

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н. И. Ханов

2014 г.



**Измерители комбинированные
M800 с каналом мутности**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-1335/1-2014

Разработал
Руководитель лаборатории
ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

В.И. Суворов

Санкт-Петербург
2014 г.

Настоящая методика поверки распространяется на измерители комбинированные М800 с каналом мутности (далее – измерители), предназначенные для измерения pH, удельной электрической проводимости жидких сред, массовой концентрации кислорода в жидких средах, массовой концентрации растворенного озона, мутности, массовой концентрации общего органического углерода, массовой концентрации растворенного углекислого газа и расхода жидкости с одновременным измерением температуры и температурной компенсацией результатов измерений, изготавливаемые по технической документации фирмы «Mettler-Toledo AG», Швейцария, и устанавливает методы и средства их поверки.

Измерители подлежат первичной и периодической поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

1.1. Объем и последовательность операций поверки указаны в табл. 1.

Таблица 1

| Наименование операции | Наименование документа, в котором изложена методика поверки | Обязательность проведения операции | |
|--|---|------------------------------------|---------------------------|
| | | При первичной поверке | При периодической поверке |
| 1. Внешний осмотр | Согласно п. 5.1 настоящей Методики | Да | Да |
| 2. Опробование | Согласно п. 5.2 настоящей Методики | Да | Да |
| 3. Подтверждение соответствия программного обеспечения | Согласно п. 5.3 настоящей Методики | Да | Да |
| 4. Определение метрологических характеристик: | | | |
| 4.1. Определение метрологических характеристик канала измерения pH. | Согласно Р 50.2.036-2004 п. 9.3 | Да | Да |
| 4.2. Определение метрологических характеристик канала измерения УЭП жидких сред. | Согласно ГОСТ 8.722-2010 п.п. 7.3, 7.5 | Да | Да |
| 4.3. Определение метрологических характеристик канала измерения массовой концентрации растворенного кислорода. | Согласно Р 50.2.045-2005 п. 9.4 | Да | Да |
| 4.4. Определение метрологических характеристик канала измерения массовой концентрации растворенного озона. | Согласно МВИ 146-05 | Да | Да |
| 4.5. Определение метрологических характеристик канала измерения массовой концентрации общего органического углерода | Согласно п. 5.4.1 настоящей Методики | Да | Да |
| 4.6. Определение метрологических характеристик канала измерения массовой концентрации растворенного углекислого газа | Согласно п. 5.4.2 настоящей Методики | Да | Да |
| 4.7. Определение метрологических характеристик канала измерения расхода жидкости. | Согласно п. 5.4.3 настоящей Методики | Да | Да |
| 4.8. Определение метрологических характеристик канала измерения мутности | Согласно п. 5.4.4 настоящей Методики | Да | Да |

2. Средства поверки

При проведении поверки применяются следующие средства измерений и оборудование:

Таблица 2

| Наименование | Характеристики оборудования |
|---|--|
| Буферные растворы – рабочие эталоны pH 2-го разряда по ГОСТ 8.120-99 | Готовят из стандарт-титров по ТУ 2642-001-42218836-96 |
| Эталонные растворы – рабочие эталоны удельной электрической проводимости 2 разряда | ГОСТ 8.457-00 |
| Государственный стандартный образец мутности | ГСО 7271-96. Мутность (формазиновая суспензия). |
| Поверочные смеси (ПГС-ГСО) по ТУ 6-16-2956-01 | Таблицы 3, 4 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709-72 |
| Натрий сернистокислый, ч.д.а. | ГОСТ 195-77 |
| Серная кислота, х.ч. | ГОСТ 4204-77 |
| Калий йодистый, ч.д.а. | ГОСТ 4342-77 |
| Крахмал растворимый | ГОСТ 10163-76 |
| Натрий серноватистокислый (стандарт-титр) | ТУ 609-2540-87 |
| Салициловая кислота | ТУ 25.11.1136-75 |
| Сахароза, ч.д.а., ГОСТ 5833-75 | |
| Весы аналитические | Наибольший предел взвешивания 200 г, погрешность не более 0,1 мг |
| Рабочий эталон высшей точности РЭВТ 6-98 в составе эталонных гидродинамических установок ГДС 80/20 Р № 001, ЕР 50 Т № 002 и ЕР 150 Т № 001. | Диапазон расхода (0,012-300) м ³ /ч (т/ч), погрешность ±(0,02-0,3) % |
| Термостат жидкостной ТЖ мод. ТС-01, ТБ-01. ГрСИ №20444-00 | Диапазон регулирования температуры не менее 10–95 °C; погрешность не более ±0,03 °C |
| Термометр ртутный стеклянный лабораторный типа ТЛ-4 | Диапазон измерения (0...100) °C, цена деления 0,1°C |
| Система очистки воды | Массовая концентрация общего органического углерода в воде на выходе – не более 5 мкг/л |
| Барометр-анероид М 67 | Диапазон измерений от 680 мм рт.ст. до 790 мм рт.ст., погрешность не более ±0,08 мм рт.ст. |

