

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ



Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских

2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы взвешенных веществ
оптические ДИВ
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 112-251-2018

г. Екатеринбург
2019 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1. РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2. ИСПОЛНИТЕЛЬ** зам. зав. лаб. 251 Мигаль П.В.
- 3. УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» «06» сентября 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Область применения	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Операции поверки	4
4	Средства поверки.....	4
5	Требования к квалификации поверителя.....	5
6	Требования безопасности	5
7	Условия поверки	5
8	Подготовка к поверке.....	5
9	Проведение поверки	5
9.1	Внешний осмотр	5
9.2	Опробование.....	5
9.3	Определение метрологических характеристик анализатора.....	5
10	Оформление результатов поверки	6
ПРИЛОЖЕНИЕ А		7
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....		9
ПРИЛОЖЕНИЕ В		10

**Государственная система обеспечения единства измерений
Анализаторы взвешенных веществ оптические ДИВ.
Методика поверки**

МП 112-251-2018

Дата введения в действие: «06» сентября 2019 г.

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы взвешенных веществ оптические ДИВ (далее – анализаторы), изготовленные ООО «Лабинжиниринг», г. Пермь.

Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- Приказ Минтруда России от 24.07.2013 г. № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- ГОСТ 1770-74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»;
- ГОСТ 19908-90 «Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия»;
- Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке».

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
1 Внешний осмотр	9.1	да	да
2 Опробование	9.2	да	да
3 Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации взвешенных веществ	9.3.1	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 10.3.

4 Средства поверки

4.1 При поверке анализатора применяют следующие средства поверки:

- ГСО 6541-92 стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20: интервал аттестованных значений массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе от 3,5 до 4,5 %, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения (при $P=0,95$): $\pm 4,0$ %;
- весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76 -1-2011, диапазон измерений от 0,01 до 220 г (рег. № 17935-02);
- цилиндры 1-5 и 1-100 по ГОСТ 1770-74;

- колбы мерные П-250 по ГОСТ 19908-90;
- стаканы ВН-400 по ГОСТ 19908-90.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры, относительной влажности окружающей среды и атмосферного давления, а также напряжения и частоты переменного тока с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, а стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

4.4 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих проверку метрологических характеристик с требуемой точностью.

5 Требования к квалификации поверителя

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 №328н, требования ГОСТ 12.2.007.0-75, требования безопасности, указанные в РЭ анализатора.

7 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С	от +5 до +35
- относительная влажность воздуха при температуре +20 °С, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106
- напряжение переменного тока, В	220±15
- частота переменного тока, Гц	50±1

8 Подготовка к поверке

8.1 Перед проведением поверки анализатор готовят к работе и проводят его настройку в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2 Поверку проводят с помощью контрольных суспензий, приготовленных согласно приложению А из ГСО по п. 4.1.

9 Проведение поверки

9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить анализатор и проверить работоспособность органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ.

9.3 Определение метрологических характеристик анализатора

9.3.1 Определение абсолютной погрешности и диапазона измерений массовой концентрации взвешенных веществ

Для первичной поверки готовят четыре суспензии с концентрациями близкими к 10 мг/дм³, 20 мг/дм³, 150 мг/дм³ и 650 мг/дм³ согласно Приложению А (для ДИВ-1М 5 мг/дм³, 10 мг/дм³, 50 мг/дм³ и 240 мг/дм³). Относительная погрешность аттестованных значений массовой концентрации взвешенных веществ суспензий не превышает 4,0 %.

Для периодической поверки готовят четыре суспензии с концентрациями близкими к 10 мг/дм³, 20 мг/дм³, 100 мг/дм³ и 400 мг/дм³ согласно Приложению Б (для ДИВ-1М 5 мг/дм³, 10 мг/дм³, 50 мг/дм³ и 160 мг/дм³). Относительная погрешность аттестованных зна-

чений массовой концентрации взвешенных веществ суспензий не превышает 4,0 %.

Проводят измерения массовой концентрации взвешенных веществ в основной (650 мг/дм³, либо 400 мг/дм³) и контрольных суспензиях не менее 3 раз. Результаты заносят в протокол.

Абсолютную погрешность (Δc_j , мг/дм³) измерений массовой концентрации взвешенных веществ определяют по формуле

$$\Delta c_j = c_{ij} - c_{cj}, \quad (1)$$

где c_{ij} – i -й результат измерения массовой концентрации взвешенных веществ в j -ой точке диапазона, мг/дм³;

c_{cj} – аттестованное значение массовой концентрации взвешенных веществ в контрольной суспензии в j -ой точке диапазона, мг/дм³.

За диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ принимают данные таблицы 2, если полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ находятся в пределах, указанных в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации				
	ДИВ-1М	ДИВ-2М	ДИВ-3М	ДИВ-4М	ДИВ-КВЧ
Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³ :					
– первый диапазон	от 10 до 300	от 10 до 800			
– второй диапазон	от 0,4 до 10	от 1 до 25	от 2 до 50	от 4 до 100	от 2 до 50
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³ :					
– первый диапазон	$\pm 5 \cdot 10^{(c/500)}$				
– второй диапазон	$\pm (0,1 \cdot c + K)$				
Значение коэффициента (K):	0,2	0,5	1	2	1

10 Оформление результатов поверки

10.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения В.

