

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.Н.Пронин

« 26 _ » марта 2019 г.



Государственная система обеспечения единства

Анализаторы жидкости серии Н196ххх

Методика поверки
МП 203-0105-2019

Руководитель отдела

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


О.В.Тудоровская

« 26 _ » марта 2019 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости серии HI96xxx, изготовленные фирмой «HANNA Instruments», Румыния, модели HI96xxx, модели HI96700 — HI96702, HI96706 — HI96708, HI96710 — HI96713, HI96715, HI96717, HI96720, HI96721, HI96723 — HI96726, HI96728 — HI96731, HI96733 — HI96735, HI96737, HI96739 — HI96753, HI96761, HI96762, HI96769, HI96771, HI96828 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Метрологические характеристики анализаторов жидкости серии HI96xxx приведены в приложении А.

Допускается периодическая поверка по отдельным определяемым компонентам (показателям) для моделей анализаторов, предназначенных для определения двух и более компонентов (показателей).

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер раздела
1.1.1 Внешний осмотр	п.6.1.
1.1.2 Определение метрологических характеристик	п.6.2.

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Стандартные образцы состава растворов катионов и анионов указаны в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень стандартных образцов

Модель	Определяемый компонент (показатель)	Номер ГСО
HI96700	Аммоний	7786-2000
HI96701	Хлор активный	10138-2012
HI96702	Медь	8210-2002
HI96706	Фосфор	7861-2000
HI96707	Нитритный азот	7792-2000
HI96708	Нитриты	7792-2000
HI96710	Хлор активный	10138-2012
HI96711	Хлор активный	10138-2012
HI96712	Алюминий	11122-2018
HI96713	Фосфаты	7861-2000
HI96715	Азот аммонийный	7786-2000
HI96717	Фосфаты	7861-2000
HI96720	Жесткость (по CaCO ₃), мг/дм ³	7772-2000
HI96721	Железо	7765-2000
HI96723	Хром (VI)	7834-2000
HI96724	Хлор активный	10138-2012
HI96725	Хлор активный	10138-2012

Модель	Определяемый компонент (показатель)	Номер ГСО
НІ96726	Никель	7873-2000
НІ96728	Нитратный азот	7863-2000
НІ96729	Фториды	7789-2000
НІ96730	Молибден	7768-2000
НІ96731	Цинк	11241-2018 10497-2014
НІ96733	Аммонийный азот	7786-2000
НІ96734	Хлор активный	10138-2012
НІ96735	Общая жесткость	8206-2002
НІ96737	Серебро	7782-2000
НІ96739	Фториды	7789-2000
НІ96740	Никель	7873-2000
НІ96741	Общая жесткость	8206-2002
	Железо	7765-2000
НІ96742	Железо	7765-2000
	Марганец	7762-2000
НІ96743	Железо	7765-2000
НІ96744	Общая жесткость	8206-2002
	Железо	7765-2000
НІ96745	Хлор активный	10138-2012
	Общая жесткость	8206-2002
	Железо	7765-2000
НІ96746	Железо	7765-2000
НІ96747	Медь	8210-2002
НІ96748	Марганец	7762-2000
НІ96749	Хром (VI)	7834-2000
НІ96750	Калий	7771-2000
НІ96751	Сульфаты	7684-99
НІ96752	Кальций	7772-2000
	Магний	7767-2000
НІ96753	Хлориды	10138-2012
НІ96761	Хлор активный	10138-2012
НІ96762	Хлор активный	10138-2012
НІ96769	АПАВ в пересчете на $C_{18}H_{30}O_3S$	7283-96
НІ96771	Хлор активный	10138-2012

Примечания:

- стандартные образцы могут быть заменены иными СО утвержденного типа, не уступающими по метрологическим характеристикам;
- для поверки анализаторов свободного активного хлора используется ГСО общего активного хлора и реагент для определения общего активного хлора

2.2 Буферные растворы – рабочие эталоны рН 2-го разряда по ГОСТ 8.120-2014.

2.3 Чистые вещества для приготовления поверочных растворов:

- хлорамин Т $C_7H_7ClNO_2SNa \cdot 3H_2O$ (N-хлор-4-толуолсульфонамид натрия соль трехводный), квалификации «для анализа», массовая доля основного вещества >99 %, массовая доля активного хлора 12,60 %. CAS 7080-50-4, фирма «МЕРСК»;
- двухосновная соль гипохлорита кальция $Ca(OCl)_2 \cdot 2Ca(OH)_2$ по ТУ 6-01-576-89, массовая доля активного хлора не менее 39 %;
- циануровая кислота $C_3H_3N_3O_3$ (2,4,6-Триокси-1.3.5-триазин), массовая доля основного вещества >98,5 %.