Таблица 3. Поверочные газовые смеси

| Номер ГСО | Номер смеси | Компонентный состав | Номинальное значение объемной доли кислорода, % | Погрешность аттестации, %, не более |
|---------------|-------------|---------------------|---|-------------------------------------|
| ГСО 9716-2010 | №1 | кислород+азот | 5,02 | ±0,05 |
| ГСО 9716-2010 | №2 | кислород+азот | 11,31 | ±0,1 |
| ГСО 9716-2010 | №3 | кислород+азот | 15,00 | ±0,1 |

Таблица 4. Проверочные газовые смеси

| Номер ГСО | Номер смеси | Компонентный состав | Номинальное значение объемной доли диоксида углерода, % | Погрешность аттестованного значения, %, не более |
|-------------|-------------|-----------------------|---|--|
| ГСО 3799-87 | №1 | диоксид углерода+азот | 0,001 | ±2,000 |
| ГСО 3759-87 | №2 | диоксид углерода+азот | 0,47 | ±0,003 |
| ГСО 3765-87 | №3 | диоксид углерода+азот | 0,80 | ±0,04 |

Примечание: Оборудование, перечисленное в перечне, может быть заменено аналогичным, обеспечивающим требуемую погрешность и пределы измерения.

3. Требования безопасности

3.1. При проведении испытаний соблюдают требования техники безопасности:

При работе с химическими реактивами – по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021;

При работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

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

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

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

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

4. Условия поверки и подготовка к ней

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C: от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, %: от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа: от 84,0 до 106,7.

Вибрация, тряска, удары, влияющие на работу прибора, не допускаются.

4.2. Поверяемый измеритель и средства поверки, указанные в соответствующих разделах настоящей методики, должны быть подготовлены к работе в соответствии с руководствами по эксплуатации на них.

Распакованный измеритель необходимо выдержать перед включением в течение двух часов при температуре (25 ± 5) °C и относительной влажности (30...80) %.

4.3. На средства поверки должны быть свидетельства о предыдущей поверке.

4.4. Для поверки канала измерения массовой концентрации растворенного кислорода необходимо выдержать проверочные газовые смеси при температуре поверки не менее 24 часов.

5. Проведение поверки

5.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра установки проверяется:

- соответствие комплектности руководству по эксплуатации;

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).

Приборы с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

5.2. Опробование.

5.2.1. При опробовании измерителя должны быть проверены:

- функционирование клавиатуры.

При проверке функционирования следует убедиться в том, что органы управления обеспечивают четкость и надежность управления режимами работы.

5.3. Подтверждение соответствия ПО

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

Просмотр номера версии программного обеспечения измерителей комбинированных М800 доступен в подменю «Главное меню→ISM→HW/SW Version» (Модификация/версия ПО). В нем отображаются каталожный номер СИ, его заводской номер и номер версии программного обеспечения. Измеритель считают прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии, указанным в руководстве по эксплуатации.

Просмотр номера версии программного обеспечения ISM датчика доступен в меню «Главное меню→ISM→Sensor Info» (данные датчика). В нем отображаются каталожный номер датчика, его заводской номер и номер версии программного обеспечения. Измеритель считают прошедшим поверку, если номер версии ISM датчика совпадает с номером версии, указанным в руководстве по эксплуатации.

