяемых компонентов (массовой концентрацией) в середине и в конце диапазона измерений использовать исходные растворы, приготовленные по таблице 3. Для этого в чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть i -го исходного раствора объемом, вычисляемым по формуле, см³

$$V_{al,i} = \frac{A \cdot V_{м.к.л.}}{C_i}, \quad (4)$$

где A - значение массовой концентрации i -го определяемого компонента в исходном растворе, мг/дм³;

C_i - значение массовой концентрации, которое необходимо приготовить, мг/дм³;

$V_{м.к.л.}$ - заданный объем мерной колбы, см³.

Объем колбы довести до метки водой дистиллированной по ГОСТ 6709.

Относительная погрешность значения массовой концентрации i -го определяемого компонента приготовленных растворов не превышает 4,0 % для ГСО ионов и 6,0 % для других компонентов при $P=0,95$ и рассчитывается по формуле

$$\delta C_i = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A_i}{A_i}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{al,i}}{V_{al,i}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{м.к.л.}}{V_{м.к.л.}}\right)^2}, \quad (5)$$

где ΔA - абсолютная погрешность приготовления исходных растворов (по таблице 3), мг/дм³;

ΔV_{al} - пределы допускаемой погрешности объема пипетки по ГОСТ 29227, см³;

$\Delta V_{м.к.}$ - пределы допускаемой погрешности объема колбы по ГОСТ 1770, см³.

8.3.1.4 Провести измерения массовой концентрации i -го определяемого компонента приготовленных растворов, воспроизводящих значения начала, середины и конца диапазона. Измерения повторить не менее трех раз ($n \geq 3$) на каждом растворе.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации i -го определяемого компонента в k -ом приготовленном растворе (верх, середина или низ диапазона измерений) $\Delta_{C_{ik}}$ рассчитать по формуле

$$\Delta_{C_{ik}} = C_{(изм)ikj} - C_{этik}, \quad (6)$$

где $C_{(изм)ikj}$ - j -е измеренное значение массовой концентрации i -ого определяемого компонента в k -ом приготовленном растворе, мг/дм³;

$C_{этik}$ - значение массовой концентрации i -ого определяемого компонента в k -ом приготовленном растворе, мг/дм³.

8.3.1.5 Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовых концентраций компонентов должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 3 – Приготовление исходных растворов из стандартных образцов утвержденных типов

№ п/п	Определяемый показатель	Диапазон измерений анализатора	Номер ГСО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Ед. изм.	Приготовление исходного раствора		Относительная погрешность приготовления исходного раствора, %
						$V_{i,dl}$	$V_{i,m,k}$	
1	Азот общий	0,1 – 1000	ГСО 7193-95	0,475 - 0,525	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
		500 - 1000	ГСО 9113-2008	9,40 – 9,70	%	$m_{исв} = 1,05$	100	± 0,66
2	Алюминий	0,03 - 20	ГСО 7927-2001	0,95 - 1,05	г/дм ³	2	100	± 1,4
3	Аммоний	0,01 – 500	ГСО 7015-93	0,95 - 1,05	г/дм ³	50	100	± 1,0
4	Барий	0,01 – 100	ГСО 7760-2000	0,95 - 1,05	г/дм ³	10	100	± 1,4
5	БПК	0,05 - 100	ГСО 8048-94	не менее 90	мг/дм ³	исходный раствор приготовить в соответствии с инструкцией		± 5,0
6	Железо	0,5 – 200	ГСО 8032-94	0,95 - 1,05	г/дм ³	20	100	± 1,2
7	Жесткость	0,02 – 500	ГСО 9914-2011	95 - 105	г/дм ³	5	1000	± 1,4
8	Калий	0,04 - 1000	ГСО 8092-94	0,95 - 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
9	Марганец	0,01 - 40	ГСО 7875-2000	0,95 - 1,05	г/дм ³	4	100	± 1,2
10	Медь	0,05 - 120	ГСО 7255-96	0,95 - 1,05	г/дм ³	12	100	± 1,7
11	Натрий	0,01 - 10	ГСО 8063-94	0,475 – 0,525	г/дм ³	2	100	± 1,4
12	Нефть (нефтепродукты)	0,001 - 1000	ГСО 8654-2005	4,75 – 5,25	г/дм ³	20	100	± 0,9
13	Никель	0,01 - 200	ГСО 7873-2000	0,95 - 1,05	г/дм ³	20	100	± 1,2
14	Нитраты	0,02 - 1000	ГСО 6696-93	0,95 - 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0

