

УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
К.В. Гоголинский
«30» марта 2017 г.



Анализаторы жидкости промышленные серии AQUIS, модификаций
AQUIS touch S, AQUIS touch P, AQUIS 500RS, AQUIS 500AS

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-209-0032-2016

Руководитель лаборатории
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
В.И. Суворов

« _____ » _____ 2017 г.

2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости промышленные серии AQUIS, модификаций AQUIS touch S, AQUIS touch P, AQUIS 500RS, AQUIS 500AS, производства компании «JUMO GmbH & Co.KG» (JUMO GmbH & Co.KG), Германия, предназначенные для измерений pH, окислительно-восстановительного потенциала (ОВП), удельной электрической проводимости (УЭП), массовой концентрации растворенного в воде кислорода, массовой концентрации растворенного в жидкостях озона (O₃), массовой концентрации перекиси водорода (H₂O₂) и температуры (T) жидких сред.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

Допускается проведение поверки отдельных каналов. Проведение поверки по отдельным измерительным каналам проводится по письменному заявлению держателя средства измерений, информация о фактически проведенной поверке отражается в свидетельстве о поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение абсолютной погрешности в режиме измерений температуры	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение относительной погрешности в режиме измерений удельной электропроводности	п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение абсолютной погрешности в режиме измерений pH	п. 6.4.3	Да	Да
4.4. Определение абсолютной погрешности анализатора в режиме измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП)	п. 6.4.4	Да	Да
4.5. Определение приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности в режиме измерений массовой концентрации озона	п. 6.4.5	Да	Да
4.6. Определение относительной погрешности анализатора в режиме измерений массовой концентрации пероксида водорода	п. 6.4.6	Да	Да
4.7. Определение относительной погрешности анализатора в режиме измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода	п. 6.4.7	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается.

2. Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются средства измерений и оборудование, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Характеристики
Термометр лабораторный электронный ЛТ-300	Диапазон измерений температуры, °С: от минус 50 до плюс 300 Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности в диапазоне от минус 50 до плюс 199,99 °С: $\pm 0,05$ °С
Термостат жидкостной серии «Термотест-100»	Диапазон регулирования температуры от -30 до +100 °С, нестабильность поддержания установленной температуры в течение 30 минут: не более $\pm 0,01$ °С
Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1	Диапазон измерений УЭП жидкостей от 10^{-4} до 100 См/м, пределы допускаемой относительной погрешности измерений в диапазоне измерений УЭП жидкостей: - от 100 мкСм/м до 100 См/м: $\pm 0,25$ %; - от 1 мкСм/м до 100 мкСм/м: $\pm 0,5$ %
Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов рН 2-го разряда	Диапазон воспроизведения рН от 1,65 до 12,43, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения рН $\pm 0,004$ (при температуре 25 °С)
Стандарт-титры СТ-ОВП-01 в соответствии с ГОСТ 8.639-2014	В соответствии с приложением А ГОСТ 8.639-2014
Генератор озона «А-с-ГОКСф-5-02-ОЗОН»	Концентрация озона на выходе: 1,0 – 50 мг/дм ³
Поверочные растворы с массовой концентрацией озона в воде	В соответствии с Методикой измерений массовой концентрации озона в воде титриметрическим методом (Приложение А)
Перекись водорода, осч (8-4) по ТУ 2611-003-57856778-2004	ТУ 2611-003-57856778-2004
СО состава искусственной газовой смеси (состава O ₂ + N ₂) на основе инертных и постоянных газов	ГСО 10531-2014

2.2 Допускается применять средства, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3 Требования безопасности

3.1 К работе с приборами, используемые при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

3.2 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.3 Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

3.4 Помещение, в котором проводятся испытания, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: от 15 до 35;
- относительная влажность воздуха, %: от 30 до 85;
- атмосферное давление, кПа: от 86,0 до 106,7;

5 Подготовка к поверке

5.1 Подготовить анализатор к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев анализатора в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность анализатора в режиме измерения.