10.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на верхнюю часть измерительного блока анализатора.

10.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению и выписывают извещение о непригодности к применению с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

Разработчик:

Зам. зав. лаб. 251 ФГУП «УНИИМ»



П.В. Мигаль

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Методика приготовления суспензий для первичной поверки

Основную суспензию с концентрацией 650 мг/дм³ готовят из государственного образца ГСО 6541-92. ГСО изготовлен в виде таблетки, содержащей определенную массовую долю нерастворимых веществ каолина в твердой основе, которая хорошо растворяется в воде. Растворив одну или несколько таблеток ГСО в дистиллированной воде, получают стабильные, однородные и устойчивые суспензии различной концентрации. Другие контрольные суспензии готовят из основной путем ее разбавления дистиллированной водой.

Посуда для приготовления суспензий:

- цилиндры 1-5 и 1-100 по ГОСТ 1770-74;
- колбы мерные П-200 по ГОСТ 19908-90;
- стаканы ВН-400 по ГОСТ 19908-90

или аналоги.

Оборудование для приготовления суспензий:

- весы лабораторные КТ I (специальный) по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Для приготовления основной суспензии 650 мг/дм³ восемь таблеток ГСО помещают в колбу объемом 250 см³ и заливают небольшим количеством воды (10–20) см³. Суспензию перемешивают до полного растворения таблеток (5–10) мин. Затем в колбу добавляют воды до метки, закрывают пробкой и хорошо перемешивают. Приготовленную суспензию используют в течение 3 часов.

При поверке анализатора ДИВ-1М основную суспензию 240 мг/дм³ готовят по той же процедуре, используя три таблетки ГСО.

Точную концентрацию основной суспензии (c_0 , мг/дм³) рассчитывают по формуле

$$c_0 = \frac{\omega \cdot m}{V \cdot 100}, \quad (\text{A.1})$$

где ω – аттестованное значение массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе, %;

m – масса таблеток, мг;

V – объем суспензии, дм³.

Погрешность значения массовой концентрации взвешенных веществ основной суспензии можно рассчитать по формуле

$$\Delta c_0 = \sqrt{\left(\frac{\partial c_0}{\partial \omega} \cdot \Delta \omega\right)^2 + \left(\frac{\partial c_0}{\partial m} \cdot \Delta m\right)^2 + \left(\frac{\partial c_0}{\partial V} \cdot \Delta V\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где $\frac{\partial c_0}{\partial \omega} = \frac{m}{V}$, мг/дм³;

$\Delta \omega$ – абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе;

$\frac{\partial c_0}{\partial m} = \frac{\omega}{V}$, 1/дм³;

Δm – погрешность весов, мг;

$\frac{\partial c_0}{\partial V} = -\frac{\omega \cdot m}{V^2}$, мг/(дм³)²;

ΔV – погрешность мерной колбы, дм³.

Для приготовления контрольных суспензий с концентрацией 150 мг/дм³, 20 мг/дм³ и 10 мг/дм³ из основной суспензии 650 мг/дм³ с помощью мерных цилиндров отбирают пробы объемом 59 см³, 8 см³ и 4 см³ соответственно. Каждую пробу переливают в отдельные мерные колбы объемом 250 см³, затем в колбы добавляют воды до метки. Закрывают пробками и хорошо перемешивают.

При поверке анализатора ДИВ-1М для приготовления контрольных суспензий с кон-

центрацией 50 мг/дм³, 10 мг/дм³ и 5 мг/дм³ из основной суспензии 240 мг/дм³ с помощью мерных цилиндров отбирают пробы объемом 52 см³, 10 см³ и 5 см³ соответственно и разбавляют по той же процедуре.

Точную концентрацию контрольных суспензий (c_i , мг/дм³) рассчитывают по формуле

$$c_i = \frac{c_0 \cdot V_{al}}{V}, \quad (\text{A.3})$$

где V_{al} – объем аликвоты основной суспензии, см³.

Погрешность значений массовой концентрации взвешенных веществ контрольных суспензий можно рассчитать по формуле

$$\Delta c_i = \sqrt{\left(\frac{\partial c_i}{\partial c_0} \cdot \Delta c_0\right)^2 + \left(\frac{\partial c_i}{\partial V_{al}} \cdot \Delta V_{al}\right)^2 + \left(\frac{\partial c_i}{\partial V} \cdot \Delta V\right)^2}, \quad (\text{A.4})$$

где $\frac{\partial c_i}{\partial c_0} = \frac{V_{al}}{V}$;

$$\frac{\partial c_i}{\partial V_{al}} = \frac{c_0}{V}, \text{ мг}/(\text{дм}^3)^2;$$

ΔV_{al} – погрешность мерного цилиндра, мг;

$$\frac{\partial c_i}{\partial V} = -\frac{c_0 \cdot V_{al}}{V^2}, \text{ мг}/(\text{дм}^3)^2.$$

Измерение концентрации суспензий проводится в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора п. 7.1 и начинаются с низких концентраций.

