

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора по производственной метрологии ФГУП «ВНИИМС»

Н.В. Иванникова

16 мая 2017 г.

Анализатор жесткости воды «СОЖ-121»

Методика поверки

МП 205-05-2017

г. Москва
2017 г.

Настоящая инструкция распространяется на анализаторы жесткости воды «СОЖ-121, изготавливаемые предприятием ООО «НПП «ТЕХНОПРИБОР», Россия, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование операции | Номер пункта методики | Обязательное проведение операции | |
|---|-----------------------|---|----------------|
| | | при выпуске из производства и после ремонта | в эксплуатации |
| Внешний осмотр | 5.1 | Да | Да |
| Опробование | 5.2 | Да | Да |
| Подтверждение соответствия программного обеспечения | 5.3 | Да | Да |
| Определение метрологических характеристик | 5.4 | Да | Да |

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки выполняют

– правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок, ГОСТ Р 12.1.019-2009,

– правила пожарной безопасности, ГОСТ 12.1.004-91,

– правила работы с химическими реактивами, ГОСТ 12.1.007-76,

– требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации поверяемого анализатора.

2.2 Прибор должен быть надежно заземлен.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- ГСО 7680-99 общей жесткости воды, аттестованное значение 100 ° Ж, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0\%$ при $P=0,95$;

- весы аналитические, специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,0005$ г по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

- колбы мерные 2-500-2, 2-300-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2, 2-10-2 по ГОСТ 1770-74;

- мензурки 50, 100, ГОСТ 1770-74;

- цилиндры 1-50-1, 1-100-1, 1-250-1, ГОСТ 1770-74;

- пипетки 1-2-50, 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-1, ГОСТ 29169-91;

- стакан лабораторный Н-1-50 14, ГОСТ 25336-82;

- стаканчик для взвешивания СН-60/14, ГОСТ 25336-82.

- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

3.2 Допускается применение других средств поверки, технические и метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей методике.

При прекращении действия нормативных документов, использованных в тексте методики, новые нормативные документы, взамен отмененных, автоматически вводятся в действие в данной методике.

Все средства измерений должны быть поверены и иметь действующие свидетельства или отметки о поверке.

3.3 При периодической поверке анализаторов жесткости воды «СОЖ-121», имеющих несколько диапазонов измерений, допускается, на основании письменного заявления владельца анализаторов, проводить поверку в тех измерительных диапазонах, в которых анализатор эксплуатируется.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

| | |
|---|-----------------------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 5 |
| - значение относительной влажности, %, не более | 80 |
| - диапазон атмосферного давления, кПа | от 84 до 106,7 |
| - питание от сети переменного тока | |
| - напряжением, В | 220 ⁺²² ₋₃₃ |
| - частотой, Гц | (50±1) |

4.2 Перед проведением поверки прибор выдерживают в лабораторном помещении не менее 8 ч. Анализатор подготавливают к работе согласно Руководству по эксплуатации.

4.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы в воде в соответствии с приложением 1 к настоящей инструкции.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления;
- четкость всех надписей на кнопках управления;
- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;
- наличие на приборе обозначения и заводского номера и соответствие маркировки прибора технической документации.

Анализатор считают выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п.5.1.

5.2 Опробование

Опробование проводят в соответствии с разделом 3 РЭ.

В автоматическом режиме после включения питания определяют техническое состояние анализатора. Анализатор считается прошедшим опробование, если будут выполнены все внутренние тесты и на дисплее появится окно с главным меню программы управления.

После включения анализатор переходит в режим автоматического запуска и измерений общей жесткости (ОЖ) воды, контрольного раствора или пробы в зависимости от выбранного пробоотборника. Принудительная остановка автоматических измерений приводит при следующем включении анализатора к переходу в режим профилактики дозатора, неиспользованный титрант сливается через измерительную ячейку и дозирующее устройство заполняется новым титрантом, после чего анализатор автоматически переходит в режим ожидания.

