Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
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 – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
_____ Е.П. Собина
"_5_" _12_ 2023 г.

«ГСИ. Анализаторы качества воды автоматические Люмэкс. Методика поверки»

МП 112-241-2022

Екатеринбург
2023

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 Крашенинина М.П.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в декабре 2023 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы качества воды автоматические Люмэкс (далее - анализаторы) производства ООО «ЛЮМЭКС», г. Санкт-Петербург, и ООО «ЛЮМЭКС-АвтоХимКонтроль», г. Санкт-Петербург, и устанавливает методы и средства поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148;

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены с применением поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3 в соответствии с поверочной схемой по Приказу Росстандарта от 04.07.2022 № 1622.

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом; методом косвенных измерений для массовой концентрации диоксида хлора, массовой концентрации гипохлорита натрия.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Модель	Наименование характеристики	Значение
АФА (цв)	Диапазон измерений цветности по ХКШ	от 5° до 140°
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений цветности ХКШ, %, в поддиапазонах измерений: от 5° до 50° включ. св. 50° до 140°	 ± 20 ± 10
АФА (Fe)	Диапазон измерений массовой концентрации общего железа, мг/дм^3	от 0,05 до 10
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации общего ионов железа, %, в поддиапазонах измерений: от 0,05 до 5,0 мг/дм^3 включ. св. 5,0 до 10,0 мг/дм^3	 ± 25 ± 20

Модель	Наименование характеристики	Значение
АФА (Si)	Диапазон измерений массовой концентрации ионов кремния, мкг/дм^3	от 1,0 до 1000
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов кремния, %	± 25
АФА (Mn)	Диапазон измерений массовой концентрации ионов марганца (II), мкг/дм^3	от 5 до 1000
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов марганца (II), %	± 25
АФА (Cr)	Диапазон измерений массовой концентрации ионов хрома (VI), мкг/дм^3	от 10 до 2000
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов хрома (VI), %	± 25
АФА (NO_2)	Диапазон измерений массовой концентрации нитрит-ионов, мкг/дм^3	от 30 до 8000
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации нитрит-ионов, %	± 25
АФА (P)	Диапазон измерений массовой концентрации фосфат-ионов, мг/дм^3	от 0,3 до 5
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации фосфат-ионов, %	± 25
АФА (Cl)	Диапазон измерений массовой концентрации общего хлора, мг/дм^3	от 0,1 до 10
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации общего хлора, %	± 25
	Диапазон измерений массовой концентрации свободного хлора, мг/дм^3	от 0,1 до 10
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации свободного хлора, %	± 25
АГХ-3	Диапазон измерений массовой концентрации гипохлорита натрия, г/дм^3	от 5 до 200
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации гипохлорита натрия, %, в поддиапазонах измерений: от 5 до 10 г/дм^3 включ. св. 10 до 50 г/дм^3 включ. св. 50 до 200 г/дм^3	 ± 30 ± 25 ± 20
АДХ-3	Диапазон измерений массовой концентрации диоксида хлора, г/дм^3	от 0,1 до 2
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации диоксида хлора, %, в поддиапазонах измерений: от 0,1 до 0,5 г/дм^3 включ. св. 0,5 до 2 г/дм^3	 ±30 ±25
АНАТ	Диапазон измерений массовой концентрации	

Модель	Наименование характеристики	Значение
	нитрат-ионов, мг/дм^3	от 4 до 400
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации нитрат-ионов, %, в поддиапазонах измерений: от 4 до 80 мг/дм^3 включ. св. 80 до 400 мг/дм^3	 ± 25 ± 20
АХАТ	Диапазон измерений массовой концентрации хлорид-ионов, мг/дм^3	от 1 до 100
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации хлорид-ионов, %	± 25
АФАТ	Диапазон измерений массовой концентрации фторид-ионов, мг/дм^3	от 0,1 до 10
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации фторид-ионов, %	± 25
АМА	Диапазон измерений массовой концентрации аммонийного азота, мг/дм^3	от 0,05 до 14
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации аммонийного азота, %	± 25
Флюорат-АА-2	Диапазон измерений массовой концентрации ионов алюминия, мг/дм^3	от 0,02 до 2,0
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов алюминия, %, в поддиапазонах измерений: от 0,02 до 0,2 мг/дм^3 включ. св. 0,2 до 2,0 мг/дм^3	 ± 25 ± 20
Флюорат-АЖ	Диапазон измерений общей жесткости, °Ж	от 0,0002 до 0,5
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений общей жесткости, %, в поддиапазонах измерений: от 0,0002 до 0,01 °Ж включ. св. 0,01 до 0,5 °Ж	 ± 25 ± 20
Флюорат-410	Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм^3	от 0,1 до 30
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов, %, в поддиапазонах измерений: от 0,1 до 5 мг/дм^3 включ. св. 5 до 30 мг/дм^3	 ± 30 ± 25
Флюорат-СТ	Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм^3	от 0,3 до 50
	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов, %	± 25