2.4 Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

2.5 Пипетки по ГОСТ 29169-91.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться правила техники безопасности, которые соответствуют рекомендациям, изложенным в эксплуатационной документации канализаторам.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха от 45 до 80 %;
- питание от источника постоянного тока напряжением 9 В.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Подготовить анализатор к работе согласно руководству по эксплуатации.

5.2 Подготовить поверочные растворы для каждого определяемого компонента: растворы на основе ГСО готовить согласно инструкции по применению ГСО; буферные растворы для измерения рН готовить согласно инструкции по применению рабочих эталонов рН 2-го разряда; растворы для анализаторов свободного и общего хлора допускается готовить согласно методике в приложении Б; растворы хлорида кальция для поверки анализаторов модели HI96720 и циануровой кислоты для поверки анализаторов HI96725 готовят из навесок чистых веществ и дистиллированной воды.

5.3 Убедиться в наличии реагентов в комплекте анализатора, необходимых для анализа. Срок годности реагентов указан на упаковках.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность анализаторов, исправность органов управления, настройки и коррекции, четкость всех надписей на лицевой панели прибора.

Результаты внешнего осмотра положительные, если анализаторы соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

6.2 Определение метрологических характеристик

6.2.1. Диапазон измерений и погрешность анализатора определяют в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации с использованием не менее 2-х поверочных растворов, соответствующих началу и концу диапазона измерений. В каждой контролируемой точке рассчитывают относительную (при определении свободного или общего хлора) или абсолютную (для остальных компонентов) погрешность.

6.2.2. Результаты поверки признают положительными, если для всех определяемых компонентов и в каждой контролируемой точке диапазона измерений полученные значения погрешности не превышают предельных значений, указанным в приложении А.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол поверки анализатора, рекомендуемая форма которого приведена в приложении В.

7.2. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается пригодным к применению.

7.3. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

7.4. При отрицательных результатах поверки применение анализатора запрещается и выдается извещение о непригодности к применению.

7.5. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

**Основные метрологические характеристики анализаторов жидкости
серии Н196xxx**

Таблица 1

Модель	Определяемый компонент (показатель), единица величины	Диапазон измерений массовой концентрации	Пределы допускаемой абсолютной погрешности
Н196700	Аммоний, мг/ дм ³	от 0,00 до 3,00	±(0,04+0,04Сизм)
Н196701	Свободный хлор, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00	±(0,03+0,03Сизм)
Н196702	Медь, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00	±(0,02+0,04Снзм)
Н196706	Фосфор, мг/ дм ³	от 0,0 до 15,0	±(0,03+0,04Сизм)
Н196707	Нитритный азот, мг/дм ³	от 0,000 до 0,600	±(0,020 +0,04Снзм)
Н196708	Нитриты, мг/дм ³	от 0 до 150	±(4 +0,04Сизм)
Н196711	Свободный хлор, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00	±(0,03+0,03Сизм)
	Общий хлор, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00	±(0,03+0,03Сизм)
Н196712	Алюминий, мг/дм ³	от 0,00 до 1,00	±(0,02+0,04Сизм)
Н196713	Фосфаты, мг/дм ³	от 0,00 до 2,50	±(0,04+0,04Сизм)
Н196715	Азот аммонийный, мг/дм ³	от 0,00 до 9,99	±(0,12+0,03Сизм)
Н196717	Фосфаты, мг/дм ³	от 0,0 до 30,0	±(1,0+0,04С1изм)
Н196720	Жесткость в пересчете на карбонат кальция, мг/дм ³	от 0,00 до 2,70	±(0,11+0,05Сизм)
Н196721	Железо, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00	±(0,4+0,02Сизм)
Н196723	Хром (6), мкг/дм ³	от 0 до 1000	±(5+0,04Сизм)
Н196726	Никель, г/дм ³	до 0,00 от 7,00	±(0,07+0,04Сизм)
Н196728	Нитратный азот, мг/дм ³	от 0,0 до 30,0	±(0,5+0,1Сизм)
Н196729	Фториды, мг/дм ³	от 0,00 до 2,00	±(0,03+0,03Сизм)
Н196730	Молибден, мг/дм ³	от 0,0 до 40,0	±(0,3+0,05Сизм)
Н196731	Цинк, мг/дм ³	от 0,00 до 3,00	±(0,03+0,03Сизм)
Н196733	Аммоний азот, мг/дм ³	от 0,00 до 50,00	±(0,05+0,05Сизм)
Н196735	Общая жесткость, мг/дм ³	от 0 до 250 от 0 до 500 от до 750	±(5+0,04Сизм) ±(7+0,03Сизм) ±(10+0,02Сизм)
Н196737	Серебро, мг/дм ³	от 0,000 до 1,000	±(0,005+0,1Сизм)
Н196738	Диоксид хлора, мг/дм ³	от 0,00 до 2,00	±(0,1+0,05Сизм)
Н196739	Фториды, мг/дм ³	от 0,0 до 20,0	±(0,5+0,03Сизм)
Н196740	Никель, мг/дм ³	до 0,000 от 1,000	±(0,01+0,07Сизм)
Н196741	Общая жесткость, мг/дм ³	от 0,00 до 4,70	±(0,11+0,05Сизм)
	Железо, мг/дм ³	от 0,00 до 1,60	±(0,1+0,08Сизм)
Н196742	Железо, мг/дм ³ Марганец, мкг/дм ³	от 0,00 до 1,60 от 1 до 300	±(0,01+0,08Сизм) ±(2+0,03Сизм)
Н196743	Железо, мг/дм ³ рН	от 0,00 до 1,60 от 6,5 до 8,5	±(0,1+0,08Сизм) ±0,1
Н196744	Общая жесткость, мг/дм ³ Железо, мг/дм ³ рН	от 0,00 до 4,70 от 0,00 до 1,60 от 6,5 до 8,5	±(0,11+0,05Сизм) ±(0,1+0,08Сизм) ±0,1

