

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ»
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских



23 12 2019 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ
Системы контроля качества сточных вод автоматизированные
АСКСВ/ПЭК-3000**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 112-241-2019**

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА** ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** Медведевских М.Ю.
- 3 УТВЕРЖДЕНА** директором ФГУП «УНИИМ» в декабре 2019 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	5
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	5
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	6
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	6
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	6
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР	6
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК	7
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	12
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	13

<p>Государственная система обеспечения единства измерений.</p> <p>Системы контроля качества сточных вод автоматизированные АСКСВ/ПЭК-3000</p> <p>Методика поверки</p>	<p>МП 112-241-2019</p>
--	-------------------------------

Дата введения в действие: декабрь 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на системы контроля качества сточных вод автоматизированные АСКСВ/ПЭК-3000 производства фирмы ООО «НТЦ «Энергоавтоматизация», Россия (далее – системы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка систем должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок

ГОСТ 8.120-2014 Государственная система единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений pH

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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 при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.3		
3.1 Проверка допускаемой абсолютной погрешности измерений рН	8.3.1	да	да
3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры	8.3.2	да	да
3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода	8.3.3	да	да
3.4 Проверка относительной погрешности измерений мутности	8.3.4	да	да
3.5 Проверка диапазона измерений рН, температуры, массовой концентрации растворенного кислорода, мутности	8.3.5	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, система бракуется.

3.3 Допускается проведение поверки для меньшего числа измеряемых величин (в зависимости от комплектации дозаторов) в соответствии с заявлением владельца, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- рабочие эталоны рН 2-го разряда - буферные растворы по ГОСТ 8.120;
- ГСО-ПГС 10597-2015 стандартный образец состава искусственной газовой смеси в азоте (N₂-П-1) с объемной долей кислорода (O₂) св. 0,0010 % до 99,5 % и относительной погрешностью не более 1,5 % при P=0,95;
- стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 (мутность по формазиновой шкале в диапазоне от 3800 до 4200 ЕМФ, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения ± 2,0 % при P=0,95);
- термометр лабораторный ТЛ-4, по ТУ 25-2021.003, класс точности 1;

- термометр стеклянный ртутный лабораторный с диапазоном измерений (50-100) °С и с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,2$ °С;

- термостат водяной, диапазон регулирования температуры (0-100) °С, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды $\pm 0,1$ °С;

- барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений давления (80-106) кПа, абсолютная погрешность $\pm 0,2$ кПа.. (регистрационный номер в Федеральном информационном фонде 5738-86);

- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74 2-го класса точности;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

- пипетки I класса точности по ГОСТ 29227-91.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки систем должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на систему и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 18 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, % | не более 80 |

7 Подготовка к поверке

7.1 Систему подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2 Рабочие эталоны рН 2-го разряда - буферные растворы, стандартные образцы мутности, стандартные образцы газовых смесей подготовить в соответствии с инструкциями по применению.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений систем;
- чистоту систем, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реактивов;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки системы при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО системы. Номер версии ПО идентифицируется при включении соответствующего пункта меню системы путем вывода на экран номера версии. Номер версии ПО должен быть не ниже приведенной в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные	Значение	
	Встроенное прикладное ПО программируемого логического контроллера Regul	Автономное ПО SCADA
Идентификационное наименование ПО	ASKVG_PLC	ASKVG_SCADA
Номер версии ПО, не ниже	не ниже 2.37	не ниже 3.9_v1
Цифровой идентификатор ПО	-	-

8.2.3 Если система оснащена расходомером, то провести поверку расходомера в соответствии с методикой поверки, указанной в описании типа расходомера.

8.3 Проверка метрологических характеристик

8.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений pH

Для проверки абсолютной погрешности измерений pH используют:

- рабочие эталоны pH 2-го разряда - буферные растворы по ГОСТ 8.120;
- термометр стеклянный ртутный лабораторный с диапазоном измерений (0 - 55) °C и с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,2$ °C;
- термостат водяной, диапазон регулирования температуры (0-100) °C, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды $\pm 0,1$ °C.