№ п/п	Определяемый показатель	Диапазон измерений анализатора	Номер ГСО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Ед. изм.	Приготовление исходного раствора		Относительная погрешность приготовления исходного раствора, %
						$V_{i,at}$	$V_{i,m.k.}$	
15	Нитриты	0,01 - 125	ГСО 7479-98	0,95 - 1,05	г/дм ³	12,5	100	± 2,2
16	Свинец	0,005 - 20	ГСО 7252-96	0,95 - 1,05	г/дм ³	2	100	± 1,4
17	Серебро	0,01 - 1000	ГСО 97227-2010	0,95 - 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
18	Силикаты	0,005 – 150	ГСО 8212-2002	0,95 - 1,05	г/дм ³	5	100	± 2,2
19	Сульфаты	0,5 - 1000	ГСО 7683-99	0,95 - 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
20	Сульфиды	0,02 - 500	ГСО 9728-2010	0,95 - 1,05	г/дм ³	50	100	± 1,0
21	Фенол	0,005 - 200	ГСО 7270-96	0,95 - 1,05	г/дм ³	20	100	± 1,2
22	Формальдегид	0,001 - 80	ГСО 8639-2004	0,95 - 1,05	г/дм ³	8	100	± 1,6
23	Фосфаты	0,01 - 500	ГСО 7260-96	0,475 – 0,525	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
24	Общий фосфор	0,001 - 400	ГСО 7241-96	0,475 – 0,525	г/дм ³	2	100	± 1,4
25	Фториды	0,02 - 500	ГСО 8125-2002	0,95 - 1,05	г/дм ³	50	100	± 1,0
26	Хлор общий (активный)	0,01 - 200	ГСО 10138-2012	200 - 1000	мг/см ³	исходный раствор приготовить в соответствии с инструкцией		± 2,0
27	Хлориды	0,2 - 1000	ГСО 7262-96	0,95 - 1,05	г/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,0
28	ХПК	0,15 - 10000	ГСО 7425-97	9500 - 10500	мг/дм ³	в качестве исходного раствора использовать ГСО без разбавления		± 1,5
29	Хром	0,005 - 40	ГСО 7834-2000	0,95 - 1,05	г/дм ³	4	100	± 1,2
30	Цинк	0,01 - 100	ГСО 7837-2000	0,95 - 1,05	г/дм ³	10	100	± 1,4

№ п/п	Определяемый показатель	Диапазон измерений анализатора	Номер ГСО	Интервал допускаемых аттестованных значений СО	Ед. изм.	Приготовление исходного раствора		Относительная погрешность приготовления исходного раствора, %
						$V_{i,ад}$	$V_{i,м.к.}$	
31	Кадмий	5 - 500	ГСО 7472-98	0,95 - 1,05	г/дм ³	50	100	± 1,0
32	Кальций	0,2 - 200	ГСО 7682-99	0,95 - 1,05	г/дм ³	20	100	± 1,2
33	Монохлорамин	0,01 - 200	ГСО 10138- 2012	200 - 1000	мг/см ³	исходный раствор приготовить в соответствии с инструкцией		± 2,0
34	Цианиды	0,002 - 15	ГСО 7618-99	0,95 - 1,05	г/дм ³	1,5	100	± 2,1

8.3.2 Проверка диапазонов и абсолютных погрешностей измерений массовых концентраций общего органического углерода (ООУ), общего углерода (ОУ) и АПАВ

8.3.2.1 Для проверки абсолютных погрешностей измерений массовых концентраций общего органического углерода (ООУ), общего углерода (ОУ) и АПАВ использовать:

- стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда ГСО 2216-81;

- стандартный образец массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na_2CO_3 СО УНИИМ) ГСО 10450-2014;

- стандартный образец состава додецилсульфата натрия ГСО 8049-94;

- весы лабораторные неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальной нагрузкой не менее 200 г и ценой деления 0,1 мг

- пипетки II класса точности по ГОСТ 29227;

- колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.3.2.2 Для приготовления исходных растворов общего органического углерода (ООУ), общего углерода (ОУ) и АПАВ, с массовой концентрацией соответствующей верхнему значению диапазона измерений, использовать ГСО 2216-81, ГСО 10450-2014 и ГСО 8049-94 соответственно.