Модель	Определяемый компонент (показатель), единица величины	Диапазон измерений массовой концентрации	Пределы допускаемой абсолютной погрешности
HI96746	Железо, мг/дм ³	от 0,00 до 1,60	±(0,01+0,08С _{изм})
HI96747	Медь, мг/дм ³	от 0,000 до 1,500	±(0,01+0,05С _{изм})
HI96748	Марганец, мкг/дм ³	от 0 до 300	±(10+0,03С _{изм})
HI96749	Хром (+6), мкг/дм ³	от 0 до 300	±(1+0,04С _{изм})
HI96750	Калий, мг/дм ³	от 0,0 до 10,0 от 10 до 100	±(1,5+0,07С _{изм}) ±(15+0,07С _{изм})
HI96751	Сульфат ионы, мг/дм ³	от 0 до 150	±(1+0,05С _{изм})
HI96752	Кальций, мг/дм ³ Магний, мг/дм ³	от 0 до 400 от 0 до 150	±(10+0,05С _{изм}) ±(3+0,03С _{изм})
HI96753	Хлориды, мг/дм ³	от 0,0 до 20,0	±(0,5+0,06С _{изм})
HI96769	АПАВ в пересчете на C ₁₈ H ₃₀ O ₃ S (додецилбензолсульфоновая кислота), мг/дм ³	от 0,00 до 3,50	±(0,04+0,03С _{изм})
HI96770	Кремнезем, мг/дм ³	от 0 до 200	±(1+0,05С _{изм})
HI96828	Нитраты, мг/дм ³	от 0 до 100	±(5+0,05С _{изм})

Таблица 2.

Модель	Определяемый компонент (показатель), единица величины	Диапазон измерений массовой концентрации	Пределы допускаемой погрешности
HI96710	Свободный хлор, мг/дм ³ Общий хлор, мг/дм ³ рН	от 0,00 до 5,00 от 0,00 до 5,00 от 6,5 до 8,5	± 45 % (<0,30) отн. ± 25 % (св.0,30 до 1,00) отн. ± 5 % (>1,00) отн. ±0,1 абс.
HI96711	Свободный хлор, мг/дм ³ Общий хлор, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00 от 0,00 до 5,00	± 45 % (<0,30) отн. ± 25 % (св.0,30 до 1,00) отн. ± 5 % (>1,00) отн.
HI96724	Свободный хлор, мг/дм ³ Общий хлор, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00 от 0,00 до 5,00	± 45 % (<0,30) отн. ± 25 % (св.0,30 до 1,00) отн. ± 5 % (>1,00) отн.
HI96725	Свободный хлор, мг/дм ³ Общий хлор, мг/дм ³ Циануровая кислота, мг/дм ³ рН	от 0,00 до 5,00 от 0,00 до 5,00 от 0 до 80 от 6,5 до 8,5	± 45 % (<0,30) отн. ± 25 % (св.0,30 до 1,00) отн. ± 5 % (>1,00) отн. ±(1+0,15С _{изм}) абс. ±0,1 абс.
HI96734	Свободный хлор, мг/дм ³ Общий хлор, мг/дм ³	от 0,00 до10,00 от 0,00 до10,00	± 45 % (<0,30) отн. ± 25 % (св.0,30 до 1,00) отн. ± 5 % (>1,00) отн.
HI96745	Свободный хлор, мг/дм ³ Общий хлор, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00 от 0,00 до5,00	± 45 % (<0,30) отн. ± 25 % (св.0,30 до 1,00) отн. ± 5 % (>1,00) отн.