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

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

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ R OIML 76-1-2011 ГСИ. 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 4172-76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 11773-76 Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия

ГОСТ 4198-75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 11086-76 Гипохлорит натрия. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

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

ТУ 2642-001-33813273 Стандарт-титры. Технические условия

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1	*2*	*3*	*4*
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений: Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации общего железа, ионов кремния, марганца (II), хрома (VI), нитрит-ионов, фосфат-ионов, нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, аммонийного азота, ионов алюминия, нефтепродуктов, показателей цветности и общей жесткости	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации диоксида хлора, общего хлора, свободного хлора и гипохлорита натрия	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 поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 Поверка проводится для показателей в зависимости от представленной комплектности анализатора. На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин и/или на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С — от +20 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более — 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 20°С от до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 % с погрешностью не более 2 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 М 3-Д, рег. № 71394-18
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Диапазон измерений массовой доли веществ в пробе от 0,0001 % до 100 %, пределы допускаемой относительной погрешности при измерении массовой доли веществ в пробе ± 3 %	Титратор автоматический Exellence мод. T5, T7, T9, рег. № 65147-16
	I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью ±0,5 мг	Весы лабораторные электронные LE 225D, рег. 28158-04
	Цветность (хром-кобальтовая шкала) от 4750 до 5250 градусов цветности, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,5 % (P=0,95)	СО цветности водных растворов ГСО 8214-2000
	Массовая концентрация ионов железа от 0,95 до 1,05 мг/см^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов железа (III) ГСО 7254-96
	Массовая концентрация силикат-ионов (в пересчете на кремний) от 0,95 до 1,05 мг/см^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±2 % (P=0,95)	СО состава раствора кремния ГСО 8212-2002
	Массовая концентрация ионов марганца от 0,95 до 1,05 мг/см^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов марганца ГСО 7762-2000

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Массовая концентрация ионов хрома от 0,95 до 1,05 г/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов хрома (VI) ГСО 7834-2000
	Массовая концентрация нитрит-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава нитрит-ионов ГСО 7479-98
	Массовая концентрация фосфат-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора фосфат-ионов ГСО 7018-93
	Массовая концентрация активного хлора от 200 до 1000 мг/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±2,0 % (P=0,95)	СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012
	Массовая концентрация нитрат-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава нитрат-ионов ГСО 6696-93
	Массовая концентрация хлорид-ионов от 9,5 до 10,5 г/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора хлорид-ионов ГСО 7436-98
	Массовая концентрация фторид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава фторид-ионов ГСО 8125-2002
	Массовая концентрация ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93
	Массовая концентрация ионов алюминия от 0,95 до 1,05 г/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО состава раствора ионов алюминия ГСО 7927-2001

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Общая жесткость от 99 до 101 °Ж, границы допускаемых значений относительной погрешности ±1,0 % (P=0,95)	СО общей жесткости воды ГСО 9118-2008
	Массовая концентрация нефтепродуктов в водорастворимой матрице от 4,75 до 5,25 г/дм^3, границы допускаемых значений относительной погрешности ±0,5 % (P=0,95)	СО состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 8654-2005
	Массовая доля калия двухромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемых значения абсолютной погрешности аттестованного значения СО ±0,030 % (P=0,95)	СО состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81
	колбы мерные, цилиндры II класса точности по ГОСТ 1770 пипетки II класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144 стакан лабораторный вместимостью по ГОСТ 25336 стандарт-титр пентагидрата тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) молярная концентрация 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273 йодид калия ч.д.а. по ГОСТ 4232 кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204 дигидрофосфат калия ч.д.а. по ГОСТ 4198 хлорит натрия марка А или Б гидрофосфат натрия ч.д.а. по ГОСТ 11773 гидрофосфат натрия двенадцативодный ч.д.а. по ГОСТ 4172	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены (сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений), стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в паспорте;
- 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, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью измерителя влажности и температуры в соответствии с таблицей 3.

