Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ

«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»

(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

_____ С.В. Медведевских

«_____» _____ 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА

ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы взвешенных веществ оптические ДИВ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 112-251-2018

г. Екатеринбург

2019 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. **РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
2. **ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251 Мигаль П.В.**
3. **УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» «06» сентября 2019 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения **4**
2 Нормативные ссылки **4**
3 Операции поверки **4**
4 Средства поверки **4**
5 Требования к квалификации поверителя **5**
6 Требования безопасности **5**
7 Условия поверки **5**
8 Подготовка к поверке **5**
9 Проведение поверки **5**
9.1 Внешний осмотр 5
9.2 Опробование 5
9.3 Определение метрологических характеристик анализатора 5
10 Оформление результатов поверки **6**
ПРИЛОЖЕНИЕ А 7
ПРИЛОЖЕНИЕ Б 9
ПРИЛОЖЕНИЕ В 10

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы взвешенных веществ оптические ДИВ (далее – анализаторы), изготовленные ООО «Лабинжиниринг», г. Пермь.

Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

– Приказ Минтруда России от 24.07.2013 г. № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

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

– ГОСТ 19908-90 «Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия»;

– Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

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 операций при поверке	
		первичная	периодическая
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации взвешенных веществ	9.3.1	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 10.3.

4 Средства поверки

4.1 При поверке анализатора применяют следующие средства поверки:

– ГСО 6541-92 стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20: интервал аттестованных значений массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе от 3,5 до 4,5 %, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения (при P=0,95): ±4,0 %;

– весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76 -1-2011, диапазон измерений от 0,01 до 220 г (рег. № 17935-02);

– цилиндры 1-5 и 1-100 по ГОСТ 1770-74;

– колбы мерные П-250 по ГОСТ 19908-90;

– стаканы ВН-400 по ГОСТ 19908-90.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры, относительной влажности окружающей среды и атмосферного давления, а также напряжения и частоты переменного тока с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, а стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

4.4 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих проверку метрологических характеристик с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ анализатора.

7 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С	от +5 до +35
- относительная влажность воздуха при температуре +20 °С, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106
- напряжение переменного тока, В	220±15
- частота переменного тока, Гц	50±1

8 Подготовка к поверке

8.1 Перед проведением поверки анализатор готовят к работе и проводят его настройку в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2 Поверку проводят с помощью контрольных суспензий, приготовленных согласно приложению А из ГСО по п. 4.1.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить анализатор и проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ.

9.3 Определение метрологических характеристик анализатора

9.3.1 Определение абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации взвешенных веществ

Для первичной поверки готовят четыре суспензии с концентрациями близкими к 10 мг/дм^3, 20 мг/дм^3, 150 мг/дм^3 и 650 мг/дм^3 согласно Приложению А (для ДИВ-1М 5 мг/дм^3, 10 мг/дм^3, 50 мг/дм^3 и 240 мг/дм^3). Относительная погрешность аттестованных значений массовой концентрации взвешенных веществ суспензий не превышает 4,0 %.

Для периодической поверки готовят четыре суспензии с концентрациями близкими к 10 мг/дм^3, 20 мг/дм^3, 100 мг/дм^3 и 400 мг/дм^3 согласно Приложению Б (для ДИВ-1М 5 мг/дм^3, 10 мг/дм^3, 50 мг/дм^3 и 160 мг/дм^3). Относительная погрешность аттестованных зна-

чений массовой концентрации взвешенных веществ суспензий не превышает 4,0 %.

Проводят измерения массовой концентрации взвешенных веществ в основной (650 мг/дм^3, либо 400 мг/дм^3) и контрольных суспензиях не менее 3 раз. Результаты заносят в протокол.

Абсолютную погрешность (Δc, мг/дм^3) измерений массовой концентрации взвешенных веществ определяют по формуле

$$\Delta c_j = c_{ij} - c_{cj}, \qquad (1)$$

где c_{ij} – *i-й* результат измерения массовой концентрации взвешенных веществ в *j-ой* точке диапазона, мг/дм^3;

c_{cj} – аттестованное значение массовой концентрации взвешенных веществ в контрольной суспензии в *j-ой* точке диапазона, мг/дм^3.

За диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ принимают данные таблицы 2, если полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ находятся в пределах, указанных в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации				
	ДИВ-1М	ДИВ-2М	ДИВ-3М	ДИВ-4М	ДИВ-КВЧ
Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм^3: – первый диапазон	от 10 до 300	от 10 до 800			
– второй диапазон	от 0,4 до 10	от 1 до 25	от 2 до 50	от 4 до 100	от 2 до 50
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм^3: – первый диапазон	$\pm 5 \cdot 10^{(C/500)}$				
– второй диапазон	$\pm(0{,}1 \cdot c + K)$				
Значение коэффициента (K):	0,2	0,5	1	2	1

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения В.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на верхнюю часть измерительного блока анализатора.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ» **П.В. Мигаль**

ПРИЛОЖЕНИЕ А
Методика приготовления суспензий для первичной поверки

Основную суспензию с концентрацией 650 мг/дм^3 готовят из государственного образца ГСО 6541-92. ГСО изготовлен в виде таблетки, содержащей определенную массовую долю нерастворимых веществ каолина в твердой основе, которая хорошо растворяется в воде. Растворив одну или несколько таблеток ГСО в дистиллированной воде, получают стабильные, однородные и устойчивые суспензии различной концентрации. Другие контрольные суспензии готовят из основной путем ее разбавления дистиллированной водой.

Посуда для приготовления суспензий:

- цилиндры 1-5 и 1-100 по ГОСТ 1770-74;
- колбы мерные П-200 по ГОСТ 19908-90;
- стаканы ВН-400 по ГОСТ 19908-90

или аналоги.

Оборудование для приготовления суспензий:

- весы лабораторные КТ I (специальный) по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Для приготовления основной суспензии 650 мг/дм^3 восемь таблеток ГСО помещают в колбу объемом 250 см^3 и заливают небольшим количеством воды (10–20) см^3. Суспензию перемешивают до полного растворения таблеток (5–10) мин. Затем в колбу добавляют воды до метки, закрывают пробкой и хорошо перемешивают. Приготовленную суспензию используют в течение 3 часов.

При поверке анализатора ДИВ-1М основную суспензию 240 мг/дм^3 готовят по той же процедуре, используя три таблетки ГСО.

Точную концентрацию основной суспензии (c_0, мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$c_0 = \frac{\omega \cdot m}{V \cdot 100}, \qquad (A.1)$$

где ω – аттестованное значение массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе, %;

m – масса таблеток, мг;

V – объем суспензии, дм^3.

Погрешность значения массовой концентрации взвешенных веществ основной суспензии можно рассчитать по формуле

$$\Delta c_0 = \sqrt{(\frac{\partial c_0}{\partial \omega} \cdot \Delta\omega)^2 + (\frac{\partial c_0}{\partial m} \cdot \Delta m)^2 + (\frac{\partial c_0}{\partial V} \cdot \Delta V)^2}, \qquad (A.2)$$

где $\frac{\partial c_0}{\partial \omega} = \frac{m}{V}$, мг/дм^3;

$\Delta\omega$ – абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе;

$\frac{\partial c_0}{\partial m} = \frac{\omega}{V}$, 1/дм^3;

Δm – погрешность весов, мг;

$\frac{\partial c_0}{\partial V} = -\frac{\omega \cdot m}{V^2}$, мг/(дм^3)^2;

ΔV – погрешность мерной колбы, дм^3.

Для приготовления контрольных суспензий с концентрацией 150 мг/дм^3, 20 мг/дм^3 и 10 мг/дм^3 из основной суспензии 650 мг/дм^3 с помощью мерных цилиндров отбирают пробы объемом 59 см^3, 8 см^3 и 4 см^3 соответственно. Каждую пробу переливают в отдельные мерные колбы объемом 250 см^3, затем в колбы добавляют воды до метки. Закрывают пробками и хорошо перемешивают.

При поверке анализатора ДИВ-1М для приготовления контрольных суспензий с кон-

центрацией 50 мг/дм^3, 10 мг/дм^3 и 5 мг/дм^3 из основной суспензии 240 мг/дм^3 с помощью мерных цилиндров отбирают пробы объемом 52 см^3, 10 см^3 и 5 см^3 соответственно и разбавляют по той же процедуре.

Точную концентрацию контрольных суспензий (c_i, мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$c_i = \frac{c_0 \cdot V_{al}}{V}, \qquad (A.3)$$

где V_{al} – объем аликвоты основной суспензии, см^3.

Погрешность значений массовой концентрации взвешенных веществ контрольных суспензий можно рассчитать по формуле

$$\Delta c_i = \sqrt{(\frac{\partial c_i}{\partial c_0} \cdot \Delta c_0)^2 + (\frac{\partial c_i}{\partial V_{al}} \cdot \Delta V_{al})^2 + (\frac{\partial c_i}{\partial V} \cdot \Delta V)^2}, \qquad (A.4)$$

где $\frac{\partial c_i}{\partial c_0} = \frac{V_{al}}{V}$;

$\frac{\partial c_i}{\partial V_{al}} = \frac{c_0}{V}$, мг/(дм^3)^2;

ΔV_{al} – погрешность мерного цилиндра, мг;

$\frac{\partial c_i}{\partial V} = -\frac{c_0 \cdot V_{al}}{V^2}$, мг/(дм^3)^2.

Измерение концентрации суспензий проводится в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора п. 7.1 и начинаются с низких концентраций.