	Общая жесткость, мг/дм ³ Железо, мкг/дм ³ рН	от 0,00 до 4,70 от 0,00 до 1,60 от 6,5 до 8,5	±(0,11+0,05Сизм) абс. ±(0,1+0,08Сизм) абс. ±0,1 абс.
Модель	Определяемый компонент (показатель), единица величины	Диапазон измерений массовой концентрации	Пределы допускаемой погрешности
НІ96761	Общий хлор, мг/дм ³	от 0,000 до 0,500	± 45 % (<0,300) отн. ± 25 % (св.0,300 до 0,500) отн.
НІ96762	Свободный хлор, мг/дм ³	от 0,000 до 0,500	± 45 % (<0,300) отн. ± 25 % (св.0,300 до 0,500) отн.
НІ96771	Свободный хлор, мг/дм ³	от 0,00 до 5,00 от 0 до 500	± 45 % (<0,30) отн. ± 25 % (св.0,30 до 1,00) отн. ± 5 % (>1,00) отн.

Методика приготовления поверочных растворов свободного и общего хлора из чистых веществ

1. Подготовка посуды

Лабораторную посуду моют хромовой смесью, промывают водопроводной водой, затем тщательно ополаскивают деионизированной водой. Высушивают в сушильном шкафу при температуре 110°C. Кюветы выдерживают в растворе KMnO_4 с массовой концентрацией 2 мг/дм³ в течение

1 часа. Тщательно промывают дистиллированной водой. Высушивают в сушильном шкафу при температуре 40-50 °С. Не разрешается использовать моющие средства, содержащие ПАВ. Лабораторную посуду сушат в сушильном шкафу, кюветы — при комнатной температуре. Для каждого реагента и пробы готовят отдельную лабораторную посуду. Для определения общего хлора и свободного хлора рекомендуется использовать отдельные пары кювет, поскольку остатки реагентов могут мешать, вызывая завышение результата при определении свободного хлора.

2. Приготовление поверочных растворов с массовой концентрацией общего хлора 0,1; 0,4; 1; 3; 4 и 9 мг/дм³

Подготавливают посуду, как указано в 1.

Приготовление исходного раствора с содержанием общего хлора 40 мг/дм³

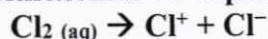
В мерную колбу вместимостью 1 дм³ вносят навеску 159 мг хлорамина Т, затем добавляют 2-3 капли серной кислоты. Доводят объем раствора до метки чем?. Массовую концентрацию общего хлора в приготовленном растворе С, мг/дм³, вычисляют по формуле

$$C = 0,252 \cdot m / V_k, \text{ где } m - \text{навеска хлорамина Т, мг;}$$

V_k — вместимость колбы, дм³

Примечание.

Для расчета массовой концентрации активного хлора следует учитывать, что под активным хлором понимают раствор газообразного хлора в воде. При растворении активного хлора в воде в степень окисления +1 переходит только 1 атом из 2.



Поэтому мольную и массовую долю Cl^+ следует умножить на 2

Далее из раствора с массовой концентрацией хлора 40 мг/дм³ готовят растворы с содержанием общего хлора 0,1; 0,4; 1; 3; 4 и 9 мг/дм³. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят соответственно 0,25; 1,0; 2,5; 7,5; 10,0 и 22,5 см³ раствора, приготовленного по п. 2. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

3. Поверочные растворы для определения свободного хлора готовят из двухосновной соль гипохлорита кальция $\text{Ca}(\text{OCl})_2 \cdot 2\text{Ca}(\text{OH})_2$. Навеску взвешивают исходя из того, что массовая доля свободного хлора составляет ориентировочно 30 %. Готовят 2 поверочных раствора, соответствующих началу и концу диапазона измерений поверяемой модели. Действительные значения массовой концентрации свободного хлора в поверочных растворах устанавливают непосредственно перед началом поверки иодометрическим титрованием.

4. Все поверочные растворы для определения свободного и общего хлора готовят непосредственно перед проведением поверки и хранению не подлежат.

Форма протокола поверки

Протокол первичной (периодической) поверки № _____ от ____ __
анализатора жидкости модель HI96...., принадлежащего _____

1. Заводской номер:
2. Год выпуска
3. Номер и наименование методики поверки: МП 203-0105-2019
4. Условия поверки:
- температура окружающего воздуха, °С
5. Средства поверки:
Стандартные образцы: _____, срок годности до _____
6. Результаты поверки:
 - 6.1 Результаты поверки внешнего вида: _____
 - 6.2 Результаты определения метрологических характеристик:

Определяемый компонент (показатель)	Содержание компонента в поверочном растворе		Измеренное значение содержания компонента		Абсолютная (относительная) погрешность анализатора	
	№1	№2	№1	№2	допускаемая	полученная

Заключение по результатам поверки: _____

Поверитель _____