

УТВЕРЖДАЮ

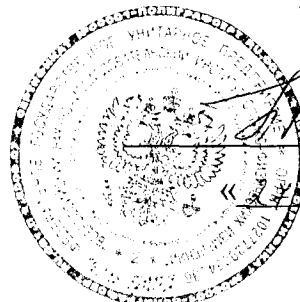
Руководитель ГЦИ СИ -

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ»

Н.П. Муравская

65 2011 г.



МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Мутномеры портативные 2100Q и 2100Qis

«Hach Company», США.

Москва, 2011 г.

Настоящая методика распространяется на мутномеры портативные 2100Q и 2100Qis, компании «Hach Company», США, предназначенные для измерений мутности методом нефелометрии при оценке качества сточных и питьевых вод, и определяет методы и средства первичной и периодической поверки.

Межповерочный интервал – 1 год.

2 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении первичной и периодической поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п\п.	Наименование операций	Номер пункта методики поверки
1	Внешний осмотр	7.1
2	Опробование	7.2
3	Определение метрологических характеристик	7.3
3.1	Определение диапазона измерений мутности	7.3.1
3.2	Определение абсолютной погрешности измерений мутности	7.3.2
3.3	Определение относительной погрешности измерений мутности	7.3.3
3.4	Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений мутности	7.3.4
4	Оформление результатов поверки	7.4

2.2 При получении отрицательных результатов хотя бы одной операции поверка прекращается.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.

2.1 При проведении первичной и периодической поверки должны быть использованы средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики.
7.3.1-7.3.3	ГСО 7271-96 Государственные стандартные образцы мутности (формазиновая суспензия). Выпускаются в соответствии с сертификатом № 2634 об утверждении типа ГСО. Аттестованное значение ГСО: 4000 ЕМФ Относительная погрешность аттестованного значения ГСО при доверительной вероятности 0,95: 2 %. 1-канальный механический дозатор с варьируемым объемом дозирования 1000 - 10000мкл Доп.сист.

	<p>погр.±(3,0-0,6)% Доп.СКО(0,6-0,3)%. (Или пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91, 29169-91)</p> <p>Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74.</p> <p>Стаканы химические по ГОСТ 25336-82.</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 дополнительно очищенная системой очистки воды Synergy System Kit или Elix (производства Millipore (Франция)), имеющая конечный фильтр с размерами пор 0,22 мкм.</p>
--	---

3.2 Допускается использовать средства поверки других типов, обеспечивающие контроль метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ И ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на мутномеры портативные 2100Q и 2100Qis;
- получившие первичный и внеочередной инструктаж по технике безопасности при работе в данной лаборатории;
- аттестованные в качестве поверителей в соответствии с ПР 50.2.012 - 94

4.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации мутномеров портативных 2100Q и 2100Qis.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

5.1 При поверке должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, $^{\circ}\text{C}$ +15...+25
- относительная влажность, % не более 80
- атмосферное давление, кПа 94...106

5.2 Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на метрологические характеристики мутномеров портативных 2100Q и 2100Qis, должны быть исключены.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Перед проведением поверки мутномеры портативные 2100Q и 2100Qis следует подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре следует визуально оценить внешний вид прибора и отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность; убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера мутномера портативного 2100Q и 2100Qis; проверить комплектность прибора (без запасных частей и расходных материалов).

Мутномер портативный 2100Q и 2100Qis считается годным для применения, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, комплектность соответствует техническому описанию, тип и серийный номер прибора четко видны на маркировке.

7.2 Опробование

Включить мутномер портативный 2100Q и 2100Qis в соответствии с Руководством по эксплуатации и проверить его работоспособность.

Мутномер портативный 2100Q и 2100Qis считается годным для применения, если включение и подготовка его к работе прошла без отклонений от требований Руководства по эксплуатации

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение диапазона измерений мутности

Определение диапазона измерений мутности совмещено с определением абсолютной и относительной погрешности измерений мутности.

Готовят растворы мутности в соответствии с инструкцией по применению государственных стандартных образцов мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 и РМГ 60-2003 Смеси аттестованные. Общие требования.(Методика приготовления аттестованных растворов мутности приведена в приложении А)

Мутномер считается прошедшим проверку, если диапазон измерений мутности составляет от 0,1 до 1000 ЕМФ.

7.3.2 Определение абсолютной погрешности измерений мутности

Измерения проводят на образце приготовленного раствора со значением мутности равным 2 ЕМФ. Число измерений должно быть не менее 5.