8.3.2.3 В сухую мерную колбы поместить навеску ГСО массой, вычисляемой по формулам, г:

- для ООУ

$$m = \frac{C(\text{ООУ}) \cdot V_{\text{м.к.}} \cdot 10^{-4}}{w} \cdot \frac{M_{\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}}}{M_c}, \quad (7)$$

- для ОУ

$$m = \frac{C(\text{ОУ}) \cdot V_{\text{м.к.}} \cdot 10^{-4}}{w} \cdot \frac{M_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{M_c}, \quad (8)$$

- для АПАВ

$$m = \frac{C(\text{АПАВ}) \cdot V_{\text{м.к.}} \cdot 10^{-4}}{w}, \quad (9)$$

где $C(\text{ООУ})$ - значение массовой концентрации общего органического углерода (ООУ), которое соответствует верхнему значению диапазона измерений, мг/дм³;

$C(\text{ОУ})$ - значение массовой концентрации общего углерода (ОУ), которое соответствует верхнему значению диапазона измерений, мг/дм³;

$C(\text{АПАВ})$ - значение массовой концентрации АПАВ, которое соответствует верхнему значению диапазона измерений, мг/дм³;

ω - аттестованное значение массовой доли калия фталевокислого кислого, или карбоната натрия, или АПАВ (приведено в паспорте), %;

$V_{м.к.}$ - заданный объем мерной колбы, см³;

$M_{C_8H_4O_4K}$ - молярная масса калия фталевокислого кислого (204,2212 г/моль), г/моль;

$M_{Na_2CO_3}$ - молярная масса карбоната натрия (105,989 г/моль), г/моль;

M_C - молярная масса углерода (12,01115 г/моль), г/моль.

Затем довести объем колбы до метки водой дистиллированной по ГОСТ 6709, закрыть и тщательно перемешать.

8.3.2.4 Абсолютную погрешность приготовления исходного раствора рассчитать по формуле

$$\Delta C_{исх} = C_{исх} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta\omega}{\omega}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{м.к.}}{V_{м.к.}}\right)^2}, \quad (10)$$

где $\Delta\omega$ - абсолютная погрешность аттестованного значения ГСО 2216-81, или ГСО 10450-2014, или ГСО 8049-94 (из паспорта на ГСО), %;

Δm - погрешность весов неавтоматического действия, г;

$\Delta V_{м.к.}$ - пределы допускаемой погрешности объема колбы по ГОСТ 1770, см³.

8.3.2.5 Последующие растворы приготовить методом последовательного разбавления исходного раствора аналогично п 8.3.1.3.

8.3.2.6 Провести измерения массовой концентрации общего органического углерода (ООУ), общего углерода (ОУ) и АПАВ приготовленных растворов, воспроизводящих значения начала, середины и конца диапазона. Измерения повторить не менее трех раз ($n \geq 3$) на каждом растворе.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации общего органического углерода (ООУ), общего углерода (ОУ) и АПАВ в k -ом приготовленном растворе (верх, середина или низ диапазона измерений) $\Delta_{Сik}$ рассчитать по формуле (6).

8.3.2.7 Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовых концентраций общего органического углерода (ООУ), общего углерода (ОУ) и АПАВ должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.3 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений цветности

8.3.3.1 Для проверки абсолютной погрешности измерений цветности использовать:

- стандартный образец цветности водных растворов (хромато-кобальтовая шкала) ГСО 8214-2002;

- стандартный образец цветности водных растворов (хром-кобальтовая шкала) ГСО 7853-2000.

8.3.3.2 Провести измерения цветности ГСО 8214-2002 и ГСО 7853-2000. Измерения повторить не менее трех раз ($n \geq 3$) на каждом растворе.

