

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по
производственной метрологии
ФГУП «ВНИИМС»



Н.В. Иванникова
Н.В. Иванникова

"25" декабря 2017 г.

Анализаторы жидкости LEI-5000

Методика поверки

МП 205-26-2017

г. Москва
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости LEI-5000, изготовленные фирмой Rocker Scientific Co., Ltd., Тайвань, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Обязательное проведение операции при проведении поверки	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Опробование	7.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик	7.3	Да	Да

1.2 При первичной поверке проверку метрологических характеристик выполняют для всех диапазонов измерений. При периодической поверке анализаторов допускается, на основании письменного заявления владельца СИ, проведение поверки только в рабочем диапазоне в соответствии с назначением анализатора (с указанием в свидетельстве о поверке диапазона, в котором поверен анализатор).

1.3 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

1.4 При проведении периодической поверки анализаторов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, допускается проводить поверку (проверку показателей точности результатов измерений) в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на методику измерений.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки

- ГСО № 7425-97 - стандартный образец бихроматной окисляемости воды, массовая концентрация химически потребляемого кислорода (ХПК) от 9500 до 10500 мг/дм³, границы допускаемого значения относительной погрешности $\pm 1,5$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.
- Колбы мерные 2-100-2, 2-50-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-25 по ГОСТ 29227-91
- Термогигрометр (прибор комбинированный) TESTO мод. 608-H1 (рег. № 53505-13), диап. изм. влажности от 15 до 85 %. Абс. погрешн. ± 3 %. Диап. изм. температуры от минус 0 °С до 50 °С, абс погрешн. $\pm 0,5$ °С.
- Барометр-анероид метеорологический БАММ-1 (рег. № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 106 кПа, абс. погрешность измерений ± 200 Па, ТУ 25-04-1513-79.
- Термометр лабораторный ТЛ-4 (рег. № 303-61), диапазон измерений от плюс 100 до плюс 155 °С, цена деления 0,1 °С, ТУ 25-2021.003-88 (для контроля температуры в термостате).
- Термостат лабораторный сухой с гнездами для круглых кювет диаметром 16 мм, обеспечивающий поддержание температуры 150 ± 1 °С,
- Вода для лабораторного анализа чистоты не ниже 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование дистиллированной воды по ГОСТ 6709-92, с содержанием веществ, восстанавливающих KMnO_4 [O], не более 0,08 мг/дм³ (анализ по ГОСТ 52501, п. 6.2), либо поглощение при длине волны 254 нм в кювете 1 см не более 0,01 единиц оптической плотности.
- Комплект реагентов (тест-наборы) LEI-5160, LEI-5180 и/или LEI-5100.

2.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При выполнении поверки соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.019 и пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
– атмосферное давление, кПа	101,3 ± 4
– относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80
– напряжение питающей сети переменного тока, В	220 ± 4,4
– частота питающей сети, Гц	50 ± 0,5

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1 Проведение поверочных работ, включая обработку результатов, проводит специалист, имеющий высшее образование, прошедший специальное обучение, инструктаж по технике безопасности и имеющий квалификацию государственного поверителя.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Перед проведением поверки проводят подготовительные работы в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора и технической документации на тест-системы (комплект реагентов).

6.2 Приготавливают контрольные растворы (таблица 2) в соответствии с методикой, приведенной в приложении 1. Погрешность действительного значения концентрации ХПК в контрольных растворах не должна превышать ½ пределов допускаемой погрешности измерений анализатора в соответствующем поддиапазоне по НД (таблица 3).

Таблица 2

Диапазон измерений ХПК, мг/дм ³	Реагент	Поддиапазон измерений ХПК, мг/дм ³	Обозначение контрольного раствора (по Приложению 1)	Номинальное значение концентрации ХПК в контрольном растворе, мг/дм ³
От 10 до 160	LEI 5160	От 8 до 40 включ.	К6	10
			К7	40
		Св. 40 до 160 включ.	К1	100
			К2	150
От 80 до 1000	LEI 5180, LEI 5100	От 80 до 160 включ.	К1	100
			К2	150
		Св. 160 до 1000 включ.	К3	200
			К4	500
			К5	900

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

Внешний осмотр производят в соответствии с нормативной документацией на анализатор.

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- соответствие исполнения, комплектации и маркировки поверяемого анализатора,
- отсутствие механических повреждений корпуса прибора, дефектов его окраски, нечеткости надписи на лицевой панели, неисправностей соединительных элементов, влияющих на нормальную работу анализатора.

7.2 Опробование

7.2.1 Включают анализатор в соответствии с п. 5.1 РЭ. Должны отсутствовать сообщения об ошибках и отказах.

7.2.2 Проверяют номер версии установленного ПО, переходя в главное меню, и выбирая п. «F/W Ver.». Номер версии должен соответствовать описанию типа - «не ниже 1.02»

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение метрологических характеристик проводят с применением контрольных растворов, приготовленных методом разбавления из ГСО, по 6.2.

Проверку относительной погрешности измерений ХПК выполняют, проводя измерения контрольных растворов в соответствии с РЭ путем сравнения показаний прибора и действительного значения ХПК.