Подготовить к работе анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. Перед проведением поверки анализатор необходимо откалибровать в соответствии с руководством по эксплуатации

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализаторов проверяется соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализаторов технической документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Анализаторы считаются выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют перечисленным выше требованиям.

Анализаторы с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей анализаторов согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Анализаторы имеют встроенное программное обеспечение (ПО), которое запускается в автоматическом режиме после включения анализатора. ПО запускается автоматически после включения прибора в сеть. Просмотр версии ПО доступен в разделе «Информация о приборе» пункта меню прибора «Общее», в окне ПО «Версия».

Анализаторы считаются прошедшими поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или выше номера версии, указанного в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1 Определение абсолютной погрешности анализатора в режиме измерений температуры

6.4.1.1 Определение абсолютной погрешности анализатора в режиме измерений температуры проводят путем сравнения значений, полученных на анализаторе со значением эталонного термометра. Измерения проводят в трех точках, расположенных на начальном (5-10 %), среднем (40-60 %) и конечном (70-90 %) участках диапазона.

6.4.1.2. Подготовить анализатор к режиму измерения температуры, согласно руководству по эксплуатации. Поместить датчик температуры анализатора и термометр лабораторный электронный ЛТ-300 в термостат жидкостной серии «Термотест-100». Измерения проводят в трех точках, расположенных на начальном (5-10 %), среднем (40-60 %) и конечном (70-90 %) участках диапазона. Стабилизацию температуры проводить не менее 30 минут. Сравнить показание канала измерения температуры анализатора и показание значения температуры термометра лабораторного электронного ЛТ-300.

6.4.1.3. Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт}} \quad (1), \quad \text{где}$$

$t_{\text{изм}}$ – значение температуры, измеренное анализатором, °С;

$t_{\text{эт}}$ – значение температуры, измеренное термометром лабораторным электронным ЛТ-300, °С.

6.4.1.4. Результаты испытания считаются положительными, если в процессе поверки значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,5$ °С.

6.4.2 Определение относительной погрешности анализатора в режиме измерений удельной электропроводности.

6.4.2.1. Определение относительной погрешности анализатора в режиме измерений удельной электропроводности проводить путем сравнения значений УЭП эталонных растворов, приготовленных в соответствии с Р 50.2.021-2002, измеренных поверяемым анализатором и установкой кондуктометрической поверочной КПУ-1.

6.4.2.2. Значение δ , % относительной погрешности измерения УЭП рассчитывают по формуле:

$$\delta_{\text{УЭП}} = \frac{x_1 - x_0}{x_0} \cdot 100\% \quad (2), \text{ где}$$

x_1 - значение УЭП контрольного раствора, измеренное поверяемым анализатором, См/м;

x_0 - значение УЭП контрольного раствора, измеренное установкой кондуктометрической поверочной КПУ-1 и принятое за действительное, См/м

6.4.2.3 Анализатор считают прошедшим поверку, если для каждого раствора значение относительной погрешности измерений УЭП не превышает $\pm 1,0$ % (с контактным датчиком) и $\pm 1,5$ % (с индуктивным датчиком).

6.4.3 Определение абсолютной погрешности анализатора в режиме измерений рН

6.4.3.1. Определение абсолютной погрешности анализатора в режиме измерений рН проводить путем сравнения значений рН эталонных растворов, измеренных анализатором, с аттестованными значениями эталонных растворов при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

6.4.3.2. Абсолютную погрешность измерений рН рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta \text{pH} = \text{pH}_{\text{изм}} - \text{pH}_{\text{эт}} \quad (3), \quad \text{где}$$

$\text{pH}_{\text{изм}}$ - значение рН измеренное анализатором;

$\text{pH}_{\text{эт}}$ - аттестованное значение рН эталонного раствора

6.4.3.3. Результаты поверки считаются положительными, если для каждого раствора значение абсолютной погрешности измерений рН не превышает $\pm 0,05$ (AQUIS touch P, AQUIS touch S) и $\pm 0,5$ (AQUIS 500AS)