Включить анализатор. При включении прибор сразу запускает процедуру измерения. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Наименование и номер версии ПО отображаются на внутреннем дисплее при включении анализатора.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные ПО	Значение
Идентификационное наименование ПО	LUMEX-Auto
Номер версии ПО, не ниже	V.100.1

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации общего железа, ионов кремния, марганца (II), хрома (VI), нитрит-ионов, фосфат-ионов, нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, аммонийного азота, ионов алюминия, нефтепродуктов, показателей цветности и общей жесткости

11.1.1 Проверку диапазонов измерений и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) провести с использованием:

- СО состава раствора ионов железа (III) ГСО 7254-96;
- СО состава раствора кремния ГСО 8212-2002;
- СО состава раствора ионов марганца ГСО 7762-2000;
- СО состава раствора ионов хрома (VI) ГСО 7834-2000;
- СО состава нитрит-ионов ГСО 7479-98;
- СО состава раствора фосфат-иона ГСО 7018-93;
- СО состава нитрат-ионов ГСО 6696-93;
- СО состава раствора хлорид-ионов ГСО 7436-98;
- СО состава фторид ионов ГСО 8125-2002;
- СО состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93;
- СО состава раствора ионов алюминия ГСО 7927-2001;
- СО состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 8654-2005;
- СО цветности водных растворов ГСО 8214-2000;
- СО общей жесткости воды ГСО 9118-2008.

11.1.2 Для каждого компонента и проверяемого диапазона измерений приготовить не менее двух контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации компонента (показателя), соответствующими началу и концу диапазона (при наличии поддиапазонов измерений необходимо обеспечить по одной точке в каждом поддиапазоне измерений). Метод последовательного разбавления из ГСО приведен в Приложении А.

11.1.3 Провести не менее трех измерений массовой концентрации компонента (показателя) в каждом контрольном растворе.

11.2 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации диоксида хлора, общего хлора, свободного хлора и гипохлорита натрия

11.2.1 Проверку диапазонов измерений и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации диоксида хлора провести с использованием контрольных растворов, приготовленных из промышленного диоксида хлора по ТУ 2123-008-79119572-2020. Процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора приведена в приложении Б.

11.2.2 Проверку диапазонов измерений и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации хлора общего и хлора свободного провести с использованием СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012. Процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего хлора и свободного хлора приведена в приложении В.

11.2.3 Проверку диапазонов измерений и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации гипохлорита натрия провести с использованием контрольных растворов, приготовленных из гипохлорита натрия, марка А или Б по ГОСТ 11086. Процедура приготовления контрольных растворов с известным значением массовой концентрации гипохлорита натрия приведена в приложении Г.

11.2.4 Приготовить контрольные растворы с известными значениями массовой концентрации диоксида хлора, общего хлора, свободного хлора и гипохлорита натрия, обеспечивая не менее двух точек, соответствующих началу и концу диапазона измерений.

Провести не менее трех измерений массовой концентрации диоксида хлора, общего хлора, свободного хлора и гипохлорита натрия в каждом контрольном растворе.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1, рассчитать относительную погрешность измерений массовой концентрации компонента общего железа, ионов кремния, марганца (II), хрома (VI), нитрит-ионов, фосфат-ионов, нитрат-ионов, хлорид-ионов, фторид-ионов, аммонийного азота, ионов алюминия, нефтепродуктов, показателей цветности и общей жесткости по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{C_{ij} - C_{изм}}{C_{изм}}, \qquad (1)$$

где C_{ij} - j-ое измеренное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i-ом контрольном растворе, мг/дм^3 (г/дм^3, мкг/дм^3, …°, °Ж);

$C_{изп}$ - расчетное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в *i*-ом контрольном растворе, мг/дм^3 (г/дм^3, мкг/дм^3, …°, °Ж).

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.2 По результатам измерений, полученным по п. 11.2, для каждого раствора рассчитать относительную погрешность измерений массовой концентрации диоксида хлора, общего хлора, свободного хлора и гипохлорита натрия по формуле аналогичной (1).

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой концентрации диоксида хлора, общего хлора, свободного хлора и гипохлорита натрия должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представляющего средства измерений на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки и о составе СИ.

С.н.с. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» М.П. Крашенинина

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Процедура приготовления растворов на основе метода последовательного разбавления ГСО

А.1 Приготовить ГСО в соответствии с его инструкцией по применению.

А.2 Перечень рекомендуемых средств измерений, применяемых для приготовления контрольных растворов на основе ГСО приведен в таблице А.1.

