

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



СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.п.

А.Н. Пронин

«26» апреля 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы общего хлора и озона Т6056А-DL

Методика поверки

МП 2450-0035-2024

**И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей**

М. В. Беднова

**г. Санкт-Петербург
2024 г.**

Содержание

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки средства измерений	3
3. Требования к условиям проведения поверки	4
4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку	4
5. Метрологические и технические требования к средствам поверки	4
6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
7. Внешний осмотр средства измерений	6
8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
9. Проверка программного обеспечения	7
10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
11. Оформление результатов поверки	8
Приложение А	9
Приложение Б	10
Приложение В	12

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего хлора и озона Т6056А-DL (далее – анализаторы), состоящие из вторичного преобразователя (микропроцессорного блока) и первичных преобразователей (датчиков).

При поверке анализаторов должна быть обеспечена прослеживаемость к следующему государственному первичному эталону:

ГЭТ 176-2019. Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, согласно приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 № 148.

Реализация методики поверки при поверке измерительных каналов массовой концентрации растворенного озона, массовой концентрации общего хлора производится прямым измерением поверяемым анализатором величины, воспроизводимой контрольными растворами.

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

Методикой поверки не предусмотрена возможность проведения периодической поверки в сокращенном объеме.

2. Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Обязательные операции при выполнении поверки

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при поверке		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
1. Внешний осмотр	Да	Да	п. 7
2. Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	п. 8
3. Проверка программного обеспечения	Да	Да	п. 9
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	п. 10
4.1 Определение приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешности каналов измерений массовой концентрации общего хлора в рабочем диапазоне температуры анализируемой среды	Да	Да	п. 10.1

Продолжение таблицы 1

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при поверке		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
4.2 Определение приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешности канала измерений массовой концентрации растворенного озона	Да	Да	п. 10.2
5. Оформление результатов поверки	Да	Да	п. 11

2.2 При проведении поверки, если по одному из пунктов поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
 температура окружающего воздуха, °C: 20±5;
 относительная влажность воздуха, %: от 30 до 80;
 атмосферное давление, кПа: от 86 до 106.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности, изучившие эксплуатационную документацию на поверяемые анализаторы и средства их поверки.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 Основные средства поверки, вспомогательное оборудование, другие технические средства поверки и нормативные документы приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3 Требования к условиям поверки	Средства измерений температуры окружающей среды от 0 °C до 60 °C с абсолютной погрешностью не более 0,3 °C	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 % до 90 % с погрешностью не более 2 % и в диапазоне от 90 % до 98 % с погрешностью не более 3 %	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1100 гПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа	

Продолжение таблицы 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Стандартные образцы массовой концентрации активного хлора, массовая концентрация активного хлора 200-1000 мг/дм ³ , относительная погрешность $\pm 2\%$.	СО массовой концентрации активного хлора в воде ГСО 10138-2012
	Средства измерений температуры жидких сред от минус 25 °С до 150 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,1$ °С.	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15
	Вспомогательные средства: Синтезатор озона А-с-ГОКСф-5-02-ОЗОН, массовая концентрация озона на выходе от 1 до 50 мг/дм³ или синтезатор озона А-с-ГОКСф-5-03-ОЗОН, массовая концентрация озона на выходе от 1 до 80 мг/дм³ или генератор озона ВМТ 803 ВТ (изготовитель ВМТ Messtechnik GmbH, Германия), массовая концентрация озона на выходе до 250 мг/дм³; Кислород газообразный технический 2-й сорт по ГОСТ 5583-78 в баллоне под давлением; Насос Насос тип Н0506АА11; Проточная ячейка CHUNYE; Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4 по ТУ 3645-026-00220531-95; Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления от 0 до 150 кгс/см², диаметр условного прохода 3 мм; Трубка медицинская поливинилхлоридная (ПВХ) по ТУ6-01-2-120-73, 6×1,5 мм; Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм; Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,2$ °С в диапазоне температур от плюс 10 °С до плюс 70 °С; Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д (рег. № 46434-11), погрешность измерений температуры в диапазоне от 0 °С до плюс 60 °С $\pm 0,3$ °С, погрешность измерений относительной влажности в от 0 до 90 % абс. $\pm 2\%$; погрешность измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа $\pm 2,5$ гПа; Вода дистиллированная ГОСТ Р 58144-2018; Посуда мерная стеклянная 2-го класса точности ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 29227-91.	

Допускается применение средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому анализатору.

Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Стандартные образцы должны иметь действующий срок годности. Допускается применение

аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке, должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

6.2 При проведении поверки соблюдают следующие требования техники безопасности:

- при работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности» и ГОСТ 12.4.021-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования».