6.4.4. Определение абсолютной погрешности анализатора в режиме измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП)

6.4.4.1. Определение абсолютной погрешности анализатора в режиме измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) проводить путем сравнения расчетных значений ОВП контрольных растворов, приготовленных по ГОСТ 8.639-2014, со значениями, полученными на анализаторе. Измерения проводить при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

6.4.4.2. Абсолютную погрешность измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta \text{ОВП} = \text{ОВП}_{\text{изм}} - \text{ОВП}_{\text{эт}} \quad (4), \quad \text{где}$$

$\text{ОВП}_{\text{изм}}$ – значение ОВП, измеренное анализатором, мВ;

$\text{ОВП}_{\text{эт}}$ – действительное значение ОВП, мВ.

6.4.4.3. Результаты поверки считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений ОВП не превышает ± 10 мВ (AQUIS touch P, AQUIS touch S) и ± 50 мВ (AQUIS 500AS)

6.4.5. Определение приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности анализатора в режиме измерений массовой концентрации озона

6.4.5.1. Датчик анализатора погружают в емкость с дистиллированной водой.

6.4.5.2. Готовят раствор для титрования. Для этого озono-воздушные газовые смеси, создаваемые генератором озона «А-с-ГОКСф-5-02-ОЗОН», пропускают (барботируют) через емкость с дистиллированной водой (с погруженным в эту же емкость датчиком анализатора) в течение 30 минут.

6.4.5.3. Дожидаются стабилизации показаний на дисплее анализатора. Снимают показание анализатора, заносят в протокол испытаний. Затем из емкости с датчиком анализатора отбирают по $200-250$ см³ воды в 2 конических колбы, подготовленных согласно п. 8 Приложения А.

6.4.5.4. Проводят 2 титрования согласно п. 8 Приложения А. Результаты титрований заносят в протокол испытаний.

6.4.5.5. Значения приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности измерений массовой концентрации растворенного озона γDO , % рассчитывают по формуле:

$$\gamma\text{DO} = \frac{C_{\text{д}} - C}{\text{ВПИ}} \cdot 100 \% \quad (5), \quad \text{где}$$

C_n – показание анализатора, мг/дм³;
 C – результат титрования согласно Приложения А, мг/дм³;
ВПИ – верхний предел измерений, мг/дм³.

6.4.5.6. Результаты поверки считаются положительными, если в процессе поверки значение приведенной к верхнему пределу диапазона измерений погрешности анализатора в трех интервалах (1 интервал: от 5 % до 10 %; 2 интервал: от 40 % до 60 %; 3 интервал: от 70 % до 90 %) диапазона измерений анализатора в режиме измерений массовой концентрации озона не превышает ± 15 %.

6.4.6. Определение относительной погрешности анализатора в режиме измерений массовой концентрации пероксида водорода

Определение относительной погрешности измерения массовой концентрации пероксида водорода проводят путем сравнения значений массовой концентрации пероксида водорода в контрольных растворах, приготовленных на основе реактива «Перекись водорода осч (8-4)» по ТУ 2611-003-57856778-2004 методом разбавления дистиллированной водой со значениями массовой концентрации пероксида водорода, полученными на анализаторе. Проверку нулевого значения массовой концентрации пероксида водорода проводить с помощью дистиллированной воды ГОСТ 6709-72 (АР-2 в Приложении Б).

Расчетные значения массовой концентрации пероксида водорода в контрольных растворах указаны в таблице Б.1 приложения Б к настоящей программе. Действительные значения массовой концентрации пероксида водорода в контрольных растворах определяют в соответствии с п. 3.3. «Определение массовой доли перекиси водорода» ГОСТ 177-88 Перекись водорода. Технические условия (с Изменением №1).

