

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

по производственной метрологии

ФГУП «ВНИИМС»

Н.В. Иванникова



Иванникова

2020 г.

**Государственная система обеспечения
единства измерений**

Анализаторы жидкости поточные AccuSeries

Методика поверки

МП 205-19-2020

Москва 2020 г.

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на анализаторы жидкости поточные AccuSeries (далее – анализаторы), производства фирмы «Galvanic Applied Sciences Inc.», США, Канада и устанавливает методику их первичной и периодической поверок, а также обеспечивает прослеживаемость поверяемого СИ к ГПЭ средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Росстандарта № 2753 от 27.12.2018 или к первичным референтным методикам измерений или к национальным первичным эталонам иностранных государств (при отсутствии действующих ГСО и первичных референтных методик измерений).

Интервал между поверками – 1 год.

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при проведении поверки:	
		Первичной	Периодической
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Проверка ПО	7.3	Да	Да
Опробование	7.4	Да	Да
Определение метрологических характеристик	7.5	Да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8	Да	Да

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получают отрицательный результат, дальнейшую проверку прекращают.

2.3 В случае многоканального исполнения анализаторов при проведении периодической поверки допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов на основании письменного заявления лица, представляющего СИ на поверку.

2.4 Анализаторы являются индивидуально градуируемыми СИ, поверка выполняется для определяемого компонента и диапазона измерений в соответствии с заводскими настройками.

2.5 При периодической поверке анализаторов, эксплуатируемых по утвержденным в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 методикам измерений допускается метрологические характеристики определять в соответствии с разделом «Контроль показателей точности» документа на методику измерений. При этом подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям выполняют путем подтверждения соответствия метрологических характеристик требованиям, приведенным в документе на методику поверки.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25
- относительная влажность, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа от 85 до 106

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие высшее или среднетехническое образование, опыт работы в области аналитической химии, прошедшие инструктаж по технике безопасности и аттестованные в качестве поверителя.

4.2 К приготовлению контрольных растворов и выполнению операций по управлению анализатором по месту эксплуатации могут быть допущены операторы, обслуживающие СИ и имеющие допуск к выполнению работ, под непосредственным контролем поверителя.

4.3 При выполнении работ с применением растворов щелочей, кислот и других едких веществ в помещении должно присутствовать не менее двух человек, включая поверителя.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют следующие средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта поверки	Наименование средств поверки, номер документа, регламентирующего требования к средствам поверки, метрологические и технические характеристики
7.1 - 7.5	Барометр-анероид БАММ-1 (рег. № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 160 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа; Термогигрометр TESTO мод. 608-N1, (рег. № 53505-13) диап. изм. температуры от 0 до 50 °С, абс. погрешн. $\pm 0,5$ °С, диап. изм. отн. влажности от 15 до 85 %, абс. погрешн. ± 3 %,
7.2, 7.4 - 7.5	ГСО состава водных растворов ионов: ГСО 7768-2000 состава раствора ионов молибдена (VI) от 0,095 до 0,105 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 8065-94 состава водного раствора ионов кальция от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 7474-98 состава раствора ионов натрия от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 7781-2000 состава раствора ионов хрома (VI) от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 7747-99 состава раствора ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 7260-96 состава раствора фосфат-ионов от 0,475 до 0,525 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 7793-2000 состава раствора нитрат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 7970-2001 состава раствора сульфид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 7261-96 состава раствора фторид-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95, ГСО 7764-2000 состава раствора ионов меди от 0,95 до 1,05