При исправном состоянии анализатора в режиме «Просмотр технического состояния» на экране высвечивается надпись «Техсостояние в норме».

5.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят визуально при включении системы. В процессе автотестирования, после перехода в режим «Просмотр результатов» в окне «Вывод версии и даты компиляции» на индикаторе отображается наименование и номер версии ПО.

Результат проверки считают положительным, если идентификационное наименование и номер версии соответствует указанному в таблице 2 или содержит более поздние дату и номер версии.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|-------------------------------|
| Идентификационное наименование ПО | Sozh121_v25.a90 |
| Номер версии (идентификационный номер ПО) | СОЖ 121 версия 25 Feb 20 2017 |
| Цифровой идентификатор ПО | 0x5661 |

5.4 Определение метрологических характеристик

5.4.1 Определение метрологических характеристик анализатора проводят при измерении массовой концентрации кальция и магния (общей жесткости) в контрольных растворах и сравнением результатов измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех контрольных растворов и/или ГСО, содержание определяемого компонента в которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.4.2 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Устанавливают параметры измерений:

- значения параметров L и Ж для контрольного раствора, соответствующего середине поддиапазона измерений, заданного выбранным номером титранта L=25,0. Ж=25 для титранта №50, Ж=50 для титранта №100 и т.д.;

- частота измерений в сутки или внешний запуск;

- предельное значение ОЖ, при котором выдается сигнал о превышении во внешнюю линию;

- возможное количество измерений с оставшимся объемом титранта.

ПРИМЕЧАНИЕ: во избежание получения недостоверных результатов измерений ОЖ воды, не рекомендуется изменять параметры заводской настройки, относящиеся к работе алгоритма вычисления ОЖ воды. Значения данных параметров подбирают индивидуально для каждого анализатора в процессе градуировки.

5.4.3 Определение приведенной и относительной погрешности измерений

5.4.3.1 Значения приведенной и относительной погрешности измерений определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с Приложением 1 к настоящей инструкции.

Анализ контрольных растворов проводят в соответствии с Руководством по эксплуатации. Результат каждого измерения обрабатывают.

5.4.3.2 Значение относительной погрешности измерений в каждой i -той точке определяют по формуле

$$\delta_i = \frac{|C_o - C_i|}{C_o} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где C_i – измеренное значение массовой концентрации кальция и магния (общей жесткости) в i -той точке диапазона измерений, мкг-экв/дм³;

C_o – действительное значение массовой концентрации кальция и магния (общей жесткости) в контрольном растворе (Приложение 1), мкг-экв/дм³.

Значение приведенной погрешности измерений общей жесткости определяют по формуле

$$\delta_{пр} = \frac{|C_o - C_i|}{(C_v - C_n)} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где C_v, C_n – значения верхней и нижней границы диапазона измерений, мкг-экв/дм³.

Полученные значения относительной и приведенной погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|---|-------------------------|
| Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³) | от 5 до 50 |
| Пределы допускаемой приведенной погрешности, % в диапазоне от 5 до 50 мкг-экв/дм ³ | ±10 |
| Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³): | от 10 до 100 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах: | |
| от 10 до 50 мкг-экв/дм ³ | ± 10 |
| св. 50 до 100 мкг-экв/дм ³ | ± 5 |
| Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³): | от 20 до 200 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах: | |
| от 20 до 100 мкг-экв/дм ³ | ± 10 |
| св. 100 до 200 мкг-экв/дм ³ | ± 5 |
| Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³): | от 50 до 500 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах: | |
| от 50 до 250 мкг-экв/дм ³ | ±10 |