В качестве емкости для анализируемых проб используют химические стаканы объемом 400 см³, в которые заливается соответствующая суспензия объемом порядка 150 см³ (необходимо, чтобы уровень суспензии закрывал зазор между стеклами датчика). Перед измерением суспензия, находящаяся в колбе, тщательно перемешивается и заливается в емкость, а после измерения выливается в ту же колбу, а емкость промывается дистиллированной водой.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Методика приготовления суспензий для периодической поверки

Основную суспензию с концентрацией 400 мг/дм³ готовят из государственного образца ГСО 6541-92. ГСО изготовлен в виде таблетки, содержащей определенную массовую долю нерастворимых веществ каолина в твердой основе, которая хорошо растворяется в воде. Растворив одну или несколько таблеток ГСО в дистиллированной воде, получают стабильные, однородные и устойчивые суспензии различной концентрации. Другие контрольные суспензии готовят из основной путем ее разбавления дистиллированной водой.

Посуда для приготовления суспензий:

- цилиндры 1-5 и 1-100 по ГОСТ 1770-74;
- колбы мерные П-200 по ГОСТ 19908-90;
- стаканы ВН-400 по ГОСТ 19908-90

или аналоги.

Оборудование для приготовления суспензий:

- весы лабораторные КТ I (специальный) по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

Для приготовления основной суспензии 400 мг/дм³ пять таблеток ГСО помещают в колбу объемом 250 см³ и заливают небольшим количеством воды (10–20) см³. Суспензию перемешивают до полного растворения таблеток (5–10) мин. Затем в колбу добавляют воды до метки, закрывают пробкой и хорошо перемешивают. Приготовленную суспензию используют в течение 3 часов.

При поверке анализатора ДИВ-1М основную суспензию 160 мг/дм³ готовят по той же процедуре, используя две таблетки ГСО.

Точную концентрацию основной суспензии (c_0 , мг/дм³) рассчитывают по формуле (А.1).

Погрешность значения массовой концентрации взвешенных веществ основной суспензии можно рассчитать по формуле (А.2).

Для приготовления контрольных суспензий с концентрацией 100 мг/дм³, 20 мг/дм³ и 10 мг/дм³ из основной суспензии 400 мг/дм³ с помощью мерных цилиндров отбирают пробы объемом 63 см³, 12 см³ и 6 см³ соответственно. Каждую пробу переливают в отдельные мерные колбы объемом 250 см³, затем в колбы добавляют воды до метки. Закрывают пробками и хорошо перемешивают.

При поверке анализатора ДИВ-1М для приготовления контрольных суспензий с концентрацией 50 мг/дм³, 10 мг/дм³ и 5 мг/дм³ из основной суспензии 160 мг/дм³ с помощью мерных цилиндров отбирают пробы объемом 78 см³, 16 см³ и 8 см³ соответственно и разбавляют по той же процедуре.

Точную концентрацию контрольных суспензий (c_i , мг/дм³) рассчитывают по формуле (А.3).

Погрешность значений массовой концентрации взвешенных веществ контрольных суспензий можно рассчитать по формуле (А.4).

Измерение концентрации суспензий проводится в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора п. 7.1 и начинаются с низких концентраций.

В качестве емкости для анализируемых проб используют химические стаканы объемом 400 см³, в которые заливается соответствующая суспензия объемом порядка 150 см³ (необходимо, чтобы уровень суспензии закрывал зазор между стеклами датчика). Перед измерением суспензия, находящаяся в колбе, тщательно перемешивается и заливается в емкость, а после измерения выливается в ту же колбу, а емкость промывается дистиллированной водой.

ПРИЛОЖЕНИЕ В**(рекомендуемое)****ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор взвешенных веществ оптический ДИВ модификация _____ зав. № _____

Документ на поверку:

МП 112-251-2018 «ГСИ. Анализаторы взвешенных веществ оптические ДИВ. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:**Условия проведения поверки:**

- температура окружающей среды, °С _____
- относительная влажность, % _____
- атмосферное давление, кПа _____
- напряжение переменного тока, В _____
- частота переменного тока, Гц _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица В1 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ

Значение концентрации взвешенных веществ в контрольных суспензиях, мг/дм ³	Результаты измерений массовой концентраций взвешенных веществ в контрольных суспензиях, мг/дм ³	Абсолютная погрешность результатов измерений массовой концентраций взвешенных веществ, мг/дм ³	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³
1	2	3	4

Таблица В2 – Результаты проверки диапазона измерений концентрации взвешенных веществ

Полученные значения диапазона измерений концентрации взвешенных веществ	Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-)
первый диапазон:	
второй диапазон:	

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г., № _____

Поверитель _____

Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____