В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Значение δ_{PO} , % относительной погрешности измерения массовой концентрации пероксида водорода рассчитывают по формуле:

$$\delta_{PO} = \frac{C_n - C}{C} \cdot 100\% \quad (6), \quad \text{где}$$

C_n – массовая концентрация пероксида водорода в контрольном растворе, измеренная анализатором, мг/дм³;

C – массовая концентрация пероксида водорода в контрольном растворе, определенная в соответствии с ГОСТ 177-88, мг/дм³.

Результаты поверки считаются положительными, если значение относительной погрешности измерения массовой концентрации пероксида водорода не превышает ± 15 %.

6.4.7. Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности анализатора в режиме измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода

Проверку диапазона измерений и определение относительной погрешности анализатора в режиме измерений растворенного в воде кислорода проводят путем сравнения значений растворенного в воде кислорода в растворах, приготовленных в соответствии с приложением А, измеренных анализатором с расчетными значениями. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_{DO} = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100\% \quad (7) \quad \text{где}$$

X_1 – массовая концентрация растворенного в воде кислорода измеренная анализатором, мг/дм³;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода в растворе, мг/дм³.

Результаты поверки считаются положительными, если значение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода не превышает $\pm 2\%$.

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Д, в котором указывается его соответствие предъявляемым требованиям.

7.2. Результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке или извещения о непригодности.

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если анализаторы удовлетворяют всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке. Знак поверки в виде голографической наклейки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке, допускается нанесение на анализатор, над дисплеем.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

Методика измерений массовой концентрации озона в воде титриметрическим методом

1. Характеристики погрешности измерений

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата $k=2$) составляет 5 %

Указанная неопределенность соответствует границам относительной погрешности результата измерений ± 5 % при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Метод основан на окислении озоном йодида калия до йода, который титруют раствором серноватистокислового натрия в сернокислой среде. Мешают определению: железо, нитриты и другие соединения, способные выделять йод из йодида калия. В методику вносят дополнительные процедуры по выделению озона из растворов.

3. Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Весы аналитические ВЛР-200 с погрешностью 0,1 мг	ГОСТ 24104-88;
Меры массы	ГОСТ 7328-82
Термометр ртутный, лабораторный тип ТЛ-2 0-100 ⁰ С, цена деления - 0,5 ⁰ С	ГОСТ 215-73Е;
Барометр-анероид М67	ТУ 2504-1797-75
Колбы конические	ГОСТ 23932-79Е
Колбы мерные 2-1000-2	ГОСТ 1770-74Е
Микробюретки 2-3-2. или 2-3-5	ГОСТ 20292-74Е
Пипетки 1-2-1; 1-2-2; 2-2-5; 2-2-10	ГОСТ 20292-74Е
Цилиндр, объемом 200 см ³	ГОСТ 20292-74Е
Колбы конические вместимостью 250 см ³	ГОСТ 25336-82Е
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Серная кислота, х.ч.	ГОСТ 4204-77
Калий йодистый ч,д,а,	ГОСТ ;4232-77
Крахмал растворимый.	ГОСТ 10163
Натрий серноватистокислый (стандарт-титр)	ТУ 609-2540-87
Салициловая кислота	ТУ 25.11.1136-75

Примечание: все перечисленные средства измерений могут быть заменены аналогичными, с метрологическими характеристиками, не уступающими вышеуказанным.

4. Требования безопасности

Оператор должен пройти инструктаж по технике безопасности, соблюдать все меры предосторожности при работе в химических лабораториях с токсичными веществами. При работе на предприятии оператор должен пройти инструктаж по ТБ и соблюдать правила ТБ, принятые на предприятии.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты химики, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 должны быть соблюдены следующие условия:

атмосферное давление	630-800 мм рт. ст.;
температура окружающего воздуха	20 ± 5 °С;
влажность окружающего воздуха	не более 80 % при температуре 25 °С;

Объем проб воды для определения содержания озона должен быть не менее 1 дм³, измерение содержания озона проводить сразу же после отбора пробы, устойчивость растворов, содержащих озон, падает с повышением температуры и рН.

7. Подготовка к выполнению измерений

7.1 Приготовить основной стандартный титрующий 0,1Н раствор серноватистокислого натрия (в соответствии с инструкциями приготовления титр-раствора).