| Наименование характеристики | Значение характеристики |
|--|-------------------------|
| св. 250 до 500 мкг-экв/дм ³ | ±5 |
| Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³) | от 100 до 1000 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах: | |
| от 100 до 500 мкг-экв/дм ³ | ±10 |
| св. 500 до 1000 мкг-экв/дм ³ | ±5 |
| Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость) мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³): | от 200 до 2000 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах: | |
| от 200 до 1000 мкг-экв/дм ³ | ±10 |
| св. 1000 до 2000 мкг-экв/дм ³ | ±5 |
| Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³) | от 500 до 5000 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах: | |
| от 500 до 2500 мкг-экв/дм ³ | ±10 |
| св. 2500 до 5000 мкг-экв/дм ³ | ±5 |
| Диапазон измерений массовой концентрации кальция и магния (общая жесткость), мкг-экв/дм ³ (мкмоль/дм ³) | от 1000 до 10000 |
| Пределы допускаемой относительной погрешности, % в диапазонах: | |
| от 1000 до 5000 мкг-экв/дм ³ | ±10 |
| св. 5000 до 10000 мкг-экв/дм ³ | ±5 |
| Примечание – 1000 мкг-экв/дм ³ = 1 мг-экв/дм ³ = 1 ° Жесткости | |

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол (Приложение 2).

6.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

6.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП «ВНИИМС», к.х.н.



О.Л. Рутенберг

Приложение 1

**Методика приготовления контрольных растворов
кальция и магния (общей жесткости)**

1 Для приготовления контрольных растворов кальция и магния (общей жесткости) применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- ГСО 7680-99 общей жесткости воды, аттестованное значение 100 ° Ж, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0$ % при $P=0,95$.

- весы аналитические, специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,0005$ г по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

- колбы мерные 2-500-2, 2-300-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2, 2-10-2 по ГОСТ 1770-74;

- мензурки 50, 100, ГОСТ 1770-74;

- цилиндры 1-50-1, 1-100-1, 1-250-1, ГОСТ 1770-74;

- пипетки 1-2-50, 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-1, ГОСТ 29169-91;

- стакан лабораторный Н-1-50 14, ГОСТ 25336-82;

- стаканчик для взвешивания СН-60/14, ГОСТ 25336-82.

2 Общие указания

2.1 Для приготовления растворов используют дистиллированную воду. Технические требования к воде дистиллированной приведены в таблице 1-1.

Таблица 1-1

| Наименование показателя | Норма, мг/дм ³ , не более | Эквивалент нормы по азоту, мг/дм ³ , не более |
|--|---|---|
| Массовая концентрация аммонийных солей (NH ₄) | 0,02 | 0,016 |
| Массовая концентрация нитратов (NO ₃) | 0,2 | 0,045 |
| Массовая концентрация общего углерода | Не нормируется | - |
| Массовая концентрация веществ, окисляемых KmnO ₄ (перманганатная окисляемость) | 0,08 | - |
| Массовая концентрация веществ, окисляемых K ₂ Cr ₂ O ₇ (бихроматная окисляемость) | Не нормируется | - |

2.2 Перед приготовлением контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить раствор, не менее 2 часов, посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, тщательно ополаскивают очищенной водой и высушивают.

2.3 Температура окружающего воздуха при приготовлении контрольных растворов (20 \pm 5) °С.

3 Приготовление контрольных растворов

3.1 Контрольные растворы для определения диапазона измерений и значения относительной погрешности измерений массовой концентрации кальция и магния (общей жесткости) готовят в соответствии с таблицей 1-2.