Абсолютную погрешность измерений цветности рассчитать по формуле

$$\Delta_{Xk} = X_{(изм)kj} - X_{этк}, \quad (11)$$

$X_{(изм)kj}$ - j -ое измеренное значение цветности - в k -ом приготовленном растворе, градусы цветности;

$X_{этк}$ - j -ое значение цветности - в k -ом приготовленном растворе, градусы цветности.

8.3.3.3 Полученные значения абсолютной погрешностей измерений цветности должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.4 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации этиленгликоля, фенольного индекса

8.3.4.1 Для проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации этиленгликоля используют:

- стандартный образец состава раствора фенола в этаноле ГСО 7270-96;
- этиленгликоль высший сорт по ГОСТ 197104
- весы лабораторные неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальной нагрузкой не менее 200 г и ценой деления 0,1 мг;
- пипетки II класса точности по ГОСТ 29227;
- колбы мерные II класса точности по ГОСТ 1770;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

8.3.4.2 Для проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации этиленгликоля и фенольного индекса используют растворы, приготовленные из этиленгликоля высшего сорта по ГОСТ 19710 и ГСО 7270-96.

8.3.4.3 Провести измерения массовой концентрации этиленгликоля и ГСО 7270-96 трех контрольных растворов, воспроизводящих значения начала, середины и конца диапазона. Измерения повторить не менее трех раз ($n \geq 3$) на каждом растворе.

По результатам измерений для каждого раствора вычислить абсолютную погрешность по формуле (6).

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации этиленгликоля и фенольного индекса должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.5 Проверка диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации гидразина

Проверку диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации гидразина провести с помощью растворов, приготовленных из гидразина сернокислого квалификации х.ч.

8.3.5.1 Приготовить исходный раствор гидразина. В мерную колбу вместимостью 1 дм³ внести навеску 81,62 мг гидразина сернокислого, довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

Массовую концентрацию приготовленного раствора C_a , мг/дм³, вычислить по формуле

$$C_a = \frac{M(NH_2 - NH_2)}{M(NH_2 - NH_2 \cdot H_2SO_4)} \cdot \omega \cdot m / V_k = 0,245 \cdot m / V_k, \quad (12)$$

где $M(NH_2 - NH_2)$ - молярная масса гидразина, г/моль;

$M(NH_2 - NH_2 \cdot H_2SO_4)$ - молекулярная масса гидразина сернокислого, г/моль;

m - масса гидразина сернокислого, мг;

V_k - объем мерной колбы, дм³;

ω - чистота реактива гидразина сернокислого, соответствующая квалификации х.ч., равная 99,5%.

8.3.5.2 Действительное значение массовой концентрации гидразина в приготовленном растворе определить с помощью титратора автоматического серии Т модель Т70 или аналогичного. Сущность метода определения массовой концентрации гидразина заключается в том, что в нейтральной и щелочной среде йод реагирует с гидразином по реакции:



Для определения концентрации гидразина в щелочных и нейтральных растворах применяют метод прямого титрования раствором йода. Определению массовой концентрации гидразина в анализируемых растворах мешает присутствие ионов железа II и III, которое устраняется связыванием их в гидроксиды при добавлении раствора аммиака.

8.3.5.3 Приготовление поверочных растворов

Приготовить растворы с массовой концентрацией гидразина путем разбавления раствора, приготовленного по 8.3.5.1. Значения массовой концентрации гидразина в приготовленных растворах должны находиться в начале, середине и в конце диапазона измерений.

В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного раствора объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{AV_z}{A_1}, \quad (14)$$

где A_1 - значение массовой концентрации в исходном растворе по 8.3.5.1, мг/дм³; A_2 - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мг/дм³; V_2 - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, дм³.

8.3.5.4 Провести не менее трех измерений массовой концентрации гидразина в каждом поверочном растворе. Для каждого случая рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации гидразина по формуле (6).