Номер пункта поверки	Наименование средств поверки, номер документа, регламентирующего требования к средствам поверки, метрологические и технические характеристики
	<p>мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$, ГСО 8213-2002 состава раствора ионов железа (III) от 9,5 до 10,5 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$, ГСО 8403-2003 состава раствора гидрокарбонат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$, ГСО 10450-2014 массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты от 99,95 до 100,00 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,03\%$ при $P=0,95$</p>
	<p>Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г</p> <p>Мерная и лабораторная посуда (перечень, в зависимости от назначения, приведен в Приложении 1):</p> <ul style="list-style-type: none"> - колбы мерные по ГОСТ 1770-74; - стаканы В-2-1000 ТХС по ГОСТ 25336-82; - пипетки градуированные по ГОСТ 29227-91; - пипетки с одной отметкой 2-2-100 ГОСТ 29169-91 или бюретки I-1-2-100-0,2 ГОСТ 29254-91; - стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336-82; - воронки по ГОСТ 25336-82; - стаканы фарфоровые по ГОСТ 9147-80. <p>Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации «ч.д.а» или реактив импортного производства, содержание основного компонента - не ниже 98 %.</p> <p>Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.</p> <p>Вода дистиллированная, не содержащая диоксида углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).</p>
Примечание - Перечень средств поверки к п.п. 7.2, 7.4 - 7.5 зависит от назначения анализатора (см. Приложение 1)	

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

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО - действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.4.021-75, а при работе с электроустановками - по ГОСТ Р 12.1.019-2009 и ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6.3 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности, которые должны соблюдаться при работе с приборами в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам.

6.4 При работе выполняют требования безопасности в соответствии с инструкциями к ГСО и чистым веществам.

6.5 При выполнении работ с применением растворов щелочей, кислот и других едких веществ используют средства защиты – спец. одежду, очки (маску, защищающую глаза и лицо), перчатки. Операции выполняют вблизи источника проточной воды. При попадании реактива на незащищенную кожу, немедленно смывают проточной водой.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр СИ

При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие внешнего вида, комплектности и маркировки анализатора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- серийный (заводской) номер.

7.2 Подготовка к выполнению поверки

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

1) Поверяемый анализатор подготавливают к работе в соответствии с РЭ. Подготавливают вспомогательные растворы и, при необходимости, устанавливают заводские настройки анализатора в соответствии с документацией, входящей в комплект СИ. Контрольные растворы помещают в специальные емкости, соединяемые с помощью трубки с фиттингом для калибровочного эталона (п. 3.7 РЭ).

2) Устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией.

3) Приготавливают контрольные растворы в соответствии с Приложением 1, переливают их в емкость и соединяют коммуникациями с измерительной ячейкой в соответствии с РЭ.

4) Поверку СИ, эксплуатируемого по аттестованной по ГОСТ Р 8.563-2009 методике измерений, проводят в соответствии с разделом «Контроль точности измерений» (или аналогичным) с использованием средств измерений, стандартных образцов, контрольных растворов и других вспомогательных средств, указанных в методике измерений.

7.3 Проверка ПО

7.3.1 Идентификационные данные встроенного ПО проверяют, входя с помощью клавиатуры анализатора во вкладку «Info» (способы перехода во вкладку приведены в п. 4.9 РЭ анализатора). Результаты проверки - положительные, если высвечивается идентификационное наименование: Firmware, номер версии - не ниже 08.01.01.32.

7.3.2 При использовании внешнего ПО GUI AccuSeries Analyzers, идентификационные данные проверяют во вкладке «About». Результаты проверки - положительные, если отображаются идентификационное наименование: AccuSeries Analyzers, номер версии - не ниже 9.0.1.5.

7.4 Опробование

7.4.1 Включают анализатор в соответствии с инструкцией по эксплуатации, проверяют отсутствие сообщений об ошибках и отказах при прохождении процедуры диагностики состояния прибора, проверяют настройки анализа.

7.4.2 Результаты опробования считают положительными, если сообщения об отказах и неисправностях отсутствуют; при выполнении пробных измерений отображаются стадии выполнения процесса в соответствии с настройками, по окончании измерений на экран выводится результат в требуемых единицах измерений.

7.5 Определение метрологических характеристик

7.5.1 Определение метрологических характеристик (погрешности, приведенной к диапазону измерений) выполняют с применением контрольных растворов определяемого компонента в соответствии с назначением анализатора.

7.5.2 Поверку проводят в следующих точках диапазона (в % от диапазона измерений): (10±10), (50±10), (90±10). Растворы подают в порядке возрастания содержания определяемого компонента.

7.5.3 Для каждого контрольного раствора получают не менее трех результатов измерений.