Таблица 1-2

| Индекс контрольного раствора | Массовая концентрация кальция и магния (общей жесткости), мкг-экв/дм ³ (или мкмоль/дм ³) | Исходный раствор | объем исходного раствора, см ³ | Объем готового раствора, см ³ |
|------------------------------|---|------------------|---|--|
| 1 | 8000 | ГСО 7680-99 | 80 | 1000 |
| 2 | 4000 | ГСО 7680-99 | 40 | 1000 |
| 3 | 5000 | Раствор 1 + ГСО | 125+ 40 | 1000 |
| 4 | 2500 | Раствор 2 | 625 | 1000 |
| 5 | 2000 | Раствор 1 | 250 | 1000 |
| 6 | 1600 | Раствор 1 | 200 | 1000 |
| 7 | 1000 | Раствор 1 | 125 | 1000 |
| 8 | 800 | Раствор 1 | 100 | 1000 |
| 9 | 500 | Раствор 2 | 125 | 1000 |
| 10 | 400 | Раствор 1 | 50 | 1000 |
| 11 | 250 | Раствор 2 | 62,5 | 1000 |
| 12 | 200 | Раствор 1 | 25 | 1000 |
| 13 | 160 | Раствор 1 | 20 | 1000 |
| 14 | 100 | Раствор 2 | 25 | 1000 |
| 15 | 80 | Раствор 1 | 10 | 1000 |
| 16 | 50 | Раствор 2 | 12,5 | 1000 |
| 17 | 40 | Раствор 1 | 5 | 1000 |
| 18 | 25 | Раствор 2 | 6,25 | 1000 |
| 19 | 20 | Раствор 1 | 2,5 | 1000 |
| 20 | 10 | Раствор 2 | 2,5 | 1000 |

3.2 Приготовление контрольных растворов методом разбавления

Отбирают с помощью пипетки соответствующей вместимости указанный объем исходного раствора, переносят в мерную колбу, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор тщательно перемешивают.

3.3 Приготовленные растворы переносят во флакон из темного стекла с герметичной крышкой. Срок хранения в герметичном флаконе в темном прохладном месте 3 дня.

3.4 Границы относительной погрешности приготовленного контрольного раствора рассчитывают по формуле (1.1)

$$\delta_c = 1,1 \cdot \sqrt{\left(\left(\frac{\Delta c_a}{c_a}\right)^2 + \left(\frac{\Delta v}{v}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2\right)} \cdot 100\%, \quad (1.1)$$

где Δc_a – погрешность аттестованного значения СО жесткости, мкг-экв/дм³ (мкмоль/дм³);
 c_a – аттестованное значение СО жесткости, мкг-экв/дм³ (мкмоль/дм³);
 Δv – погрешность мерной пипетки, см³;

v – вместимость мерной пипетки, см^3 ;
 ΔV – погрешность мерной колбы, см^3 ;
 V – вместимость мерной колбы, см^3 .

Относительная погрешность массовой концентрации растворов не превышает $\pm 1,5\%$.

3.8 Контрольные растворы используют в день приготовления.

Приложение 2
(рекомендуемое)

Протокол поверки

1 Наименование: _____

Зав. номер _____

Тип _____

Год выпуска _____

2 Производитель: _____

3 Принадлежит _____ ИНН _____

4 Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- атмосферное давление, кПа _____

- относительная влажность, % _____

5 Средства измерений, применяемые при поверке:

Таблица 1

| Наименование СИ | Тип СИ | Заводской № | Диапазон измерений | Класс, разряд, погрешность | Дата очередной поверки |
|-----------------|--------|-------------|--------------------|----------------------------|------------------------|
| | | | | | |
| | | | | | |

6 Наименование документа, в соответствии с которым проводится поверка: _____

7 Операции поверки:

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

7.2 Опробование

Подтверждение соответствия программного обеспечения

7.3 Определение метрологических характеристик.

Результат определения относительной (приведенной) погрешности анализатора записывается в таблицу 2.

Таблица 2

| Номер и наименование контрольного раствора или ГСО | Действительное (аттестованное) значение, мкг-экв/дм ³ | Результат измерений, мкг-экв/дм ³ | Относительная (приведенная) погрешность, % | Предел допускаемой относительной (приведенной) погрешности, % |
|--|--|--|--|---|
| 1 | | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |

Относительная (приведенная) погрешность измерений не превышает _____%.

Вывод: _____

Подпись поверителя _____

Дата _____