7.2 Приготовить рабочий стандартный 0,005Н раствор серноватистокислого натрия: 50 см³ 0,1Н основного раствора внести в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавить прокипяченной дистиллированной водой, добавить 0,2 г углекислого натрия и довести объем до 1 дм³. 1 см³ раствора содержит 0,120 мг озона.

7.3 Приготовить раствор йодистого калия: 20 г йодистого калия растворить в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде, довести объем до 1 дм³. Используют только свежеприготовленный раствор.

7.4 Приготовить 1Н раствор серной кислоты: 28 г концентрированной серной кислоты осторожно небольшими порциями добавить к 750 см³ дистиллированной воды, охладить и довести до 1 дм³.

7.5 Приготовить 0,5% раствора крахмала: 5 г растворимого крахмала смешать с 50 см³ холодной дистиллированной воды и приливать к 950 см³ кипящей дистиллированной воды. Приготовленный реактив консервировать добавлением 1,25 г салициловой кислоты или 1-2 см хлороформа.

8. Выполнение анализа

В коническую колбу с притертой пробкой вносят 10 см³ 2,0 %-ого раствора йодистого калия, 20 см³ 1,0Н раствора серной кислоты и 200-250 см³ исследуемой воды.

Пользуясь бюреткой, титруют 0,005Н раствором серноватистокислого натрия до соломенно-желтой окраски раствора, прибавляют 2 см³ крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски. Фиксируют объем раствора серноватистокислого натрия пошедшего на титрование и записывают полученный результат. Проводят не менее двух параллельных титрований.

Параллельно проводят холостой опыт на дистиллированной воде для обнаружения возможного загрязнения реактивов. Для этого к 200 см³ дистиллированной воды прибавляют 10 см³ раствора КУ, 20 см³ серной кислоты и 2 см³ крахмала. При появлении синей окраски, титруют 0,005Н раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания.

9. Проверка приемлемости результатов титрования

Проверку осуществляют при каждом анализе отобранной пробы по величине разницы между двух результатов параллельных титрований.

Результаты признаются приемлемыми при выполнении условия:

$$\frac{A_1 - A_2}{\bar{A}} \cdot 100 \leq d_A, \quad (1)$$

где: A_1 и A_2 - объем раствора серноватистокислого натрия, пошедший на титрование аликвоты пробы, см³;

\bar{A} - среднее арифметическое значение результатов титрования, см³;

d_A - норматив, %, $d_A = 2$ %.

10. Вычисление результатов измерений

Содержание озона (C , г/м³) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{(\bar{A} - \bar{B}) \cdot N \cdot 24 \cdot 1000}{V}, \quad (2)$$

где \bar{A} – средний объем раствора серноватистокислого натрия, пошедшего на титрование пробы, см³

\bar{B} – средний объем раствора серноватистокислого натрия, пошедшего на титрование холостой пробы, см³

N – нормальность молярной концентрации эквивалента раствора серноватистокислого натрия, моль/см³

24 – масса озона, соответствующая 1 см³ 1Н раствора серноватистокислого натрия, мг/моль

V – объем аликвоты пробы, взятой для титрования, см³.

11. Оформление результатов измерений

Результат измерения округляется до 2-х значащих цифр и записывается в виде:

$$(C \pm 0,05C) \text{ г/м}^3 \quad (3)$$

**Методика приготовления контрольных растворов
пероксида водорода**

Б.1. Назначение и область применения методики

Методика устанавливает порядок приготовления контрольных растворов пероксида водорода с концентрациями, указанными в таблице Б.1 для проведения испытаний в целях утверждения типа анализаторов жидкости промышленных серии AQUIS, модификаций AQUIS touch S, AQUIS touch P, AQUIS 500RS, AQUIS 500AS.