Таблица А.1 - Перечень рекомендуемых средств измерений и посуды, применяемых для приготовления контрольных растворов на основе ГСО

Перечень рекомендуемых средств измерений и посуды	Метрологические требования
Весы I (специального) класса точности	ГОСТ OIML R 76-1
Пипетки с одной меткой 2-го класса точности, вместимостью 10, 20, 25, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 29169
Колбы мерные вместимостью 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 $см^3$	ГОСТ 1770
Колбы мерные вместимостью 5000 $см^3$	ГОСТ 25336
Вода дистиллированная	ГОСТ Р 58144
Пипетки градуированные 2-го класса точности 1, 2, 5, 10, 25 $см^3$	ГОСТ 29227
Стакан лабораторный вместимостью 250, 600, 5000 $см^3$	ГОСТ 25336
Примечание - Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.	

А.2.1 Для приготовления растворов массовой концентрации аммонийного азота использовать коэффициент пересчета аттестованного значения ГСО в соответствии с таблицей А.2

Таблица А.2 – Коэффициент для перевода концентрации

Указанная химическая форма СО	Требуемая химическая форма показаний прибора	Умножить на
Массовая концентрация ионов аммония	Массовая концентрация аммонийного азота	0,77

А.3 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления ГСО с известными значениями массовой концентрации компонентов.

Растворы готовятся путем последовательного разбавления стандартного образца.

А.3.1 В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть исходного ГСО объемом, вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_i \cdot V_z}{A_1}, \qquad (A.1)$$

где A_1 - значение массовой концентрации компонента в исходном ГСО (приведено в паспорте), мг/$дм^3$;

A_i - значение концентрации, которое необходимо приготовить, мг/$дм^3$;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, $дм^3$.

А.3.2 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать.

А.3.3 Абсолютную погрешность массовой концентрации приготовленных растворов (P=0,95) рассчитать по формуле

$$\Delta A_i = A_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta A}{100}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_z}{V_z}\right)^2}, \qquad (A.2)$$

где δA - относительная погрешность массовой концентрации компонента в исходном ГСО (приведено в паспорте), %;

$\Delta V, \Delta V_2$ - пределы допускаемой погрешности используемой мерной посуды, дм^3.

А.3.4 Растворы на основе разбавления ГСО применяют для поверки анализатора только в день приготовления.

А.4 Объем растворов, необходимый для проведения измерений для каждой модели анализаторов указан в таблице А.3.

Таблица А.3 – Объём растворов, необходимый для проведения измерений для каждой модели анализаторов

Модель	Объем раствора, см^3
АФА (цв)	500
АФА (Fe)	
АФА (Si)	
АФА (Mn)	
АФА (Cr)	
АФА (NO_2)	
АФА (P)	
АФА (Cl)	
АГХ-3	
АДХ-3	
АНАТ	
АХАТ	
АФАТ	
АМА	
Флюорат-АА-2	
Флюорат-АЖ	
Флюорат-410	
Флюорат-СТ	4000
Примечание – Раствор готовят в мерной колбе вместимостью 2000 см^3. Растворы готовят дважды, затем сливают в мерный стакан вместимостью 5000 см^3.	

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Методика приготовления и измерения массовой концентрации диоксида хлора

Б.1 Приготовление контрольных растворов с известным значением массовой концентрации диоксида хлора.

Б.1.1 Контрольные растворы с известным значением массовой концентрации диоксида хлора готовят из промышленного диоксида хлора по ТУ 2123-008-79119572-2020, массовая концентрация которого составляет ~4 г/дм^3.

Предварительно устанавливают массовую концентрацию раствора диоксида хлора по ТУ 2123-008-79119572-2020 в соответствии с методикой по п. Б.2. Для этого разбавляют промышленный диоксид хлора по ТУ 2123-008-79119572-2020 в 20 раз. Проводят измерения в соответствии с п. Б.2. Рассчитывают массовую концентрацию диоксида хлора по формуле Б.2 и затем умножают на коэффициент разбавления 20.

Б.1.2 В чистую сухую мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают аликвотную часть раствора диоксида хлора по ТУ 2123-008-79119572-2020 объемом (см^3), вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_i \cdot V_z}{A_1}, \qquad (Б.1)$$

где A_1 - значение массовой концентрации раствора диоксида хлора по ТУ 2123-008-79119572-2020, установленное в соответствии с методикой Б.2, мг/дм^3;

A_i - значение массовой концентрации диоксида хлора, которое необходимо приготовить, мг/дм^3;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, см^3.