Установить режим измерений pH . Провести измерения pH трех буферных растворов, воспроизводящих значения начала, середины и конца диапазона. Измерения повторить не менее трех раз ($n \geq 3$) на каждом буферном растворе.

Абсолютную погрешность измерений pH Δ_{pHj} для каждого значения pH рассчитать по формуле

$$\Delta_{pHj} = pH_{(изм)ij} - pH_{эij}, \quad (1)$$

где $pH_{(изм)ij}$ - i -ое измеренное значение pH в j точке;

$pH_{эj}$ - j -ое значение pH , воспроизведенное буферным раствором – рабочим эталоном pH при 25 °С.

Полученные значения абсолютных погрешностей измерений pH должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

Таблица 3 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерения pH	от 0 до 14
Диапазон измерений температуры, °С	от - 5 до + 105
Диапазон измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³	от 0,4 до 20
Диапазон измерений мутности, ЕМФ	от 0,1 до 4000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH	$\pm 0,1$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С	$\pm 1,0$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода, %	± 10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений мутности, %	± 12

8.3.2 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры

Для проверки абсолютной погрешности измерений температуры использовать:

- термометр стеклянный ртутный лабораторный с диапазоном измерений (0-55) °С и с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,2$ °С;

- термометр стеклянный ртутный лабораторный с диапазоном измерений (50-100) °С и с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,2$ °С;

- термостат водяной, диапазон регулирования температуры (0-100) °С, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды $\pm 0,1$ °С.

Провести измерения температуры контролируемой среды на следующих точках: 0, 20, 70, 90 °С. Погрузить датчик температуры и термометр в термостатируемый стакан с интенсивно перемешиваемой водой, имеющей температуру одной из точек. Температуру воды в термостатируемом стакане поддерживать с помощью термостата водяного. Выдержать датчики в воде около 30 минут, затем снять показания.

Абсолютную погрешность измерений температуры Δ_j рассчитать по формуле

$$\Delta_j = t_{измj} - t_{эj}, \quad (2)$$

где $t_{измj}$ - температура воды, измеренная системой, °С;

$t_{эj}$ - температура воды, измеренная термометром, °С.

Полученные значения абсолютных погрешностей измерений температуры должны соответствовать требованиям таблицы 4.

8.3.3 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

Для проверки относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода использовать:

- ГСО-ПГС 10597-2015 стандартный образец состава искусственной газовой смеси в азоте (N₂-П-1) с объемной долей кислорода (O₂) св. 0,0010 % до 99,5 % и относительной погрешностью не более 1,5 % при P=0,95.

Провести насыщение дистиллированной воды кислородом, барботируя воздух (с помощью микрокомпрессора) или ГСО-ПГС (при помощи редуктора баллона) через термостатируемую дистиллированную воды в бутылки не менее 15 минут. Насыщение растворов контролируют по стабилизации показаний систем в процессе измерений.

Содержание кислорода в дистиллированной воде, насыщенной атмосферным воздухом, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{S \cdot P}{760}, \quad (3)$$

где S - растворимость кислорода в дистиллированной воде при температуре t °С и давлении 760 мм рт.ст. (Приложение А);

P - барометрическое давление, мм рт.ст.

Содержание кислорода в дистиллированной воде, насыщенной ПГС (С) при температуре t °С в мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{S \cdot C_0 \cdot P}{20,9 \cdot 760}, \quad (4)$$

где C_0 - объемная доля кислорода в ПГС, %;

P - атмосферное давление, мм рт.ст.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации растворенного кислорода δ_{Cj} для каждого ГСО-ПГС рассчитать по формуле

$$\delta_{Cj} = \frac{C_{(изм)j} - C_{этj}}{C_{этj}} \cdot 100, \quad (5)$$

где $C_{(изм)j}$ - j-ое измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода с использованием ГСО-ПГС, мг/дм³;

$C_{эj}$ - j-ое значение массовой концентрации растворенного кислорода с использованием ГСО-ПГС, рассчитанное по формуле (3) или (4), мг/дм³.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода должны соответствовать требованиям таблицы 3.

