

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Уральский научно-исследовательский институт метрологии
- филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский
научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.П. Собина

2023 г.

**«ГСИ. Анализаторы остаточного хлора промышленные
интерактивные А10CL-А/TS-270.
Методика поверки»**

МП 44-223-2023

Екатеринбург
2023

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛИ

Заведующий лабораторией 223 Собина А.В., ведущий инженер лаборатории 223 Герасимова Н.Л.

3 СОГЛАСОВАНА

Директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в июле 2023 г.

Содержание

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки	5
4 Требования к условиям проведения поверки	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	7
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	8
8 Внешний осмотр средства измерений	8
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	9
10 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации остаточного хлора, подтверждение диапазона измерений массовой концентрации остаточного хлора.....	10
11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11
12 Оформление результатов поверки	11

**ГСИ. Анализаторы остаточного хлора промышленные
интерактивные А10СL-А/ТS-270**

МП 44-223-2023

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы остаточного хлора промышленные интерактивные А10СL-А/ТS-270 (далее – анализаторы), предназначенные для непрерывных измерений массовой концентрации остаточного хлора в воде.

Изготовитель: Shanghai GL Environmental Technology Co., Ltd., Китай.

1.2 Анализаторы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.3 При проведении поверки анализаторов обеспечивается прослеживаемость измерений к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019) согласно Приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.4 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений с помощью стандартных образцов.

1.5 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате проверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой концентрации остаточного хлора, мг/дм ³	От 0,2 до 20,0
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации остаточного хлора, %	±20

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г.

ГОСТ 12.3.019-80 Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199-78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1.

Общие требования

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	10
Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации остаточного хлора, подтверждение диапазона измерений массовой концентрации остаточного хлора	да	да	10.1
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, указанных в таблице 1, анализатор бракуется, и выполняются операции по п.12 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки анализаторов должны быть соблюдены следующие условия (если не оговорено иное):

- температура окружающего воздуха, °С от +18 до +28;
- относительная влажность воздуха, %, не более 95.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются специалисты, имеющие вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и «Руководством по эксплуатации» (РЭ) анализаторов.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки анализаторов применяют средства поверки согласно таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры, относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4.1, ПГ $\pm 0,5$ °С (при измерении температуры), ПГ ± 3 % (при измерении относительной влажности) (P=0,95)	Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11)
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений 10.1 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации остаточного хлора, подтверждение диапазона измерений массовой концентрации остаточного хлора	СО состава массовой концентрации активного хлора в воде, аттестованные значения массовой концентрации активного хлора от 200 до 1000 мг/дм ³ (в зависимости от вместимости использованной для растворения содержимого ампулы мерной колбы 250, 500 или 1000 см ³), ПГО $\pm 1,5$ % (P=0,95)	Стандартный образец массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ), ГСО 10138-2012
	Весы лабораторные II (высокого) класса точности, диапазон измерений массы от 0,5 до 2200 г.	Весы электронные лабораторные АТЛ-2200d2-I (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 36268-07)
	Термометр лабораторный, ПГ $\pm 0,2$ °С, диапазон измерений температуры от 10 °С до 35 °С	Термометр лабораторный ТЛ-18 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 2534-69)
	Мерная посуда для приготовления растворов и проведения измерений	Мерные колбы по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100, 1000 см ³ ; Цилиндр мерный вместимостью 100 см ³ по ГОСТ 1770-74; Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169-91 вместимостью 1, 2, 20, 25, 50, 100 см ³ ; Пипетки градуированные по

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
		ГОСТ 29227-91 вместимостью 10, 25 см ³ ; Стакан типа В вместимостью 400 см ³ по ГОСТ 25336-82
	Мешалка магнитная с цифровым отсчетом скорости вращения	Мешалка магнитная с цифровым отсчетом скорости вращения
	Реактивы и материалы для приготовления растворов	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144; Кислота уксусная по ГОСТ 61-75, ч.д.а.; Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199-78, ч.д.а.; Калия йодид по ГОСТ 4232-74, ч.д.а.

6.2 Стандартные образцы (СО) и средства измерений (СИ), применяемые для поверки анализаторов должны быть утвержденного типа, СИ на момент использования должны быть поверены, СО должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается применение других средств поверки и СО состава утвержденного типа, соответствующих области применения поверяемых анализаторов, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки анализаторов должны быть соблюдены требования Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.3.019, а также условия по обеспечению безопасности, изложенные в РЭ анализаторов.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре поверяемого анализатора необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора, соединительных кабелей, проводов и т.п.;
- четкость обозначений и маркировки составных частей анализатора.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Готовят анализатор к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.3 Проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализатора в соответствии с РЭ. Необходимо убедиться, что все режимы работы, а также параметры, соответствующие заданному режиму, высвечиваются на дисплее блока обработки и управления измерительной информации (контроллера).

9.4 Приготовление растворов

9.4.1 Приготовление исходного раствора

9.4.1.1 Исходный раствор СО массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ), ГСО 10138-2012, готовят в соответствии с инструкцией по применению, приведенной в паспорте. Используют мерную колбу вместимостью 1000 см³.

9.4.2 Приготовление контрольных растворов для определения относительной погрешности измерений массовой концентрации остаточного хлора

9.4.2.1 Растворы, используемые для определения относительной погрешности измерений массовой концентрации остаточного хлора, готовят путем разбавления исходного раствора СО массовой концентрации активного хлора в воде по 9.4.1.