- при работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019-2017 «МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» и ГОСТ 12.2.007.0-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

6.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования» и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При проведении внешнего осмотра анализатора проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида микропроцессорного блока и датчиков анализатора приведенным в описании типа;
- наличие заводского номера и соответствие места его нанесения на микропроцессорный блок, приведенного в описании типа;
- отсутствие механических повреждений и видимых дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения проверки и (или) на результат поверки анализатора.

7.2 Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Анализаторы, не соответствующие указанным требованиям, к поверке не допускаются.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Выдержать поверяемый анализатор в помещении в условиях, соответствующих условиям поверки, не менее 4 ч. В случае если поверяемый анализатор находился при температуре ниже 0 °С время выдержки должно быть не менее 8 ч.

8.2 Подготовить средства поверки и поверяемый анализатор к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией (далее – ЭД).

8.3 На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.4 При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно пункту «Предисловие» Руководства по эксплуатации.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

9.2 Для проверки соответствия ПО открыть окно с номером версии ПО на экране, расположенным по пути «MENU» - «System» - «Information» - «Soft Version».

9.3 Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии СИ совпадает с номером версии, указанным в описании типа.

10. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешности каналов измерений массовой концентрации общего хлора в рабочем диапазоне температуры анализируемой среды.

Определение приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешности измерений проводить путем сравнения результатов измерений анализатором массовой концентрации общего хлора с расчетными значениями массовой концентрации в контрольных растворах.

Контрольные растворы общего хлора готовить из ГСО 10138-2012 и дистиллированной воды в соответствии с Приложением А со следующими номинальными значениями массовой концентрации:

- 0,19, 1,0, 1,9 мг/дм³ – для диапазона измерений от 0,005 до 2 мг/дм³;
- 0,19, 10,0, 19,0 мг/дм³ – для диапазона измерений от 0,005 до 20 мг/дм³.

Измерения проводить при номинальной температуре контрольных растворов плюс 25 °С. Выполнить не менее трех измерений массовой концентрации общего хлора в приготовленных растворах.

Приведенную (к верхней границе диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации общего хлора рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_{изм} - X_{pi}}{X_v} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где $X_{изм}$ – показания анализатора при измерении массовой концентрации общего хлора в контрольном растворе, мг/дм³;

X_{pi} – значение массовой концентрации общего хлора в i -м контрольном растворе, мг/дм³;

X_v – верхнее значение диапазона измерений массовой концентрации общего хлора, мг/дм³.

Результаты операции поверки считаются положительными, если в процессе поверки для всех точек диапазона измерений содержания общего хлора от 0,005 до 2 мг/дм³ значение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерений не превышает $\pm 15\%$, в диапазоне от 0,005 до 20 мг/дм³ значение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерений не превышает $\pm 10\%$.

10.2 Определение приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного озона.

Определение приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешности проводить путем сравнения значений массовой концентрации растворенного озона в контрольных растворах, приготовленных в соответствии с Приложением Б, со значениями массовой концентрации растворенного озона, измеренными анализатором. Контрольные растворы растворенного озона готовить с номинальными значениями массовой концентрации растворенного озона, соответствующими следующим точкам в диапазоне измерений: началу (от 5 % до 10 %), середине (от 45 % до 55 %) и концу (от 85 % до 95 %) диапазона измерений.

Приведенную (к верхней границе диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации растворенного озона рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{C_{\text{изм}} - C_{pi}}{C_{\text{в}}} \cdot 100\% \quad (2)$$

где $C_{\text{изм}}$ – значение массовой концентрации растворенного в воде озона, измеренное анализатором, мг/дм³;

C_{pi} – значение массовой концентрации растворенного озона в контрольном растворе, приготовленном в соответствии с Приложением Б, мг/дм³;

$C_{\text{в}}$ – верхнее значение диапазона измерений массовой концентрации растворенного в воде озона, мг/дм³.

Результаты операции поверки считаются положительными, если в процессе поверки значение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде озона в диапазонах от 0,005 до 2 мг/дм³ и от 0,005 до 20 мг/дм³ для каждого измерения не превышает $\pm 15\%$.

11. Оформление результатов поверки

11.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения В, в котором указывается о соответствии/несоответствии анализатора предъявляемым требованиям.

11.2. Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии соответствующего запроса владельца средства измерений или лица, предоставившего СИ на поверку, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном результате поверке) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

11.3. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Методика приготовления контрольных растворов общего хлора в воде

Для приготовления контрольных растворов общего хлора в воде используются:

- стандартный образец массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) ГСО 10138-2012;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
- колбы мерные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 2 класса точности по ГОСТ 29228-91
- цилиндр мерный 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.

Стандартные образцы готовятся в соответствии с инструкцией по применению, приведённой в паспорте. Растворы на основе СО используются сразу же после приготовления растворов.