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации гидразина должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Измеряемый параметр	Диапазоны измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений*, мг/дм ³
Азот общий	от 0,1 до 5 включ.	$\pm(0,02+0,15 \cdot C)$
	св. 5 до 1000 включ.	$\pm(0,35+0,15 \cdot C)$
Алюминий	от 0,03 до 0,5 включ.	$\pm(0,006+0,15 \cdot C)$
	св.0,5 до 20 включ.	$\pm(0,05+0,1 \cdot C)$
Аммоний	от 0,01 до 20 включ.	$\pm(0,002+0,1 \cdot C)$
	св. 20 до 500 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Барий	от 0,01 до 100 включ.	$\pm(0,002+0,2 \cdot C)$
БПК	от 0,05 до 100 включ.	$\pm(0,01+0,2 \cdot C)$
Гидразин	от 0,005 до 0,5 включ.	$\pm(0,001+0,2 \cdot C)$
	св. 0,5 до 20 включ.	$\pm(0,05+0,15 \cdot C)$
Железо	от 0,01 до 0,5 включ.	$\pm(0,002+0,2 \cdot C)$
	св. 0,5 до 10 включ.	$\pm(0,05+0,1 \cdot C)$
	св. 10 до 200 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Жесткость	от 0,02 до 1 включ.	$\pm(0,004+0,15 \cdot C)$
	св. 1 до 500 включ.	$\pm(0,2+0,1 \cdot C)$
Калий	от 0,04 до 10 включ.	$\pm(0,008+0,15 \cdot C)$
	от 10 до 1000 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Марганец	от 0,01 до 1 включ.	$\pm(0,002+0,15 \cdot C)$
	св. 1 до 40 включ.	$\pm(0,4+0,1 \cdot C)$
Медь	от 0,05 до 3 включ.	$\pm(0,01+0,2 \cdot C)$
	св. 3 до 120 включ.	$\pm(0,05+0,1 \cdot C)$
Монохлорамин	от 0,01 до 5 включ.	$\pm(0,002+0,15 \cdot C)$
	св. 5 до 200 включ.	$\pm(0,1+0,1 \cdot C)$
Натрий	от 0,01 до 1 включ.	$\pm(0,002+0,15 \cdot C)$
	от 1 до 10 включ.	$\pm(0,1+0,1 \cdot C)$
Нефть (нефтепродукты)	от 0,001 до 1 включ.	$\pm(0,0005+0,15 \cdot C)$
	от 1 до 30 включ.	$\pm(0,1+0,1 \cdot C)$
	св. 30 до 1000 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$