5.4. Определение метрологических характеристик.

5.4.1. Определение метрологических характеристик канала измерения массовой концентрации общего органического углерода.

5.4.1.1. Определение относительной погрешности производится путем измерения содержания общего органического углерода в поверочных растворах и сравнением результатов измерений с действительными (расчетными) значениями. Расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в поверочных растворах указано в таблице 3.

5.4.1.2. Подготовка к проведению поверки:

- приготовить чистую воду, используя систему очистки воды в соответствии с руководством по эксплуатации. Параметры воды на выходе системы: массовая концентрация общего органического углерода не более 5 мкг/дм³).
- приготовить контрольные растворы согласно таблице 4 (приложение Б к настоящей методике). Поверочные растворы №2 - №5 готовятся путем разбавления основного раствора.

Таблица 4. Поверочные растворы

| № раствора | Расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в растворе, мкг/л | Относительная погрешность заданного значения, % |
|------------|--|---|
| 1 | 1000 | ±5 |
| 2 | 500 | ±5 |
| 3 | 300 | ±5 |
| 4 | 150 | ±5 |
| 5 | 50 | ±5 |

5.4.1.3. Измерить концентрацию общего органического углерода в поверочных растворах №1-5. Измерение повторить 3 раза для каждого раствора.

5.4.1.4. Рассчитать относительную погрешность испытуемого измерителя по формуле:

$$\delta = \frac{C_e - \tilde{N}}{C} \cdot 100\%,$$

где C_e – показание поверяемого измерителя;

C – действительное значение массовой концентрации общего органического углерода в поверочном растворе.

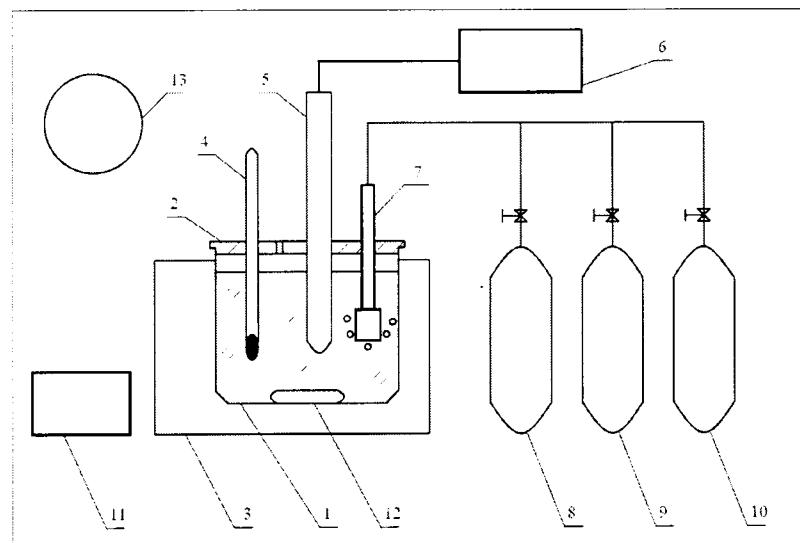
5.4.1.5. Измеритель считаю прошедшим поверку, если значение δ для каждого поверочного раствора не превышает $\pm 10\%$.

5.4.2. Определение метрологических характеристик канала измерения массовой концентрации растворенного углекислого газа

5.4.2.1 Подготовка установки для барботирования

Собирают установку для барботирования согласно схеме на рис. 1. Устанавливают температуру термостата 25°C . Закрывают стакан крышкой и помещают его в термостат. В стакан опускают также термометр и барботер. К барботеру через вентиль тонкой регулировки с расходомером подсоединяют баллон с ГСО-ПГС. Расход ГСО-ПГС устанавливают $100 \text{ см}^3/\text{мин}$ по расходомеру.

Рис. 1. Схема подключения измерителя к установке



1 - стакан; 2 - крышка; 3 - термостат; 4 - термометр; 5 – первичный преобразователь испытуемого измерителя; 6 – измерительный преобразователь измерителя; 7 - барботер; 8,9,10 - баллоны с ПГС; 11 - магнитная мешалка; 12 - стержень магнитной мешалки; 13 - барометр.