9.4.2.2 Готовят три раствора с массовой концентрацией хлора в начале, конце и середине диапазона измерений анализатора. Объем исходного раствора, необходимый для приготовления *i*-того контрольного раствора с необходимой массовой концентрацией остаточного хлора V_i , см³, рассчитывают по формуле

$$V_i = \frac{C_i \cdot V_{ki}}{2 \cdot A}, \quad (1)$$

где C_i – массовая концентрация остаточного хлора в *i*-том растворе, мг/дм³;

V_{ki} – вместимость мерной колбы, используемой для приготовления *i*-того раствора, см³;

A – аттестованное значение СО массовой концентрации активного хлора в воде, приведенное в паспорте, мг/дм³;

2 – коэффициент, учитывающий, что аттестованное значение СО массовой концентрации активного хлора в воде согласно паспорту приведено для атомарного хлора.

9.4.2.3 Контрольные растворы готовят в день проведения поверки.

9.4.3 Приготовление буферного раствора с рН 4.5

9.4.3.1 Готовят раствор уксусной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³. Для этого навеску ледяной уксусной кислоты массой 60 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Раствор перемешивают.

9.4.3.2 Готовят раствор натрия уксуснокислого с молярной концентрацией 1 моль/дм³. Для этого навеску натрия уксуснокислого 3-водного массой 136 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Раствор перемешивают.

9.4.3.3 В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 102 см³ раствора уксусной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм³ и 98 см³ раствора натрия уксуснокислого с молярной концентрацией 1 моль/дм³ и доводят до метки свежeproкипяченной и охлажденной до 20 °С дистиллированной водой (свободной от углекислого газа).

9.4.4 Приготовление раствора калия йодистого с массовой долей 25 %

9.4.4.1 Навеску калия йодистого массой 25,00 г количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят на весах до 100,00 г дистиллированной водой. Раствор перемешивают.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации остаточного хлора, подтверждение диапазона измерений массовой концентрации остаточного хлора

10.1 Для воспроизведения скорости потока жидкости в системе, в которой эксплуатируется поверяемый анализатор, при поверке предварительно устанавливают соответствующую ей скорость вращения магнитной мешалки для проведения измерений в стакане. Для этого в условиях стабильного потока жидкости со скоростью от 40 до 50 дм³/ч фиксируют пять последовательных значений показаний массовой концентрации остаточного хлора в данный момент времени в жидкости, циркулирующей в системе, где установлены ячейка и датчик поверяемого анализатора. После этого сливают 300 см³ циркулирующей жидкости в стакан вместимостью 400 см³. Устанавливают стакан на платформу магнитной мешалки. Опускают датчик испытуемого анализатора в жидкость. Включают магнитную мешалку с произвольной скоростью и перемешивают раствор не менее 1 мин. Затем подбирают такую скорость вращения магнитной мешалки, при которой устанавливаются те же значения массовой концентрации остаточного хлора в жидкости, что и при выполнении измерений в условиях стабильного потока жидкости со скоростью от 40 до 50 дм³/ч. Все манипуляции производят максимально быстро. В дальнейшем используют данное значение скорости вращения магнитной мешалки для проведения измерений массовой концентрации остаточного хлора в контрольных растворах по 10.2.

10.2 Измерения массовой концентрации остаточного хлора начинают с контрольного раствора с наименьшей массовой концентрацией остаточного хлора. В стакан вместимостью 400 см³ наливают 300 см³ контрольного раствора. Устанавливают стакан на платформу магнитной мешалки. Опускают датчик испытуемого анализатора в раствор. Включают магнитную мешалку и устанавливают предварительно подобранную скорость вращения магнитной мешалки (см. 10.1.1). Перемешивают раствор не менее 1 мин.

10.3 Добавляют 6 см³ буферного раствора по 9.4.3 и перемешивают содержимое стакана не менее 1 мин. Затем добавляют 6 см³ раствора калия йодистого по 9.4.4. Перемешивают содержимое стакана не менее 5 мин. и снимают пять последовательных показаний массовой концентрации остаточного хлора в контрольном растворе.

10.4 Эти же операции проводят на двух других растворах, приготовленных по 9.4.2.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Относительную погрешность измерений массовой концентрации остаточного хлора в i -том контрольном растворе (для каждого из пяти последовательных значений массовой концентрации остаточного хлора) рассчитывают по формуле

$$\delta_i = \frac{(C_i - C_{(изм)i}) \cdot 100}{C_i}, \quad (2)$$

где C_i – значение массовой концентрации остаточного хлора в i -том контрольном растворе, мг/дм³;

$C_{(изм)i}$ – измеренное значение массовой концентрации остаточного хлора в i -том контрольном растворе, мг/дм³.

11.2 Полученные значения относительной погрешности измерений массовой концентрации остаточного хлора для каждого из контрольных растворов должны находиться в пределах ± 20 %.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки СИ признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки на СИ не предусмотрено. Пломбирование СИ не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки СИ признают непригодным к применению.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные о комплектности СИ.

Разработчики:

Зав. лабораторией 223 УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



А.В. Соби́на

Ведущий инженер лаб.223 УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Н.Л. Герасимова