7.3.2 Выполнение измерений

7.3.2.1 Для каждого контрольного раствора берут по две кюветы из комплекта с готовым реагентом (LEI-5160, LEI-5180 или LEI-5100), соответствующим диапазону измерений (таблица 3)

Таблица 3

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений химического потребления кислорода (ХПК) мг/дм ³ : - с применением реагентов LEI 5160 - с применением реагентов LEI 5180, LEI 5100	От 8 до 160 От 80 до 1000
Пределы допускаемой относительной погрешности, % в поддиапазоне измерений ХПК: - от 8 до 40 мг/дм ³ включ.(LEI 5160) - от 80 до 160 мг/дм ³ включ.(LEI 5180, LEI 5100) - св. 40 до 160 мг/дм ³ включ. (LEI 5160) - св. 160 до 1000 мг/дм ³ включ. (LEI 5180, LEI 5100)	±20 ±20 ±15 ±10

7.3.2.2 Кюветы с реагентом интенсивно встряхивают и размещают в штативе. Открывают крышки. С помощью мерной пипетки отбирают 2,0 см³ контрольного раствора и добавляют к реагенту.

7.3.2.3 Готовят «нулевой образец». В кювету с реагентом добавляют 2,0 см³ чистой или дистиллированной воды, соответствующей требованиям п. 2.1. Для каждой партии реагента готовят одну кювету с «нулевым образцом».

7.3.2.4 Готовят термостат для пробирок в соответствии с эксплуатационной документацией.

7.3.2.5 Кюветы плотно закрывают, встряхивают и помещают в термостат для пробирок, прогретый до 150 °С. Выдерживают кюветы в течение 120 минут при указанной температуре.

7.3.2.6 Выключают нагрев термостата и охлаждают в течение 20 – 30 минут. Когда кюветы остынут настолько, что их можно будет безопасно взять рукой, их вынимают за крышку,

дважды переворачивают и ставят в штатив для охлаждения. Прикасаться к стеклянным стенкам кювет не следует. Кюветы, уровень раствора в которых заметно меньше, а также на стенках которых присутствуют потеки, капли или следы протекания, дальнейшим измерениям не подлежат. Кюветы охлаждают до комнатной температуры. Перед проведением измерений стенки кювет следует протереть.

Примечание – взамен забракованных кювет берут новые и повторяют операции с соответствующим контрольным раствором по 7.3.2.3 – 7.3.2.6.

7.3.2.7 Выбирают диапазон и градуировку в соответствии с п. 6.1 РЭ.

В верхней строке дисплея показана выбранная градуировка и диапазон. Прибор показывает сообщение:

«EI 800 — 160»

«Start< Info»

Выбирают «Start».

Прибор выдает следующее сообщение:

«EI 800 — 160»

« Insert Blank»

Устанавливают в ячейку анализатора кювету с «нулевым образцом». Прибор показывает в нижней строке сообщение:

«Waiting 3.00s».

После обратного отсчета до 0 появится сообщение:

«Blank OK».

После этого проводят измерения для контрольных растворов.

7.3.2.8 Устанавливают в ячейку кювету с измеряемым образцом. Анализатор после обратного отсчета выдает измеренное значение ХПК, мг/дм³. Показания анализатора записывают. Измерения повторяют еще два раза, каждый раз поворачивая кювету на 120° и записывая результаты измерений. В случае, если измеренное значение в одном из положений отличается от среднего значения более, чем на 10 %, то его отбрасывают, следует выполнить еще не менее двух измерений в промежуточных положениях. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение полученных результатов измерений (за исключением отброшенного).

В случае отклонения значительного отклонения (более 10 %) более, чем одного результата измерений, кювету бракуют.

7.3.2.9 Следует получить результаты измерений по 7.3.2.8 для каждого контрольного раствора. В противном случае операции по 7.3.2.2 - 7.3.2.8 повторяют.

7.3.2.10 В случае, если условие 7.3.2.9 не выполнено, повторяют указанные операции с новой партией реактивов.

7.3.3 Относительную погрешность измерений δ , %, вычисляют по формуле (1)

$$\delta = 100 \cdot \frac{C_{изм} - C_{д}}{C_{изм}}, \quad (1)$$

где $C_{изм}$ – результат измерений ХПК для каждого раствора, соответственно, мг/дм³.

$C_{д}$ – действительное значение ХПК в контрольном растворе, мг/дм³.

7.3.4 Погрешность измерений не должна превышать пределов, указанных в технической документации анализатора (Таблица 3).

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол произвольной формы.

8.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей Свидетельства о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку

поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

8.3 На средства измерений, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, 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 Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Старший научный сотрудник

ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- ГСО № 7425-97 - стандартный образец бихроматной окисляемости воды, массовая концентрация химически потребляемого кислорода (ХПК) от 9500 до 10500 мг/дм³, границы допускаемого значения относительной погрешности ±1,5 % при доверительной вероятности Р = 0,95.
- Колбы мерные 2-100-2, 2-50-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-25 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование дистиллированной воды по ГОСТ 6709-92, с содержанием веществ, восстанавливающих КМnO₄ [O], не более 0,08 мг/дм³ (анализ по ГОСТ 52501, п. 6.2), либо поглощение при длине волны 254 нм в кювете 1 см не более 0,01 единиц оптической плотности

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При приготовлении контрольных растворов должны быть соблюдены требования безопасности в соответствии с разделом 1а ГОСТ 11086-76 и с инструкцией ГСО № 7552-99.