продолжение таблицы 4

Измеряемый параметр	Диапазоны измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации *, мг/дм ³
Никель	от 0,01 до 5 включ.	$\pm(0,002+0,15 \cdot C)$
	св. 5 до 200 включ.	$\pm(0,4+0,1 \cdot C)$
Нитраты	от 0,02 до 10 включ.	$\pm(0,005+0,15 \cdot C)$
	св. 10 до 1000 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Нитриты	от 0,01 до 5 включ.	$\pm(0,002+0,15 \cdot C)$
	св. 5 до 125 включ.	$\pm(0,15+0,1 \cdot C)$
Общий органический углерод	от 0,06 до 410 включ.	$\pm(0,01+0,2 \cdot C)$
	св. 410 до 16000 включ.	$\pm(1+0,15 \cdot C)$
Общий углерод	от 0,2 до 500 включ.	$\pm(0,05+0,2 \cdot C)$
	св. 500 до 20000 включ.	$\pm(1+0,15 \cdot C)$
Свинец	от 0,005 до 0,15 включ.	$\pm(0,001+0,20 \cdot C)$
	св. 0,15 до 2 включ.	$\pm(0,06+0,15 \cdot C)$
	св. 2 до 20 включ.	$\pm(0,12+0,1 \cdot C)$
Серебро	от 0,01 до 10 включ.	$\pm(0,005+0,20 \cdot C)$
	от 10 до 1000 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Силикаты	от 0,005 до 5 включ.	$\pm(0,0001+0,20 \cdot C)$
	св. 5 до 150 включ.	$\pm(0,5+0,15 \cdot C)$
Сульфаты	от 0,5 до 10 включ.	$\pm(0,05+0,15 \cdot C)$
	от 10 до 1000 включ.	$\pm(1+0,1 \cdot C)$
Сульфиды	от 0,02 до 500 включ.	$\pm(0,01+0,15 \cdot C)$
Фенол	от 0,005 до 5 включ.	$\pm(0,001+0,2 \cdot C)$
	св. 5 до 200 включ.	$\pm(0,5 +0,1 \cdot C)$
Формальдегид	от 0,001 до 2 включ.	$\pm(0,0005+0,15 \cdot C)$
	св. 2 до 80 включ.	$\pm(0,2+0,1 \cdot C)$
Фосфаты	от 0,01 до 5 включ.	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)$
	св. 5 до 500 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Фосфор общий	от 0,001 до 1 включ.	$\pm(0,0003+0,15 \cdot C)$
	от 1 до 20 включ.	$\pm(0,1+0,1 \cdot C)$
	св. 20 до 400 включ.	$\pm(1+0,1 \cdot C)$
Фториды	от 0,02 до 50 включ.	$\pm(0,005+0,1 \cdot C)$
	св. 50 до 500 включ.	$\pm(2+0,1 \cdot C)$
Хлор общий (активный)	от 0,01 до 5 включ.	$\pm(0,002+0,15 \cdot C)$
	св. 5 до 200 включ.	$\pm(0,1+0,1 \cdot C)$
Хлориды	от 0,2 до 100 включ.	$\pm(0,05+0,15 \cdot C)$
	св. 100 до 1000 включ.	$\pm(1+0,1 \cdot C)$
ХПК	от 0,15 до 1000 включ.	$\pm(0,03+0,2 \cdot C)$
	св. 1000 до 10000 включ.	$\pm(1+0,1 \cdot C)$
Хром (6+)	от 0,005 до 1 включ.	$\pm(0,001+0,2 \cdot C)$
	св. 1 до 40 включ.	$\pm(0,2+0,15 \cdot C)$
Цветность**	от 0,5 до 50 включ.	$\pm(0,1+0,2 \cdot C)$
	св. 50 до 5000 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Цианиды	от 0,002 до 0,2 включ.	$\pm(0,0005+0,2 \cdot C)$
	св. 0,2 до 15 включ.	$\pm(0,06+0,15 \cdot C)$

продолжение таблицы 4

Измеряемый параметр	Диапазоны измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации *, мг/дм ³
Цинк	от 0,01 до 2,5 включ.	$\pm(0,002+0,1 \cdot C)$
	св. 2,5 до 100 включ.	$\pm(0,3+0,1 \cdot C)$
Этиленгликоль	от 0,5 до 10 включ.	$\pm(0,05+0,15 \cdot C)$
	св. 10 до 100 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Кадмий	от 0,005 до 0,5 включ.	$\pm(0,003+0,25 \cdot C)$
Кальций	от 0,2 до 5 включ.	$\pm(0,02+0,15 \cdot C)$
	св. 5 до 200 включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)$
Фенольный индекс	от 0,01 до 0,1 включ.	$\pm(0,003+0,25 \cdot C)$
	св. 0,1 до 1,0 включ.	$\pm(0,005+0,15 \cdot C)$
Анионные ПАВ	от 0,1 до 3 включ.	$\pm(0,015+0,21 \cdot C)$

*С – измеренное значение массовой концентрации параметра
** – единица измерения цветности: градусы цветности

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения А.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки в виде оттиска поверительного клейма наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик

Зав. лаб. 241 ФГУП «УНИИМ»



М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализаторы промышленные многопараметрические АКВАТОС _____,
зав № _____

Документ на поверку: МП 82-241-2019 «Анализаторы промышленные многопараметрические АКВАТОС. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура _____ °С и относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица А.1 - Результаты проверки диапазона и абсолютной погрешности измерений массовой концентрации определяемого компонента

№ п/п	Значение массовой концентрации определяемого компонента, воспроизведенное ГСО, мг/дм ³	Значение массовой концентрации определяемого компонента, измеренное анализатором, мг/дм ³	Абсолютная погрешность измерений массовой концентрации определяемого компонента, мг/дм ³	Соответствует требованиям Да (+) / Нет (-)
1				
2				
3				
1				
2				
3				
1				
2				
3				

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____

Дата _____

Организация, проводившая поверку _____