Приготовление основного раствора

В чистую, сухую мерную колбу вместимостью 1000 см³ поместить содержимое стеклянной ампулы, растворить в дистиллированной воде и довести раствор до метки на колбе, тщательно перемешать. Полученному раствору приписывают аттестованное значение, приведенное в паспорте.

Пример приготовления контрольных растворов объемным разбавлением из основного раствора (аттестованное значение 214,0 мг/дм³, относительная погрешность аттестованного значения ±2,0 %) приведен в таблице А1.

Таблица А1

№ п/п	Массовая концентрация, мг/дм ³	Объем мерной колбы, см ³	Объем аликвоты, см ³	Абсолютная погрешность приготовления растворов, мг/дм ³	Относительная погрешность приготовления растворов, %
1	19,0	500	44,4	0,570	3,00
2	10,0	500	23,4	0,300	3,00
3	1,9	500	4,4	0,043	2,24
4	1,0	500	2,3	0,022	2,24
5	0,19	500	0,44	0,006	2,24

Абсолютная погрешность массовой концентрации общего хлора рассчитывается по формуле:

$$\Delta = \sqrt{\left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2 + \delta_{CO}^2 + \sum_{i=1}^n \delta_{\Pi}^2}, \quad (A.1)$$

где Δ_V – предельное значение возможного отклонения объема мерной колбы от номинального значения, см³ по ГОСТ 1770-74;

V – вместимость мерной колбы, см³;

δ_{CO} – относительная погрешность аттестованного значения СО при $P=0,95$, %;

δ_{Π} – относительная погрешность градуированной пипетки или цилиндра, используемых для отбора аликвоты, %;

n – количество отборов аликвоты.

Методика приготовления контрольных растворов озона в воде

Для приготовления контрольных растворов озона в воде используются:

- средства измерений, материалы и реактивы, указанные в ГОСТ 18301-72 «Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного озона»,
- термостат жидкостной «ТЕРМОТЕСТ-100»;
- синтезатор озона (в соответствии с таблицей 2 настоящей МП в зависимости от диапазона измерений);
- кислород газообразный технический 2-й сорт по ГОСТ 5583-78 в баллоне под давлением;
- азот газообразный технический повышенной чистоты по ГОСТ 9293-74;
- редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4 по ТУ 3645-026-00220531-95 в комплекте с вентилем точной регулировки трассовым ВТР-4.

Подготовить синтезатор озона к работе в соответствии с его эксплуатационными документами и задать последовательно значения массовой концентрации на его выходе в соответствии с таблицей Б1.

Таблица Б1

Диапазон измерений массовой концентрации растворенного озона, мг/дм ³	Номер контрольного раствора	Заданное значение массовой концентрации озона в кислородно-озоновой смеси на выходе синтезатора озона, мг/дм ³	Расчетное номинальное значение массовой концентрации растворенного в воде озона, мг/дм ³ (при температуре раствора 10 °С)*
от 0,005 до 2	1	0,3	0,1
	2	2,8	1,0
	3	5,0	1,8
от 0,005 до 20	1	2,8	1
	2	27,8	10
	3	50,0	18

Расчетное номинальное значение массовой концентрации растворенного озона рассчитывается по формуле:

$$X = X_0 \cdot K, \quad (\text{Б.1})$$

где X – значение массовой концентрации растворенного озона в растворе, мг/дм³,
 X_0 – массовая концентрация озона в кислородно-озоновой смеси на выходе синтезатора озона, мг/дм³,
 K – коэффициент распределения, равный 0,36 при температуре раствора плюс 10 °С¹⁾.

Емкость с дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018, объемом не менее 1 дм³, поместить в термостат, провести термостатирование при плюс 10 °С.

Кислородно-озоновые смеси от синтезатора озона пропустить (барботировать) через емкость, находящуюся в термостате при температуре плюс 10 °С в течение не менее

¹⁾ Данные из источника Л.А. Кульский. Теоретические основы и технологии кондиционирования воды. Киев: Наук. думка, 1983, стр. 309-310.

30 минут. Затем отобрать по 200-250 см³ воды в 2 конические колбы и провести определение массовой концентрации озона в отобранных пробах воды по ГОСТ 18301-72. Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата k=2) составляет 5 %. Указанная неопределенность соответствует границам относительной погрешности результата измерений $\pm 5\%$ при доверительной вероятности 0,95.

Контрольный раствор для проверки нулевых показаний анализатора готовить идентично контрольным растворам озона, барботируя чистый газ – азот через дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144-2018, находящуюся в сосуде, помещенном в термостат и термостатированную при плюс 10 °С.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер	
Изготовитель	
Год выпуска	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на СО	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Результаты идентификации ПО _____
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки) _____

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

5. Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) _____

На основании результатов поверки внесена запись в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений № _____

выдано:

Свидетельство о поверке № _____ от _____

Извещение о непригодности № _____ от _____

Поверитель _____ от _____