3 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

3.1 Подготовка к работе

3.1.1 Для приготовления контрольных растворов используют воду для лабораторного анализа по ГОСТ 52501 (далее — воду). Допускается использование дистиллированной воды по ГОСТ 6709-92, с содержанием веществ, восстанавливающих КМnO₄ [O], не более 0,08 мг/дм³ (анализ по ГОСТ 52501, п. 6.2), либо поглощение при длине волны 254 нм в кювете 1 см не более 0,01 единиц оптической плотности

3.1.2 Перед приготовлением посуда должна быть промыта хромовой смесью, дистиллированной водой и высушена.

3.1.3 Ампулу с ГСО в соответствии с инструкцией ГСО проверяют на целостность, удаляют этикетку с ампулы, многократно омывая ее дистиллированной водой.

3.2 Приготовление контрольных растворов для проверки погрешности в диапазоне измерений ХПК от 80 до 1000 мг/дм³.

3.2.1 Приготовление контрольного раствора К1 с массовой концентрацией ХПК 100 мг/дм³.

Пипеткой вместимостью 2 см³ отбирают 1,0 см³ раствора ГСО, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации ХПК, мг/дм³ находят по формуле (1.1)

$$C_{K1} = 0,01 \cdot C_{ГСО} \quad (1.1)$$

где $C_{ГСО}$ – массовая концентрация ХПК в растворе ГСО по паспорту, мг/дм³.

3.2.2 Приготовление контрольного раствора К2 с массовой концентрацией ХПК 150 мг/дм³.

Пипеткой вместимостью 2 см³ отбирают 1,5 см³ раствора ГСО, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации ХПК, мг/дм³ находят по формуле (1.2)

$$C_{K2} = 0,015 \cdot C_{ГСО} \quad (1.2)$$

где $C_{ГСО}$ – массовая концентрация ХПК в растворе ГСО по паспорту, мг/дм³.

3.2.3 Приготовление контрольного раствора К3 с массовой концентрацией ХПК 200 мг/дм³.

Пипеткой вместимостью 2 см³ отбирают 2,0 см³ раствора ГСО, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации ХПК, мг/дм³ находят по формуле (1.3)

$$C_{K3} = 0,02 \cdot C_{ГСО} \quad (1.3)$$

где $C_{ГСО}$ – массовая концентрация ХПК в растворе ГСО по паспорту, мг/дм³.

3.2.4 Приготовление контрольного раствора К4 с массовой концентрацией ХПК 500 мг/дм³.

Пипеткой вместимостью 5 см³ отбирают 5 см³ раствора ГСО, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации ХПК, мг/дм³ находят по формуле (1.4)

$$C_{K4} = 0,05 \cdot C_{ГСО} \quad (1.4)$$

где $C_{ГСО}$ – массовая концентрация ХПК в растворе ГСО по паспорту, мг/дм³.

3.2.5 Приготовление контрольного раствора К5 с массовой концентрацией ХПК 900 мг/дм³.

Пипеткой вместимостью 5 см³ отбирают 4,5 см³ раствора ГСО, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации ХПК, мг/дм³ находят по формуле (1.5)

$$C_{K5} = 0,09 \cdot C_{ГСО} \quad (1.5)$$

где $C_{ГСО}$ – массовая концентрация ХПК в растворе ГСО по паспорту, мг/дм³.

3.3 Приготовление контрольных растворов для проверки погрешности в диапазоне измерений ХПК от 8 до 160 мг/дм³.

3.3.1 Приготовление контрольного раствора К6 с массовой концентрацией ХПК 10 мг/дм³.

Пипеткой вместимостью 5 см³ отбирают 5 см³ раствора К1 с массовой концентрацией ХПК 100 мг/дм³ (3.2.1), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации ХПК, мг/дм³ находят по формуле (1.6)

$$C_{K6} = 0,1 \cdot C_{K1} \quad (1.6)$$

где C_{K1} – массовая концентрация ХПК в растворе К1, определенная по формуле 1.1, мг/дм³.

3.3.2 Приготовление контрольного раствора К7 с массовой концентрацией ХПК 40 мг/дм³.

Пипеткой вместимостью 5 см³ отбирают 4,0 см³ раствора К4 с массовой концентрацией ХПК 500 мг/дм³ (3.2.4), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации ХПК, мг/дм³ находят по формуле (1.7)

$$C_{K7} = 0,1 \cdot C_{K4} \quad (1.7)$$

где C_{K4} – массовая концентрация ХПК в растворе К4, определенная по формуле 1.4, мг/дм³.

3.4 Хранение контрольных растворов

3.4.1 Контрольные растворы хранят в плотно закрытой стеклянной посуде не более 1 недели.