5.4.2.2. Приготовление контрольных растворов

Стакан установки для барботирования промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой. Подключают к установке последовательно ГСО-ПГС №1, №2, №3 (табл. 4). Проводят барботирование в течение 1 часа при температуре 25°C и расходе ГСО-ПГС $100 \text{ см}^3/\text{мин}$. По истечении этого времени полученные растворы используют для проверки, не прерывая процесса барботирования.

5.4.2.3. Вычисляют расчётные значения массовых концентраций газа в контрольных растворах (C_0) по формуле:

$$C_0 = \frac{P}{P_i} \cdot \frac{V}{100} \cdot K,$$

где Р – атмосферное давление, мм рт.ст.;
 Р_н – нормальное атмосферное давление, мм рт.ст. (Р_н = 760 мм рт.ст.);
 В – номинальное значение объёмной доли газа в баллоне, %;
 К – коэффициент растворимости газа при заданной температуре раствора, мг/л.

5.4.2.4. Проводят измерения согласно руководству по эксплуатации последовательно с каждым раствором не менее трех раз. Значение относительной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации диоксида углерода в каждом поверочном растворе вычисляется по формуле:

$$\delta = \frac{C - C_0}{C_0} \cdot 100\%,$$

где С – показание измерителя, мг/л;

С₀ – расчётное значение массовой концентрации газа в контрольном растворе, мг/л.

Измерения повторяют в трех точках диапазона рабочих температур. Для этого прибор помещают в климатическую камеру и выдерживают при температуре, указанной в ЭД, не менее 2 часов, затем вынимают из камеры и в течение 15 минут проводят измерение.

5.4.2.5. Прибор считают выдержавшим испытания, если значение δ не превышает значения, заданного в ЭД.

5.4.3. Определение метрологических характеристик канала измерения расхода жидкости.

5.4.3.1. В измерительном участке эталона задают 3 значения расхода жидкости, соответствующие диапазону измерений испытуемого измерителя.

5.4.3.2. Измеряют с помощью испытуемого измерителя расход жидкости в трех точках диапазона измерений.

5.4.3.3. В каждой точке определяют относительную погрешность измерений расхода жидкости по формуле:

$$\delta Q_i = \frac{Q_i - Q_{3i}}{Q_{3i}} \cdot 100\%,$$

где Q_{3i} – значение расхода на эталоне

Q_i – значение расхода на испытуемом измерителе

δQ_i – относительная погрешность

5.4.3.4. Относительная погрешность измерения расхода жидкости не должна превышать $\pm 5\%$.

5.4.4. Определение метрологических характеристик канала измерения мутности.

5.4.4.1. Определение погрешности измерений мутности проводится путем сравнения значений мутности контрольной супензии, измеренной измерителем, и расчетным значением мутности контрольной супензии.

5.4.4.2. Приготовить контрольную супензию в соответствии с инструкцией по применению ГСО 7271-96, для чего:

- обмыть ампулу с ГСО дистиллированной водой и высушить поверхность ампулы с помощью фильтровальной бумаги;
- вскрыть ампулу и перелить содержимое в сухой химический стакан;
- отобрать градуированной пипеткой необходимый объем ГСО и перенести в мерную колбу;
- довести полученную супензию до метки дистиллированной водой, колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать.

5.4.4.3. Измерения проводят в четырех точках диапазона согласно таблице 2.

Таблица 2.

| Номинальное значение мутности формазиновой супензии, ЕМФ | Отбираемый объем СО, см ³ | Объем мерной колбы, используемой для приготовления супензии, см ³ |
|--|--------------------------------------|--|
| 5 | 2,5 | 2000,0 |
| 40 | 5,0 | 2000,0 |
| 400 | 25 | 250,0 |
| 1000 | 25 | 100,0 |

5.4.4.4. Погрешность измерений мутности рассчитывается для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{X_1 - X_0}{X_n} \cdot 100\% \quad (,$$

где

X_1 – значение мутности измеренное прибором, ЕМФ;

X_0 – расчетное значение мутности в контрольной супензии, ЕМФ;

X_n – верхнее значение поддиапазона измерений, ЕМФ.