8 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

8.1 Обработка результатов поверки

Для результатов измерений, полученных в соответствии с п. 7.5, рассчитывают значение погрешности, приведенной к диапазону по формуле (1).

$$\gamma = 100 \cdot \frac{|C_i - C_d|}{D}, \quad (1)$$

где C_i – i -тый результат измерений массовой концентрации или массовой доли компонента, мг/дм³, %;

C_d – действительное значение массовой концентрации или массовой доли компонента в контрольном растворе, мг/дм³, %;

D – диапазон измерений массовой концентрации или массовой доли компонента, мг/дм³, %.

Результаты проверки метрологических характеристик считают положительными, если все полученные значения погрешности, приведенной к диапазону измерений, соответствуют требованиям, приведенным в приложении 2.

8.2 Результаты поверки считают положительными, если все операции поверки выполнены с положительным результатом.

9 Оформление результатов поверки

9.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

9.2 Средства измерений, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, выдают свидетельство о поверке или оформляют иным способом в соответствии с действующим на момент поверки документом, предусмотренным частью 4 статьи 13 Федерального закона № 102-ФЗ и утвержденным в соответствующем порядке, устанавливающим порядок проведения и оформления поверки средств измерений.

9.3 На средства измерений, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с документом, устанавливающим порядок оформления результатов поверки.

9.4 После ремонта средства измерений подвергают поверке.

9.5 Знак поверки наносят в техническую документацию и/или в свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Приложение 1 (рекомендуемое)

Методика приготовления контрольных растворов для поверки

Контрольные растворы для поверки анализаторов жидкости поточных AccuSeries готовят из ГСО состава растворов ионов объемным методом и из чистых веществ - весовым и объемно - весовым методами.

Для каждого анализатора (при многоканальном исполнении - каждого измерительного канала) готовят три контрольных раствора (КР) в соответствии с п. 7.5.2 методики поверки:

КР0 - очищенная дистиллированная вода, $(10 \pm 10) \%$ от диапазона,

КР1 - $(50 \pm 10) \%$ от диапазона,

КР2 - $(90 \pm 10) \%$ от диапазона.

Погрешность действительного значения массовой концентрации (объемной доли) компонента в контрольном растворе, определяемая по процедуре приготовления не должна превышать $1/3$ погрешности средства измерений в точке поверки.

Границы относительной погрешности действительного значения содержания определяемого компонента по настоящей методике не превышают $\pm 3 \%$.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

В соответствии с назначением анализаторов (модель, метод, определяемый компонент и диапазон измерений) перечень применяемых средств измерений, посуды и реактивов приведен в соответствующем разделе данной методики.

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При приготовлении контрольных растворов должны быть соблюдены требования безопасности в соответствии с разделом 1а ГОСТ 11086-76 и с инструкциями по безопасности к реактивам и стандартным образцам.

При работе с щелочами должны применяться средства защиты (очки, перчатки).

3 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

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

3.2 Ампулы со стандартными образцами проверяют на целостность, удаляют этикетку с ампулы, многократно омывая ее дистиллированной водой.

3.4 Проверяют наличие и срок действия паспортов на ГСО. Перед приготовлением растворов NaOH проверяют наличие и срок действия сертификата (в случае применения импортного реактива).

3.5 Условия окружающей среды должны соответствовать требованиям настоящего документа и инструкций к ГСО.

4 РАСЧЕТ ДЕЙСТВИТЕЛЬНОГО ЗНАЧЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОПРЕДЕЛЯЕМЫХ КОМПОНЕНТОВ В КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРАХ КР1 И КР2 (ОБЪЕМНЫЙ МЕТОД)

Действительное значение массовой концентрации компонента в контрольном (или промежуточном) растворе (п. 5 - настоящего приложения), мг/дм^3 находят по формуле (1.1)

$$C_k = \frac{C_0 \cdot V_1}{V_p}, \quad (1.1)$$

где C_0 – значение массовой концентрации компонента в СО в соответствии с паспортом или в промежуточном растворе, мг/см^3 (г/дм^3),