В качестве емкости для анализируемых проб используют химические стаканы объемом 400 см^3, в которые заливается соответствующая суспензия объемом порядка 150 см^3 (необходимо, чтобы уровень суспензии закрывал зазор между стеклами датчика). Перед измерением суспензия, находящаяся в колбе, тщательно перемешивается и заливается в емкость, а после измерения выливается в ту же колбу, а емкость промывается дистиллированной водой.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
Методика приготовления суспензий для периодической поверки

Основную суспензию с концентрацией 400 мг/дм^3 готовят из государственного образца ГСО 6541-92. ГСО изготовлен в виде таблетки, содержащей определенную массовую долю нерастворимых веществ каолина в твердой основе, которая хорошо растворяется в воде. Растворив одну или несколько таблеток ГСО в дистиллированной воде, получают стабильные, однородные и устойчивые суспензии различной концентрации. Другие контрольные суспензии готовят из основной путем ее разбавления дистиллированной водой.

Посуда для приготовления суспензий:

- цилиндры 1-5 и 1-100 по ГОСТ 1770-74;
- колбы мерные П-200 по ГОСТ 19908-90;
- стаканы ВН-400 по ГОСТ 19908-90

или аналоги.

Оборудование для приготовления суспензий:

- весы лабораторные КТ I (специальный) по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Для приготовления основной суспензии 400 мг/дм^3 пять таблеток ГСО помещают в колбу объемом 250 см^3 и заливают небольшим количеством воды (10–20) см^3. Суспензию перемешивают до полного растворения таблеток (5–10) мин. Затем в колбу добавляют воды до метки, закрывают пробкой и хорошо перемешивают. Приготовленную суспензию используют в течение 3 часов.

При поверке анализатора ДИВ-1М основную суспензию 160 мг/дм^3 готовят по той же процедуре, используя две таблетки ГСО.

Точную концентрацию основной суспензии (c_0, мг/дм^3) рассчитывают по формуле (А.1).

Погрешность значения массовой концентрации взвешенных веществ основной суспензии можно рассчитать по формуле (А.2).

Для приготовления контрольных суспензий с концентрацией 100 мг/дм^3, 20 мг/дм^3 и 10 мг/дм^3 из основной суспензии 400 мг/дм^3 с помощью мерных цилиндров отбирают пробы объемом 63 см^3, 12 см^3 и 6 см^3 соответственно. Каждую пробу переливают в отдельные мерные колбы объемом 250 см^3, затем в колбы добавляют воды до метки. Закрывают пробками и хорошо перемешивают.

При поверке анализатора ДИВ-1М для приготовления контрольных суспензий с концентрацией 50 мг/дм^3, 10 мг/дм^3 и 5 мг/дм^3 из основной суспензии 160 мг/дм^3 с помощью мерных цилиндров отбирают пробы объемом 78 см^3, 16 см^3 и 8 см^3 соответственно и разбавляют по той же процедуре.

Точную концентрацию контрольных суспензий (c_i, мг/дм^3) рассчитывают по формуле (А.3).

Погрешность значений массовой концентрации взвешенных веществ контрольных суспензий можно рассчитать по формуле (А.4).

Измерение концентрации суспензий проводится в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора п. 7.1 и начинаются с низких концентраций.

В качестве емкости для анализируемых проб используют химические стаканы объемом 400 см^3, в которые заливается соответствующая суспензия объемом порядка 150 см^3 (необходимо, чтобы уровень суспензии закрывал зазор между стеклами датчика). Перед измерением суспензия, находящаяся в колбе, тщательно перемешивается и заливается в емкость, а после измерения выливается в ту же колбу, а емкость промывается дистиллированной водой.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор взвешенных веществ оптический ДИВ модификация _____ зав. № _____

Документ на поверку:
МП 112-251-2018 «ГСИ. Анализаторы взвешенных веществ оптические ДИВ. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

_____

Условия проведения поверки:
- температура окружающей среды, °С _____
- относительная влажность, % _____
- атмосферное давление, кПа _____
- напряжение переменного тока, В _____
- частота переменного тока, Гц _____

Результаты внешнего осмотра _____
Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик
Таблица В1 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ

Значение концентрации взвешенных веществ в контрольных суспензиях, мг/дм^3	Результаты измерений массовой концентраций взвешенных веществ в контрольных суспензиях, мг/дм^3	Абсолютная погрешность результатов измерений массовой концентраций взвешенных веществ, мг/дм^3	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм^3
1	2	3	4

Таблица В2 – Результаты проверки диапазона измерений концентрации взвешенных веществ

Полученные значения диапазона измерений концентрации взвешенных веществ	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
первый диапазон:	
второй диапазон:	

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «___» _____ 20___ г., №_____

Поверитель _____
Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку_____