

Уральский научно-исследовательский институт метрологии - филиал
Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО



Директор УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Е.П. Соби́на

« 01 » _____ 2022 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы свободного хлора М 1035 С

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 122-241-2021

Екатеринбург
2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 **РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)
- 2 **ИСПОЛНИТЕЛЬ** зав. лаб. 241 Медведевских М.Ю.
- 3 **СОГЛАСОВАНО** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в январе 2022 г.

Дата введения в действие: январь 2022 г

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы свободного хлора М 1035 С (далее – анализаторы) производства фирмы «Controlmatik ABW», Словения и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора при измерений массовой концентрации свободного хлора к ГЭТ 176-2019 согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах в соответствии с Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

при измерении температуры к ГЭТ 34-2020 согласно ГОСТ 8.558-2009 «ГСИ. Государственная поверочная схема средств измерений температуры».

1.3 Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г.

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка 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»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

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

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

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199-78 Реактивы. Натрия уксуснокислый 3-водный

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

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 1 – Этапы проведения поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Проверка метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации свободного хлора	да	да	11.1
Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений температуры	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации. В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Проведение поверки не в полном объеме не допускается.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от +15 °С до +35 °С;
- относительная влажность, не более 95 %.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Поверитель перед проведением поверки анализаторов должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на анализатор и пройти обучение по технике безопасности на месте проведения поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют стандартные образцы (далее – СО), средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки и требования к ним

Наименование	Метрологические и технические требования
СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012	Массовая концентрация активного хлора от 200 до 1000 мг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности ±2,0 % (P=0,95)
Вода дистиллированная	по ГОСТ Р 58144
Колбы мерные исполнения 2-2000-2, 2-100-2	2 класс точности по ГОСТ 1770
Стакан стеклянный	по ГОСТ 23932

Наименование	Метрологические и технические требования
Термометр лабораторный ТЛ-4	класс точности 1 по ТУ 25-2021.003-88
Пипетки	исполнения 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-2 по ГОСТ 29227
Иодид калия	х.ч. по ГОСТ 4232
Кислота уксусная ледяная	по ГОСТ 61
Тригидрат ацетата натрия	ч.д.а. по ГОСТ 199
Лопастной погружной насос	любого типа, обеспечивающий поток от 20 до 60 дм ³ /ч
Термостат	диапазон задаваемых температур от 0 до 100 °С

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

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

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

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят подготовку анализатора к измерениям в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.2 Включают анализатор и ожидают завершения процедуры самотестирования которая производится автоматически после включения питания анализатора и запуска программного обеспечения. В случае успешного прохождения самотестирования на экране монитора появляется стартовое окно программы управления анализатора.

9.3 Проверяют действие органов управления и регулировки, работоспособность анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора в сеть путем вывода на экран наименования ПО и номера версии. Первая цифра номера версии ПО должна быть не ниже приведенной в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение
Идентификационное наименование ПО	ControlMatic ABW
Номер версии ПО	не ниже 2.00
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации свободного хлора

Проверку абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации свободного хлора проводят с использованием растворов, приготовленных из ГСО 10138-2012 и воды дистиллированной. Растворы готовят в соответствии с инструкцией по применению ГСО и приложением А. Готовят три раствора, соответствующие содержанию свободного хлора внизу, середине и в верху диапазона измерений свободного хлора.

Каждый раствор готовят пять раз, таким образом, чтобы первые 4 раствора (8000 см³) использовать для промывки системы, пятый раствор использовать для проведения измерений. Перед началом проведения измерений пятый раствор (2000 см³) необходимо зациклить в системе с помощью насоса любого типа, добавить в 40 см³ ацетатного буферного раствора, 40 см³ 25 % раствора иодида калия, приготовленные по приложению Б.

Выполняют не менее 3 измерений массовой концентрации свободного хлора каждого приготовленного раствора.