V_1 - объем аликвоты раствора ГСО (промежуточного раствора), см^3 ,

V_p - объем приготовленного раствора, дм^3 ,

5 КОНТРОЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ МОДЕЛИ AccuColor. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (АСМ)

5.1 Приготовление контрольных растворов Cr (VI), диапазон измерений от 0 до $0,2 \text{ мг/дм}^3$

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7781-2000 состава раствора ионов хрома (VI) от 0,95 до 1,05 мг/см^3 , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1 \%$ при $P=0,95$.
- Колбы мерные 2-500-2, 2-100-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление рабочего (промежуточного) раствора Р1 с массовой концентрацией Cr (VI) 10 мг/дм^3

С помощью мерной пипетки вместимостью 1 см^3 отбирают аликвоту ГСО состава раствора объемом 1 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией Cr (VI) $0,1 \text{ мг/дм}^3$

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см^3 отбирают аликвоту рабочего раствора Р1 объемом 5 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией Cr (VI) $0,2 \text{ мг/дм}^3$

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 10 см^3 отбирают аликвоту рабочего раствора Р1 объемом 10 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.2 Приготовление контрольных растворов Cu^{2+} , диапазон измерений от 0 до 1 мг/дм^3

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7764-2000 состава раствора ионов меди от 0,95 до 1,05 мг/см^3 , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1 \%$ при $P=0,95$.
- Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией Cu^{2+} $0,5 \text{ мг/дм}^3$

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см^3 отбирают аликвоту ГСО объемом $0,5 \text{ см}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией Cu^{2+} 1 мг/дм^3

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см^3 отбирают аликвоту ГСО объемом $1,0 \text{ см}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.3 Приготовление контрольных растворов Fe^{3+} , диапазон измерений от 0 до 10 мг/дм^3

ГСО, посуда и реактивы

- мых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.
- Колбы мерные 2-1000-2, по ГОСТ 1770-74.
 - Пипетки градуированные 1-2-2-1 по ГОСТ 29227-91.
 - Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией Fe^{3+} 5 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 0,5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией Fe^{3+} 10 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.4 Приготовление контрольных растворов Мо (VI), диапазон измерений от 0 до 2 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7768-2000 состава раствора ионов молибдена (VI) от 0,095 до 0,105 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.
- Колбы мерные 2-100-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией Мо (VI) 1 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией Мо (VI) 2 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 2 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 2 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.5 Приготовление контрольных растворов PO_4^{3-} , диапазон измерений от 0 до 5 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7260-96 состава раствора фосфат-ионов от 0,475 до 0,525 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.
- Пипетки градуированные 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.
- Колбы мерные 2-1000-2, по ГОСТ 1770-74.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией PO_4^{3-} 2,5 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией PO_4^{3-} 5 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 10 см³ отбирают аликво-

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7747-99 состава раствора ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.
- Колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией NH_4^+ 1 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией NH_4^+ 2 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 2 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 2 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.7 Приготовление контрольных растворов S^{2-} , диапазон измерений от 0 до 10 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7970-2001 состава раствора сульфид-ионов от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.
- Колбы мерные 2-200-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г.
- Стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82.
- Воронки В-56-80-ХС ГОСТ 25336-82.
- Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации не ниже «ч.д.а.» или стандарт-титры (фиксаналы) для приготовления 0,1 М раствора NaOH.
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление вспомогательного раствора с молярной концентрацией NaOH 0,1 моль/дм³ (0,1М)

Раствор готовят по инструкции к стандарт-титру или следующим образом: берут навеску натрия гидроокиси (4,00 \pm 0,01) г, количественно переносят в колбу вместимостью 1000 см³, многократно оmyвая стаканчик для взвешивания и воронку. Добавляют дистиллированную воду (1/4-1/3 колбы), тщательно перемешивают до растворения. Доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и дают отстояться. Раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой емкости. Срок хранения - 2 недели.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией S^{2-} 5 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора вспомогательным раствором до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией S^{2-} 10 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 2 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 2 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора вспомогательным раствором до метки и перемешивают.