Абсолютная погрешность измерений мутности рассчитывается по формуле (1):

$$\Delta_i = |X_i - X_d|, \quad (1)$$

где X_i - результат единичного измерения, ЕМФ

X_d - действительное значение мутности приготовленного раствора, ЕМФ

Δ_i - абсолютная погрешность i -го измерения, ЕМФ

Полученные значения абсолютной погрешности измерений мутности не должны превышать 0,1 ЕМФ.

7.3.3 Определение относительной погрешности измерений мутности

Измерения проводят на 4-х образцах приготовленных растворов (1000 ЕМФ; 500 ЕМФ; 200 ЕМФ; 20 ЕМФ), начиная с образца с наименьшим значением мутности (20 ЕМФ). Число измерений должно быть не менее 5.

Вычисляют погрешность измерений (Δ_j) по формуле (2):

$$\Delta_j = X_{cp} - X_d, \quad (2)$$

где X_{cp} - среднее арифметическое значение серии измерений, ЕМФ

X_i - результат единичного измерения, ЕМФ

n - число измерений, равное 5.

X_d - действительное значение мутности приготовленного раствора, ЕМФ.

Относительную погрешность измерений мутности рассчитать по формуле (3):

$$\delta_i = (\Delta_j / X_i) \cdot 100\% , \quad (3)$$

Полученные значения относительной погрешности измерений мутности не должны превышать $\pm 6\%$.

7.3.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений мутности.

Вычисляют среднее арифметическое значение серии измерений мутности (X_{cp}) по формуле (4) и относительное СКО результатов измерений мутности по формуле (5):

$$X_{cp} = \sum X_i / n , \quad (4)$$

$$S_m = (100/X_{cp}) \cdot \sqrt{(\sum (X_{cp} - X_i)^2 / (n - 1))} , \% \quad (5)$$

где S_m - относительное СКО результатов измерений мутности (m – номер раствора),

X_{cp} - среднее арифметическое значение измерений, ЕМФ,

X_i - результат единичного измерения, ЕМФ,

n - число измерений, равное 5.

Рассчитанные значение относительного СКО результатов измерений мутности должны быть не более 3 %.

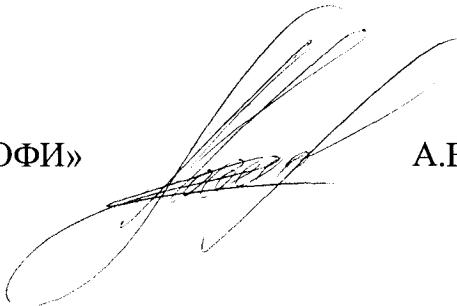
7.4 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.4.1 При положительном результате поверки выдается свидетельство о поверке установленной формы в соответствии с ПР 50.2.006-94.

7.4.2 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причин.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов



ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ МУТНОСТИ НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО СТАНДАРТНОГО ОБРАЗЦА МУТНОСТИ (ФОРМАЗИНОВАЯ СУСПЕНЗИЯ - ГСО 7271-96)

A.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов мутности на основе разбавления государственного стандартного образца мутности (формазиновая супензия – ГСО 7271-96), предназначенных для поверки и калибровки мутномеров портативных 2100Q и 2100Qis. Аттестованное значение мутности в растворах находится в диапазоне от 2 до 1000 ЕМФ.

A.2 Нормы и погрешности

A.2.1 Характеристики погрешности аттестованных растворов мутности оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов мутности.

A.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение аттестованных растворов мутности с погрешностью аттестованных значений мутности не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm\Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

A.3 Средства измерений, приборы и реактивы

A.3.1 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74

A.3.2 Стакан химический по ГОСТ 25336-82

A.3.3 Бумага фильтровальная

A.3.4 1-канальный механический дозатор с варьируемым объемом дозирования 1000-10000мкл, доп.сист.погр. $\pm(3,0-0,6)\%$, доп.СКО($0,6-0,3\%$), пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29169-9, 29228-91(или другой механический дозатор с варьируемым объемом дозирования с аналогичными метрологическими характеристиками).

A.3.5 Государственный стандартный образец мутности (формазиновая супензия) ГСО 7271-96, или ГСО другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

A.3.6 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия, дополнительно очищенная при помощи системы очистки воды Synergy

System Kit или Elix производства Millipore, Франция, имеющие конечный фильтр с размерами пор 0,22 мкм или аналогичную систему фильтрации (величина мутности воды прошедшей очистку не более 0,05 ЕМФ).