11.2 Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений температуры

Проверку абсолютной погрешности и диапазона измерений температуры проводят с использованием термометра лабораторного ТЛ-4 и воды дистиллированной. Провести измерения температуры контролируемой среды не менее трех раз при температуре примерно 0, 30, 50 °С. Заданную температуру воды поддерживать с применением термостата.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений для каждого раствора, приготовленного из ГСО 10138-2012, полученным по 11.1, вычисляют абсолютную погрешность измерений массовой концентрации свободного хлора (Δ_{ij})

$$\Delta_{ij} = C_{ij} - C_{Aj}, \quad (1)$$

где C_{ij} - результат i -го измерений массовой концентрации свободного хлора на j -ом уровне концентрации (начало, середина или конец диапазона измерений), мг/дм³;

C_{Aj} - массовая концентрация свободного хлора в воде на j -ом уровне концентрации (низ, середина или верх диапазона измерений) в приготовленной растворе, мг/дм³.

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

12.2 По результатам измерений температуры вычисляют абсолютную погрешность измерений температуры по формуле

$$\Delta_{ij} = t_{\text{изм}j} - t_{\text{э}j}, \quad (3)$$

где $t_{\text{изм}j}$ - температура воды, измеренная анализатором, °С;

$t_{\text{э}j}$ - температура воды, измеренная эталонным термометром, °С.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений температуры должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации свободного хлора, мг/дм ³	от 0,2 до 5,0
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации свободного хлора, мг/дм ³	$\pm (0,1 \cdot C + 0,06)$
Диапазон измерений температуры, °С	от 0 до +50
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С	$\pm 0,5$
Примечание: С – измеренное значение массовой концентрации свободного хлора, мг/дм ³	

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

13.3 В случае отрицательных результатов поверки поверяемый анализатор признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка 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».

Зав. лабораторией 241 УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе разбавления СО

А.1 Для приготовления растворов с известными значениями массовой концентрации свободного хлора используют:

- стандартный образец, приведенный в таблице 2 настоящей программы испытаний: ГСО 10138-2012;

- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144;

- колбы мерные исполнения 2-2000-2 по ГОСТ 1770;

- пипетки исполнения 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-2 по ГОСТ 29227.

А.2 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 35;

- относительная влажность воздуха, %, не более 95

А.3 Стандартные образцы готовят в соответствии с инструкцией по применению, приведенной в паспорте.

А.4 Последовательность приготовления растворов с известными значениями массовой концентрацией свободного хлора.

А.4.1 В чистую, сухую мерную колбу вместимостью 2000 см³ помещают аликвотную часть исходного СО объемом (см³), вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_1 \cdot V_z \cdot 2}{A_2} \quad (\text{A.1})$$

где A_1 - аттестованное значение массовой концентрации свободного хлора в исходном СО (приведено в паспорте), мг/дм³;

A_2 - значение массовой концентрации свободного хлора, которое необходимо приготовить, мг/дм³;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки соответствующего анализатора, см³;

2 – коэффициент, учитывающий тот факт, что аттестованное значение ГСО 10138-2012 приведено на атомарный хлор.

А.4.2 Затем колбу заполняют до метки водой дистиллированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

А.4.3 Растворы на основе СО используют только в день приготовления.

А.5 Пример приготовления растворов из ГСО 10138-2012 (аттестованное значение 216,2 мг/дм³, отн. погрешность аттестованного значения ±1,5 %).

Таблица А.1. – Пример приготовления растворов из ГСО 10138-2012

№	Объем аликвоты ГСО 10138-2012, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация, мг/дм ³	Абсолютная погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	23	2000	5,0	0,086	1,7
2	10	2000	2,2	0,039	1,8
3	1	2000	0,2	0,004	1,8

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Процедура приготовления вспомогательных реагентов для проведения поверки

Б.1 Приготовление буферного раствора рН 4,5

Аликвоту объемом 102 см³ 1 М уксусной кислоты (60 г ледяной уксусной кислоты по ГОСТ 61 в 1000 см³ воды дистиллированной) и 98 см³ 1 М раствора ацетата натрия (136,1 г ацетата натрия $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ в 1000 см³ воды дистиллированной) наливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки водой дистиллированной (предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С, свободную от диоксида углерода).

Б.2 Приготовление ~25 % раствора иодида калия

Навеску иодида калия массой 25,00 г растворяют в 75 см³ воды дистиллированной.