- Пипетки градуированные 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.
- Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г.
- Стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82.
- Воронки В-56-80-ХС ГОСТ 25336-82.
- Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации не ниже «ч.д.а.».
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией S^{2-} 0,5 мг/дм³

Берут навеску натрия гидроокиси (0,400 ± 0,005) г, количественно переносят в колбу вместимостью 1000 см³, многократно оmyвая стаканчик для взвешивания и воронку. Добавляют дистиллированную воду (1/4-1/3 колбы), тщательно перемешивают до растворения. С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 0,5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают вспомогательным раствором до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией S^{2-} 1 мг/дм³

Берут навеску натрия гидроокиси (0,400 ± 0,005) г, количественно переносят в колбу вместимостью 1000 см³, многократно оmyвая стаканчик для взвешивания и воронку. Добавляют дистиллированную воду (1/4-1/3 колбы), тщательно перемешивают до растворения. С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают вспомогательным раствором до метки и перемешивают.

6 КОНТРОЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ МОДЕЛИ AccuColor ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ (АСТ)

6.1 Приготовление контрольных растворов Ca^{2+} , диапазон измерений от 0 до 50 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 8065-94 состава водного раствора ионов кальция от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ±1 % при P=0,95 (не менее 3-х ампул по 5 см³).
- Пипетки градуированные 1-2-2-5 по ГОСТ 29227-91.
- Колбы мерные 2-100-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770-74.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией Ca^{2+} 25 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией Ca^{2+} 50 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7 КОНТРОЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ МОДЕЛИ AccuSense ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ИОН-СЕЛЕКТИВНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ (AISE)

7.1 Приготовление контрольных растворов NH_4^+ , диапазон измерений от 0 до

- Пипетка с одной отметкой 2-2-100 ГОСТ 29169-91 или бюретка 1-1-2-100-0,2 ГОСТ 29254-91.

- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией NH_4^+ 500 мг/дм³

С помощью пипетки или бюретки вместимостью 100 см³ отмеряют аликвоту ГСО объемом 100 см³ в колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией NH_4^+ 1000 мг/дм³

В качестве раствора КР2 используют непосредственно ГСО.

7.2 Приготовление контрольных растворов F^- , диапазон измерений от 0 до 2 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7261-96 состава раствора фторид-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

- Колбы мерные 2-1000-2, по ГОСТ 1770-74.

- Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2 по ГОСТ 29227-91.

- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией F^- 1 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 1 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией F^- 2 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 2 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 2 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.3 Приготовление контрольных растворов Na^+ , диапазон измерений от 0 до 250 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7474-98 состава раствора ионов натрия от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$ (не менее 55 см³).

- Колбы мерные 2-100-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770-74.

- Пипетки градуированные 1-2-2-25 по ГОСТ 29227-91.

- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией Na^+ 125

мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 25 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 25 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 7747-99 состава раствора ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм³, границы допустимых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95 (не менее 40 см³).
- ГСО 7793-2000 состава раствора нитрат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допустимых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95 (не менее 40 см³).
- Колбы мерные 2-200-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227-91.
- Вода для лабораторного анализа чистоты 2 по ГОСТ 52501-2005. Допускается использование очищенной с помощью специальных фильтров дистиллированной воды.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией ионов аммония 50 мг/дм³ и массовой концентрацией нитрат-ионов 50 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают аликвоту ГСО ионов аммония объемом 5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, с помощью другой градуированной мерной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают аликвоту ГСО нитрат-ионов объемом 5 см³, помещают в ту же колбу, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией ионов аммония 100 мг/дм³ и массовой концентрацией нитрат-ионов 100 мг/дм³

С помощью градуированной мерной пипетки вместимостью 10 см³ отбирают аликвоту ГСО ионов аммония объемом 10 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, с помощью другой градуированной мерной пипетки вместимостью 10 см³ отбирают аликвоту ГСО нитрат-ионов объемом 10 см³, помещают в ту же колбу, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8 КОНТРОЛЬНЫЕ РАСТВОРЫ ДЛЯ ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРОВ МОДЕЛИ AccuSense. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ (АРТ)