Б.1.3 Затем колбу заполняют до метки водой дистиллированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Б.1.4 Растворы на основе исходного раствора используют только в день приготовления.

Б.2 Методика измерений массовой концентрации диоксида хлора в исходном растворе методом йодометрического титрования

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью ±0,5 мг (рег.номер в ФИФ 28158-04);
- титратор автоматический Т5, Т7, Т9, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ±3 % (рег.номер в ФИФ 65147-16) или бюретка 2-го класса точности вместимостью 2, 10 и 25 см^3 по ГОСТ 29251;
- пипетки градуированные ГОСТ 29227;
- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;
- цилиндры вместимостью 25 см^3, 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- стандартный образец состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 (массовая доля калия двухромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, абсолютная погрешность ± 0,030 %);
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;
- йодид калия, ч.д.а. по ГОСТ 4232;
- калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 4198;
- натрий фосфорнокислый двузамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 11773 или натрий фосфорнокислый двузамещенный двенадцативодный, ч.д.а. по ГОСТ 4172;
- соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б, ЭДТА), х.ч. по ГОСТ 10652;
- тиосульфат натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Приготовление фосфатного буфера

Растворяют 24,0 г натрия фосфорнокислого двузамещенного безводного (Na_2HPO_4) или 60,5 г двенадцативодного натрия фосфорнокислого двузамещенного ($Na_2HPO_4 \cdot 12\ H_2O$) и 46 г калия фосфорнокислого однозамещённого KH_2PO_4 в 500 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 100 см^3 дистиллированной воды, содержащей 800 мг ЭДТА. Доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм^3 в мерной колбе.

Порядок выполнения измерений

Определение молярной концентрации раствора тиосульфата натрия проводят по стандартному образцу бихромата калия (ГСО 2215-81) в соответствии с ГОСТ 25794.2 в день проведения измерений.

В колбу для титрования вместимостью 250 см^3 помещают 2 г йодида калия. Приливают 10 см^3 фосфатного буферного раствора и 50 см^3 раствора диоксида хлора по Б.1.1 (разбавленного в 20 раз). Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой). Допускается титрование из бюретки с визуальным наблюдением точки конца титрования.

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию диоксида хлора (A, мг/дм^3) вычисляют по формуле

$$A = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot M_{ClO_2} \cdot 1000}{V_{ClO_2}}, \qquad (Б.2)$$

где $C_{Na_2S_2O_3}$ – молярная концентрация тиосульфата натрия, моль/дм^3;

$V_{Na_2S_2O_3}$ – объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см^3;

M_{ClO_2} – молярная масса диоксида хлора, г/моль, $M_{ClO_2} = 67,45$ г/моль;

V_{ClO_2} – объем аликвоты диоксида хлора, см^3.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более ±3 %.

Б.2.1 Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза и обеспечивающих прослеживаемость до единиц СИ.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов с известными значениями массовых концентраций общего хлора и свободного хлора

В.1 Приготовление контрольных растворов свободного хлора, общего хлора

В.1.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией свободного / общего хлора 214,5 мг/дм^3

Раствор готовят путем растворения 1,5 г ГСО 10138-2012 в дистиллированной воде в мерной колбе объемом 1 дм^3 в соответствии с инструкцией, приведенной в паспорте на ГСО 10138-2012.

В.1.2 Приготовление растворов с известным значением массовой концентрации свободного / общего хлора

В чистую сухую мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают аликвотную часть раствора В.1.1, вычисляемую по формуле

$$V = \frac{A_1 \cdot V_2}{A_1}, \qquad (B.1)$$

где A_1 - значение массовой концентрации свободного / общего хлора в исходном растворе (по п. В.1), мг/дм^3;

A_i - значение массовой концентрации свободного / общего хлора, которое необходимо приготовить, мг/дм^3;

V_2 - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, см^3.

В.1.3 Затем колбу заполняют до метки водой дистиллированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

В.1.4 Растворы на основе ГСО 10138-2012 используют сразу после приготовления.

В.1.5 Абсолютную погрешность массовой концентрации компонента приготовленных растворов (Р=0,95) рассчитать по формуле (А.2)

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(обязательное)

Методика приготовления и измерения массовых концентраций гипохлорита натрия

Г.1 Приготовление контрольных растворов с известным значением массовой концентрации гипохлорита натрия

Г.1.1 Контрольные растворы с известным значением массовой концентрации гипохлорита натрия готовят из гипохлорита натрия марки А или Б по ГОСТ 11086 и средств измерений по таблице А.1.