A.4 Требования безопасности

А.4.1 Применение ГСО 7271-96 не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

A.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению аттестованных растворов мутности и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

A.6 Условия приготовления аттестованных растворов мутности

А.6.1 Приготовление аттестованных растворов мутности проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха 20 ± 5 °C
- атмосферное давление 96-104 кПа
- относительная влажность воздуха 60 ± 15 %

А.6.2 Приготовленные растворы мутности следует хранить в колбах с хорошо притертыми пробками при температуре 20 ± 2 °C, вдали от прямых солнечных лучей . Растворы мутности со значением мутности менее 100 ЕМФ длительному хранению не подлежат, их рекомендуется использовать в день приготовления. Растворы мутности со значением мутности более 100 ЕМФ устойчивы в течении 1 месяца.

A.7 Приготовление аттестованных растворов мутности.

А.7.1 Дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72 дополнительно пропускают через системы отчистки воды Synergy System Kit или Elix производства Millipore, Франция, имеющие конечный фильтр с размерами пор 0,22 мкм или аналогичную систему фильтрации (величина мутности очищенной воды должна быть не более 0,05 ЕМФ).

А.7.2 Обмыть снаружи ампулу с ГСО 7271-96 дистиллированной водой и высушить поверхность ампулы фильтровальной бумагой.

А.7.3 Встряхнуть ампулу с ГСО 7271-96 не менее 20 раз в течение 1 минуты.

А.7.4 Вскрыть ампулу с ГСО 7271-96 и перелить содержимое в чистый сухой химический стакан.

А.7.5 Интенсивно перемешать содержимое стакана круговыми движениями в течение 1 минуты, отобрать из стакана дозатором необходимый объём ГСО 7271-96 и количественно перенести в соответствующую мерную колбу.

A.7.6 Необходимый объем ГСО 7271-96 (V_{co}) см³, предварительно рассчитать по формуле (1) (приготовленные растворы мутности привести в таблице 1):

$$V_{co} = X \cdot V_k / X_{co}, \quad (1)$$

где X - значение мутности приготавливаемого раствора, ЕМФ;

X_{co} - аттестованное значение мутности СО, ЕМФ;

V_k - объем используемой мерной колбы, см³.

A.7.7 Довести объем суспензии ГСО 7271-96 в мерной колбе до метки очищенной дистиллированной водой (со значением мутности не более 0,05ЕМФ), колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать.

A.8 Оценка метрологических характеристик аттестованных растворов мутности

A.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности растворов мутности (ΔA), рассчитанные по формуле (2), привести в таблице 1 .

$$\Delta A = (\delta \cdot X_d) / 100, \quad (2)$$

где δ - относительная погрешность приготовления аттестованных смесей , рассчитываемая по формуле (3),

X_d - действительное значение мутности приготовленных растворов, рассчитывается по формуле (6).

A.8.2 Относительная погрешность приготовления аттестованных растворов

$$\delta = \sqrt{\delta_{rc0}^2 + \delta_1^2 + \delta_2^2}, \quad (3)$$

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \% \quad (4)$$

$$\delta_2 = (\Delta V_d / V_d) \cdot 100, \% \quad (5)$$

где δ_{rc0} – относительная погрешность аттестованного значения ГСО 7271-96 при доверительной вероятности 0,95 , %;

ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы , (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);

V_k - объем мерной колбы , см³;

ΔV_d - погрешность измерений объема 1-канального механического дозатора с варьируемым объемом дозирования 1000-10000мкл , равная (3,0-0,6)%;

V_d - объем дозирования 1-канального механического дозатора, см³.

A.8.3 Действительное значение мутности приготовленных растворов , X_d , ЕМФ, рассчитать с учетом аттестованного значения ГСО 7271-96 , X_{co} , и измеренного значения мутности воды используемой для разбавления ГСО 7271-96, X_{H2O} , по формуле (6) :

$$X_d = X_{H2O} + X_{nom} \cdot (X_{co}/X_{nom}^{rco}), \quad (6)$$

где X_{H2O} - значения мутности воды используемой для разбавления ГСО 7271-96, не более 0,05 ЕМФ;

X_{nom}^{rco} – номинальное значение мутности ГСО 7271-96, ЕМФ;

X_{nom} – номинальное значение мутности приготавливаемых растворов , ЕМФ;

X_{co} - аттестованное значение мутности ГСО 7271-96, ЕМФ.

A.9 Оформление результатов

A.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов мутности записывают в таблицу по форме таблицы 1

Таблица 1 – Метрологические характеристики аттестованных растворов мутности

Номер раствора мутности	Номинальное значение мутности приготавливаемых растворов, X_{nom} , ЕМФ	Действительное значение мутности приготовленных растворов , X_d , ЕМФ	Отбираемый объем ГСО, V_{co} , см ³	Объем мерной колбы, используемой для приготовления растворов, V_k , см ³	Абсолютная погрешность аттестованного значения растворов мутности, ΔA , ЕМФ
1	1000				
2	500				
3	200				
4	20				
5	2				