8.1 Приготовление контрольных растворов HCO₃⁻, диапазон измерений от 0 до 200 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

- ГСО 8403-2003 состава раствора гидрокарбонат-ионов от 0,95 до 1,05 мг/см³, границы допустимых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 1 % при P=0,95 (не менее 40 см³).
- Колбы мерные 2-100-2, по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки с одной отметкой 1-2-10, 2-2-20 по ГОСТ 29227-91.
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией HCO₃⁻ 100 мг/дм³

С помощью мерной пипетки вместимостью 10 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом

10 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией HCO₃⁻ 200 мг/дм³

С помощью мерной пипетки вместимостью 20 см³ отбирают аликвоту ГСО объемом 20 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.2 Приготовление контрольных растворов NaOH, диапазон измерений от 0 до 20 %

ГСО, посуда и реактивы

- Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г.
- Пипетка с одной отметкой 2-2-100 ГОСТ 29169-91 или бюретка I-1-2-100-0,2 ГОСТ 29254-91.
- Стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82.
- Стаканы фарфоровые 4 ГОСТ 9147-80.
- Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 квалификации не ниже «ч.д.а.» или стандарт-титры (фиксаналы) для приготовления 0,1 М раствора NaOH.
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой долей NaOH 10 %

В стаканчик для взвешивания или бюкс отбирают навеску натрия гидроокиси (11,1 ± 0,1) г, записывают результаты взвешивания (m₁), переносят в фарфоровый стакан вместимостью 250 см³, взвешивают пустой бюкс (m₂). С помощью пипетки или бюретки вместимостью 100 см³ (осторожно!) добавляют 100 см³ очищенной воды в стакан с навеской натрия гидроокиси, перемешивают до растворения, переливают в полиэтиленовую емкость для реактива, хранят в условиях, предотвращающих контакт с воздухом.

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой долей NaOH 20 %

В стаканчик для взвешивания или бюкс отбирают навеску натрия гидроокиси (25,0 ± 0,1) г, записывают результаты взвешивания (m₁), переносят в фарфоровый стакан вместимостью 250 см³, взвешивают пустой бюкс (m₂). С помощью пипетки или бюретки вместимостью 100 см³ (осторожно!) добавляют 100 см³ очищенной воды в стакан с навеской натрия гидроокиси, перемешивают до растворения, переливают в полиэтиленовую емкость для реактива, хранят в условиях, предотвращающих контакт с воздухом.

Действительное значение массовой доли компонента, %, находят по формуле

$$C_p = \frac{m_1 - m_2}{(m_1 - m_2) + V_v} \cdot 100, \quad (1.2)$$

где m₁ m₁ – действительные значения массы бюкса с навеской и пустого бюкса (после перенесения навески), г,

V_v - масса воды, г (V_v = 100 г).

Примечание - допускается приготовление увеличенного объема растворов, в кратных количествах, с применением посуды соответствующей вместимости.

8.3 Приготовление контрольных растворов NaOH и Na₂CO₃ (одновременное присутствие), диапазон измерений NaOH от 0 до 1500 мг/дм³, Na₂CO₃ от 0 до 3000 мг/дм³

ГСО, посуда и реактивы

ГСО 10450-2014 массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты от 99,95 до 100,00 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения ± 0,03 % при P=0,95.

- Весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г.
- Колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.
- Стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82.

- Воронки В-56-80-ХС ГОСТ 25336-82.
- Натрия гидроксид по ГОСТ 4328-77 квалификации «ч.д.а» или реактив импортного производства, содержание основного компонента - не ниже 98 %, прошедшие входной контроль в соответствии с п.п. 3.2 -3.3 ГОСТ 4328-77 или имеющие действующий сертификат анализа.
- Вода дистиллированная, не содержащая диоксид углерода по ГОСТ 4517-2016 (п. 4.38).