Таблица Б.1

Контрольный раствор	Объем основного раствора для приготовления, см ³	Объем колбы, см ³	Расчетная концентрация контрольного раствора С _{АР} , мг/дм ³ (%)	Относительная погрешность приготовления контрольного раствора, %
АР-1 (Основной) ТУ 2611-003-57856778-2004	-	-	318*10 ³ (31,8 %)	0,5
АР-2	-	1000 см ³ дистиллированной воды	0	-
АР-3	15,0	1000	4770 (4,77)	3,6
АР-4	28,0	1000	8904 (8,904)	2,6
АР-5	57,0	1000	18126 (18,126)	2,6
АР-6	140,0	1000	44520 (44,520)	2,3

Б.2. Процедура приготовления

Б.2.1 Проверку нулевого значения массовой концентрации пероксида водорода проводить с помощью дистиллированной воды ГОСТ 6709-72 (АР-2 с концентрацией пероксида водорода 0 мг/дм³).

Б.2.2 Приготовление раствора АР-3 с концентрацией пероксида водорода 4770 мг/дм³.

С помощью градуированной пипетки объемом 5 см³ отбирают 15 см³ раствора АР-1 и помещают в мерную колбу. Доводят раствор дистиллированной водой до метки.

Расчет погрешности раствора АР-3 δ_{АР-3}, % производят по формуле (Б.1).

$$\delta_{АР-2} = \sqrt{\left(\frac{\delta_{АР-1}}{100}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_M}{C_{АР}}\right)^2 + n \cdot \left(\frac{\Delta_{V1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V2}}{V_2}\right)^2} \cdot 100, \quad (Б.1)$$

где δ_{АР-1} - относительная погрешность приготовления раствора АР-1, %;

Δ_М - абсолютная погрешность метода определения массовой доли перекиси водорода в соответствии с п. 3.3. «Определение массовой доли перекиси водорода» ГОСТ 177-88 Перекись водорода. Технические условия (с Изменением №1), % (Δ_М = 0,15 %);

С_{АР} – расчетная концентрация контрольного раствора, выраженная в %;

Δ_{В1} - предельное значение возможного отклонения объема градуированной пипетки от номинального значения, см³;

V₁ – отбираемый объем, см³;

Δ_{V2} - предельное значение возможного отклонения объема мерной колбы от номинального значения, см^3 ;

V_2 - объем мерной колбы, см^3 ;

n – количество произведенных отборов основного раствора (сколько раз брали основное вещество с помощью градуированной пипетки).

Б.2.3 Приготовление раствора АР-4 с концентрацией пероксида водорода 8904 мг/дм^3 .

С помощью градуированной пипетки объемом 10 см^3 отбирают 28 см^3 раствора АР-1 и помещают в мерную колбу. Доводят раствор дистиллированной водой до метки.

Расчет погрешности раствора АР-4 $\delta_{\text{АР-4}}$, % производят по формуле (Б.1).

Б.2.4 Приготовление раствора АР-5 с концентрацией пероксида водорода 18126 мг/дм^3 .

С помощью градуированной пипетки объемом 10 см^3 и мерного цилиндра объемом 50 см^3 отбирают 57 см^3 раствора АР-1 и помещают в мерную колбу. Доводят раствор дистиллированной водой до метки.

Расчет погрешности раствора АР-5 $\delta_{\text{АР-5}}$, % производят по формуле (Б.2).

$$\delta_{\text{АР-5}} = \sqrt{\left(\frac{\delta_{\text{АР-1}}}{100}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_M}{C_{\text{АР}}}\right)^2 + n_1 \cdot \left(\frac{\Delta_{V1}}{V_1}\right)^2 + n_2 \cdot \left(\frac{\Delta_{V2}}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V3}}{V_3}\right)^2} \cdot 100 \quad (\text{Б.2})$$

где $\delta_{\text{АР-1}}$ – относительная погрешность приготовления раствора АР-1, %;

Δ_M – абсолютная погрешность метода определения массовой доли перекиси водорода в соответствии с п. 3.3. «Определение массовой доли перекиси водорода» ГОСТ 177-88 Перекись водорода. Технические условия (с Изменением №1), % ($\Delta_M = 0,15 \%$);