5.4.4.5. Прибор считают прошедшим испытания, если значение приведенной погрешности не превышает $\pm 5\%$.

6. Оформление результатов поверки

6.1. Результаты периодической поверки или поверки после ремонта оформляют документом, составленным метрологической службой предприятия.

6.2. Результаты поверки считаются положительными, если измеритель удовлетворяет всем требованиям настоящей методики.

6.3. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого измерителя хотя бы одному из требований настоящей методики по каждому из измерительных каналов раздельно. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности. При этом запрещается выпуск измерителя в обращение и его применение.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Измерители комбинированные М800 с каналом мутности

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____⁰С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

Сведения о средствах поверки _____

Ссылки на документы по поверке _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Подтверждение соответствия ПО _____
4. Результаты определения погрешностей измерительных каналов измерителя:
 - канал измерения pH:
 - канал измерения УЭП жидких сред:
 - канал измерения массовой концентрации растворенного кислорода:
 - канал измерения массовой концентрации растворенного озона:
 - канал измерения массовой концентрации общего органического углерода:
 - канал измерения массовой концентрации растворенного углекислого газа:
 - канал измерения расхода жидкости:
 - канал измерения мутности

Заключение _____

Поверитель _____

Дата _____

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ
ОБЩЕГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА**

1. Оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74;
- Пипетки мерные 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91;
- Весы лабораторные не ниже 2 кл. точности с пределом взвешивания 20 г или 200 г;
- Воронка ВФ-1-40-ПОР10-ТСХ ГОСТ 25336-82;
- Мешалка ММ-5 ТУ25-11-834-80;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- Сахароза ($C_{12}H_{22}O_{11}$) ч.д.а. ГОСТ 5833-75;
- Система очистки воды, массовая концентрация общего органического углерода в воде на выходе не более 5 мкг/л.

2. Приготовление основного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода $C = 1000$ мкг/л.

$$C = \frac{\frac{m(C_{12}H_{22}O_{11})}{M(C_{12}H_{22}O_{11})} \cdot \frac{v(C)}{v(C_{12}H_{22}O_{11})} \cdot \dot{J}(\tilde{N})}{V} = \frac{\frac{2,3749}{342,3} \cdot \frac{\tilde{a}}{\tilde{a}/\tilde{i}\tilde{e}\tilde{u}} \cdot \frac{12}{1/\tilde{i}\tilde{e}\tilde{u}} \cdot \frac{12,011}{12,011/\tilde{i}\tilde{e}\tilde{u}} \cdot \frac{\tilde{a}}{\tilde{i}\tilde{e}\tilde{u}}}{1 \text{ л}} = 1000 \text{ л} \text{ е} \text{ а} / \text{ л}^3$$

Возьмите навеску сахарозы ч.д.а. 2,3749 г (в течение 3 ч. при 105 °С высушенное средство). Перенесите навеску в мерную колбу объемом 1000 мл, добавьте прибл. 700 мл чистой воды (массовая концентрация общего органического углерода на выходе не более 5 мкг/дм³). Колбу устанавливают на магнитной мешалке и перемешивают содержимое до полного растворения навески. После полного растворения навески наполнить колбу чистой водой до отметки.

Приготовленный раствор следует плотно закрыть и хранить в темном прохладном месте, срок годности - 1 месяц.

3. Приготовление поверочных растворов

3.1 Производят расчет объема основного раствора и объема дистиллированной воды, необходимых для получения раствора с массовой концентрацией общего органического углерода, требуемой для поверки (см. таблицу 4 настоящей методики поверки).

3.2 При помощи градуированной пипетки переносят необходимый объем основного раствора в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 0,1 дм³ (или 1 дм³), доливают до метки водой и перемешивают.

3.3 Действительное значение массовой концентрации контрольного вещества (общего органического углерода) в растворе (C_1 , мкг/дм³) вычисляют по формуле:

$$C_1 = C_o \cdot \frac{V_o}{V_k}$$

где C_o - действительное значение массовой доли общего органического углерода в основном растворе, мкг/см³

V_o - объем основного раствора, использованный для приготовления данного раствора

V_k - общий объем приготовленного раствора (0,1 дм³ или 1 дм³)