Приготовление контрольного раствора КР1 с массовой концентрацией NaOH 750 мг/дм³ и массовой концентрацией Na₂CO₃ 1500 мг/дм³

В стаканчик для взвешивания или бюкс отбирают навеску натрия гидроксида (750 ± 5) мг, записывают результаты взвешивания, количественно переносят в мерную колбу для контрольного раствора КР1 вместимостью 1000 см³. В другом стаканчике для взвешивания отбирают навеску ГСО Na₂CO₃ (1495 ± 5) мг, записывают результаты взвешивания и количественно переносят в мерную колбу для контрольного раствора КР1. Добавляют очищенную воду до 1/3 объема колбы (приблизительно), тщательно перемешивают до растворения, доводят объем раствора до метки очищенной водой, тщательно перемешивают и переливают в полиэтиленовую емкость для реактива, хранят в условиях, предотвращающих контакт с воздухом.

Приготовление контрольного раствора КР2 с массовой концентрацией NaOH 1500 мг/дм³ и массовой концентрацией Na₂CO₃ 3000 мг/дм³

В стаканчик для взвешивания или бюкс отбирают навеску натрия гидроксида (1500 ± 5) мг, записывают результаты взвешивания, количественно переносят в мерную колбу для контрольного раствора КР2 вместимостью 1000 см³. В другом стаканчике для взвешивания отбирают навеску ГСО Na₂CO₃ (1495 ± 5) мг, записывают результаты взвешивания и количественно переносят в мерную колбу для контрольного раствора КР2. Добавляют очищенную воду до 1/3 объема колбы (приблизительно), тщательно перемешивают до растворения, доводят объем раствора до метки очищенной водой, тщательно перемешивают и переливают в переливают в полиэтиленовую емкость для реактива, хранят в условиях, предотвращающих контакт с воздухом.

Действительное значение массовой доли компонента, мг/дм³, находят по формуле

$$C_p = \frac{m}{V_p} \cdot 1000, \quad (1.3)$$

где m – действительное значение навески компонента, мг,
 V_p - объем приготовленного раствора, см³ ($V_p = 1000$ см³).

8.4 Хранение контрольных растворов

Контрольные растворы готовят непосредственно перед проведением поверки, не хранят.

Приложение 2
(обязательное)

Метрологические характеристики анализаторов жидкости поточных AccuSeries
Таблица 2.1 – Метрологические характеристики анализаторов модели AccuColor, фотоколориметрический метод (АСМ)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой погрешности, приведенной к диапазону, %
Cr (VI), мг/дм ³	от 0 до 0,20	±10
Cu	от 0 до 1,0	±10
Fe ³⁺ или общее железо	от 0 до 10	±10
PO ₄ ³⁻	от 0 до 5,0	±10
S ²⁻	от 0 до 10	±10
S ²⁻	от 0 до 1,0	±10
Mo (VI)	от 0 до 2,0	±10
NH ₄ ⁺	от 0 до 2,0	±10

Таблица 2.2 – Метрологические характеристики анализаторов модели AccuColor фотоколориметрическое титрование (АСТ)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой погрешности, приведенной к диапазону, %
Ca ²⁺ (соли жесткости)	от 0 до 50	±20

Таблица 2.3 – Метрологические характеристики анализаторов модели AccuSense, потенциометрический метод с ион-селективным электродом (AISE)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/дм ³	Пределы допускаемой погрешности, приведенной к диапазону, %
NH ₄ ⁺	от 0 до 1000	±10
F ⁻	от 0 до 2,0	±10
Na ⁺	от 0 до 250	±15
NH ₄ ⁺ и NO ₃ ⁻ (одновременное присутствие):		
NH ₄ ⁺	от 0 до 100	±15
NO ₃ ⁻	от 0 до 100	±15

Таблица 2.4 – Метрологические характеристики анализаторов модели AccuSense, потенциометрическое титрование (АРТ)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений	Пределы допускаемой погрешности, приведенной к диапазону, %
HCO_3^- , массовая концентрация, мг/дм ³	от 0 до 200	±10
NaOH и Na ₂ CO ₃ (одновременное присутствие) массовая концентрация, мг/дм ³ :		
NaOH	от 0 до 1500	±10
Na ₂ CO ₃	от 0 до 3000	±10
NaOH, массовая доля, %	от 0 до 20	±10