8.3.4 Проверка относительной погрешности измерений мутности

Для проверки относительной погрешности измерений мутности использовать:

- стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 (мутность по формазиновой шкале в диапазоне от 3800 до 4200 ЕМФ, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 2,0\%$ при $P=0,95$);

- посуда мерная лабораторная 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;

- пипетки I класса точности по ГОСТ 29227-;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Приготовить на основе стандартного образца мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 контрольные суспензии в соответствии с инструкцией по применению (обязательное приложение к паспорту стандартного образца). Номинальные значения мутности контрольных суспензий приведены в таблице 4. Объем каждой контрольной суспензии должен быть не менее 100 см³.

Таблица 4 – Приготовление контрольных растворов

Поддиапазон измерений мутности, ЕМФ	Номинальное значение мутности контрольной суспензии $C_{ном}$, ЕМФ
от 0,1 до 2000 включ.	10,0
	100
	500
	1800
св. 2000 до 4000 включ.	2200
	3000
	3500

Аликвоту стандартного образца V_{CO} (см³), отбираемую для приготовления контрольного раствора, вычислить по формуле

$$V_{CO} = \frac{C_{ном} \cdot V_K}{C_{CO}}, \quad (6)$$

где $C_{ном}$ - номинальное значение мутности контрольной суспензии в соответствии с таблицей 3, ЕМФ;

V_K - объем мерной колбы, см³;

C_{CO} - аттестованное значение мутности стандартного образца (формазиновая суспензия), ЕМФ.

Действительное значение мутности (C_o) рассчитать по формуле

$$C_o = \frac{C_{CO} \cdot V_{CO}}{V_K} \quad (7)$$

Провести не менее трех измерений контрольных суспензий в трех точках каждого поддиапазона измерений.

Рассчитать относительную погрешность измерения мутности по формуле

$$\delta_i = \frac{X_{ij} - A_i}{A_i} \cdot 100, \quad (8)$$

где X_{ij} - j -е измеренное значение мутности i -ой контрольной суспензии, ЕМФ;

A_i - значение мутности i -ой контрольной суспензии, ЕМФ.

Полученные значения относительных погрешностей мутности должны соответствовать требованиям таблицы 3.

8.3.5 Проверка диапазонов измерений рН, температуры, массовой концентрации растворенного кислорода, мутности

Проверку диапазонов измерений рН, температуры, массовой концентрации растворенного кислорода, мутности провести одновременно с проверкой абсолютной погрешности измерений рН, температуры, массовой концентрации растворенного кислорода по п. 8.3.1 - 8.3.3; относительной погрешности измерений мутности по 8.3.4. (Провести измерения рН, температуры, массовой концентрации растворенного кислорода, мутности в начале и в конце диапазона измерений). Диапазоны измерений должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

8.3.6 Проведение поверки с использованием средств измерений рН, растворенного кислорода и мутности

Выбрать средства измерений рН, растворенного кислорода и мутности, у которых погрешность измерений соответствующего параметра не менее, чем в два раза ниже, чем у поверяемой системы. Приготовить рабочие пробы, в которых значения измеряемого параметра расположены в начале, середине и в конце диапазона измерений.

Провести не менее трех измерений каждой пробы соответствующего параметра с помощью системы и средства измерений, выбранного для поверки.

Для каждой пробы рассчитать абсолютную (Δ_{ij}) или относительную (δ_{ij}) погрешность измерений соответствующего параметра по формулам:

$$\Delta_{ij} = X_{ij} - A_{ij}, \quad (9)$$

$$\delta_{ij} = \frac{X_{ij} - A_{ij}}{A_{ij}} \cdot 100, \quad (10)$$

где X_{ij} - i-ое значение j-го параметра, измеренное системой;

A_{ij} - i-ое значение j-го параметра, измеренное средством измерений, выбранного для поверки.

Полученные значение погрешностей измерений рН, растворенного кислорода и мутности должны удовлетворять требованиям таблицы 3.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки в свободной форме.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки систему признают непригодной к дальнейшей эксплуатации и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик

Зав. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



М.Ю. Медведевских

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

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

T, °C	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,00	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	11,7	11,76	11,76	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	11,196	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	8,87	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