$C_{\text{АР}}$ – расчетная концентрация контрольного раствора, выраженная в %;

Δ_{V1} – предельное значение возможного отклонения объема градуированной пипетки от номинального значения, см^3 ;

Δ_{V2} – предельное значение возможного отклонения объема мерного цилиндра от номинального значения, см^3 ;

V_1, V_2 – отбираемый объем, см^3 ;

Δ_{V3} – предельное значение возможного отклонения объема мерной колбы от номинального значения, см^3 ;

V_3 – объем мерной колбы, см^3 ;

n_1 – количество произведенных отборов основного раствора (сколько раз брали основное вещество с помощью градуированной пипетки);

n_2 – количество произведенных отборов основного раствора (сколько раз брали основное вещество с помощью мерного цилиндра).

Б.2.5 Приготовление раствора АР-6 с концентрацией пероксида водорода 44520 мг/дм^3 .

С помощью градуированной пипетки объемом 10 см^3 и мерного цилиндра объемом 100 см^3 отбирают 140 см^3 раствора АР-1 и помещают в мерную колбу. Доводят раствор дистиллированной водой до метки.

Расчет погрешности раствора АР-6 $\delta_{\text{АР-6}}$, % производят по формуле (Б.2).

**Инструкция по приготовлению контрольных растворов
растворенного кислорода.**

С помощью ГСО-ПГС готовят контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного кислорода. Требуемые ГСО-ПГС указаны в табл. 3.

Стакан объемом 1 л промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ 6709.

При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с ПГС. Расход газовой смеси визуальнo устанавливают 2...10 пузырьков в секунду.

В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания.

Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 40 минут.

Расчетное значение концентрации растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле 4.

Таблица 3.

№	Номер ГСО	Компонентный состав	Номинальное значение объемной доли O ₂ в баллоне, C _n , %	Погрешность аттестованного значения, %, δ _б , не более	Массовая концентрация растворенного кислорода, C, мг/л
1	10531-2014	O ₂ +N ₂	0,499	0,007	0,201
2	10531-2014		5,01	0,05	2,014
3	10531-2014		20,03	0,08	8,052
4	10531-2014		30,26	0,12	12,165

$$C = \frac{X \cdot P_{атм}}{X_0 \cdot P_n} \cdot A \quad (4)$$

где:

P_{атм} – атмосферной давление, кПа;

P_n – нормальное давление, равное 101,3 кПа

X – значение объемной доли O₂ в ГСО-ПГС, %

X₀ – относительное объемное содержание кислорода в стандартной атмосфере, равное 20,94%

A – растворимость (равновесная концентрация) кислорода, опубликованная ЮНЕСКО (ИСО 5813) в качестве справочного материала (приложение Г)

Значения равновесных концентраций кислорода при насыщении воды атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении 101,325 кПа (760 мм рт.ст.) в зависимости от температуры, мг/дм³

A \ t	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26
1,0	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87
2,0	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49
3,0	13,46	13,42	13,39	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14
4,0	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80
5,0	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48
6,0	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17
7,0	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8,0	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59
9,0	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32
10,0	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06
11,0	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81
12,0	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56
13,0	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14,0	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11
15,0	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90
16,0	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69
17,0	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49
18,0	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30
19,0	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11
20,0	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93
21,0	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76
22,0	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60
23,0	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43
24,0	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28
25,0	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26,0	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98
27,0	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84
28,0	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
29,0	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57
30,0	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44
31,0	7,44	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32,0	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33,0	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34,0	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35,0	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89

Протокол поверки

Анализатор жидкости промышленный серии AQUIS, модификации
AQUIS touch S / AQUIS touch P / AQUIS 500RS / AQUIS 500AS

Зав. № _____

Модификация _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Подтверждение соответствия ПО _____
4. Результаты определения погрешностей измерения:

Заключение _____

Поверитель _____

Сведения о средствах поверки _____

Сведения о документе МП _____

Дата _____