Массовая концентрация гипохлорита натрия марки А или Б по ГОСТ 11086 составляет примерно от 170 до 190 г/дм^3.

Предварительно устанавливают массовую концентрацию раствора гипохлорита натрия по ГОСТ 11086 в соответствии с методикой по п. Г.2. Для этого разбавляют раствор гипохлорита натрия по ГОСТ 11086 в 100 раз. Проводят измерения в соответствии с п. Г.2. Рассчитывают массовую концентрацию гипохлорита натрия по ГОСТ 11086 по формуле Г.2. и затем умножают на коэффициент разбавления 100.

Г.1.2 В чистую сухую мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают аликвотную часть раствора гипохлорита натрия по ГОСТ 11086 объемом (см^3), вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_1 \cdot V_z}{A_l}, \qquad (Г.1)$$

где A_1 - значение массовой концентрации гипохлорита натрия в растворе гипохлорита натрия по ГОСТ 11086 (по п. Г.2), мг/дм^3;

A_l - значение массовой концентрации гипохлорита натрия, которое необходимо приготовить, мг/дм^3;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, см^3.

Г.1.3 Затем колбу заполняют до метки водой дистиллированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Г.1.4 Растворы, приготовленные из раствора гипохлорита натрия по ГОСТ 11086, используют только в день приготовления.

Г.2 Методика измерений массовой концентрации гипохлорита натрия методом йодометрического титрования

Средства измерения, реактивы:

- весы лабораторные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью ± 0,5 мг (рег. номер в ФИФ 28158-04);
- титратор автоматический Т5, Т7, Т9, диапазон измерений массовой доли веществ в пробе в режиме титрования с точкой эквивалентности или до заданного потенциала от 0,0001 до 100 %, отн. погрешность ± 3 % (рег. номер в ФИФ 65147-16) или бюретка 2-го класса точности вместимостью 2, 10, 25 см^3 по ГОСТ 29251;
- пипетки градуированные ГОСТ 29227;
- пипетки с одной меткой ГОСТ 29169;
- цилиндры вместимостью 25 см^3, 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- стандартный образец состава калия двухромовокислого (бихромата калия) 1-го разряда ГСО 2215-81 (массовая доля калия двухромовокислого (бихромата калия) от 99,950 % до 100,000 %, абсолютная погрешность ± 0,030 %);
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;
- йодид калия, ч.д.а. по ГОСТ 4232;
- калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 4198;

- натрий фосфорнокислый двузамещенный, ч.д.а. по ГОСТ 11773 или натрий фосфорнокислый двузамещенный двенадцативодный, ч.д.а. по ГОСТ 4172;

- соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б, ЭДТА), х.ч. по ГОСТ 10652;

- тиосульфат натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, приготовленный по ГОСТ 25794.2.

Приготовление фосфатного буфера

Растворяют 24,0 г натрия фосфорнокислого двузамещенного безводного (Na_2HPO_4) или 60,5 г двенадцативодного натрия фосфорнокислого двузамещенного ($Na_2HPO_4 \cdot 12\ H_2O$) и 46 г калия фосфорнокислого однозамещённого KH_2PO_4 в 500 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 100 см^3 дистиллированной воды, содержащей 800 мг ЭДТА. Доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм^3 в мерной колбе.

Порядок выполнения измерений

Определение молярной концентрации раствора тиосульфата натрия проводят по стандартному образцу бихромата калия (ГСО 2215-81) в соответствии с ГОСТ 25794.2 в день проведения измерений.

В колбу для титрования вместимостью 250 см^3 помещают 2 г йодида калия. Приливают 10 см^3 фосфатного буферного раствора и 20 см^3 раствора гипохлорита натрия по Г.1.1. (разбавленный в 100 раз). Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3, используя метод потенциометрического титрования с автоматическим определением конечной точки титрования (по максимуму на дифференциальной кривой).

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию гипохлорита натрия (A, мг/дм^3) вычисляют по формуле

$$A = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot M_{NaClO} \cdot 1000}{V_{NaClO}}, \qquad (Г.2)$$

где $C_{Na_2S_2O_3}$ – молярная концентрация тиосульфата натрия, моль/дм^3;

$V_{Na_2S_2O_3}$ – объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см^3;

M_{NaClO} – молярная масса гипохлорита,(74,4443 г/моль) г/моль;

V_{NaClO} – объем аликвоты гипохлорита натрия, см^3.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Относительная погрешность измерений составляет не более ± 3 %.

Допускается применение других методик измерений, аттестованных в установленном порядке, обеспечивающих запас по точности в полтора – два раза.