

УТВЕРЖДАЮ  
Заместитель директора  
ФГУП «ВНИИОФИ»



  
Н.П. Муравская  
«13» января 2017г

Государственная система обеспечения единства измерений  
**Анализаторы мутности AquaScat 2, TurbiScat и AquaMaster**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**  
**МП 009.Д4-17**

Главный метролог  
ФГУП «ВНИИОФИ»

  
С.Н. Negroda  
«13» января 2017г

Москва  
2017 г.

## 1 Введение

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы мутности AquaScat 2, TurbiScat и AquaMaster (далее по тексту – анализаторы), предназначены для автоматического определения мутности питьевой, технической, природной и сточной вод, и устанавливает операции при проведении их первичной и периодической поверки.

Интервал между периодическими поверками – 1 год.

## 2 Операции поверки

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

Таблица 1

№ п/п.	Наименование операций	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При вводе в эксплуатацию и после ремонта	При эксплуатации
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Опробование	8.2	Да	Да
3	Проверка идентификации программного обеспечения	8.3	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик	8.4		
5	Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения мутности	8.4.1	Да	Да
6	Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения рН*	8.4.2	Да	Да

\* - проводится только для модификации AquaMaster

2.2 Допускается проведение поверки части диапазона, установленного требованием заказчика.

2.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается

2.4 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

### 3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству, основные технические характеристики
8.4.1	Государственный стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 значение мутности: 4000 ЕМФ Относительная погрешность определения мутности $\pm 2,0$ %
8.4.2	Стандарт-титры для рН-метрии тип 2 (рН=1,65), тип 5 (рН=4,01), тип 9 (рН=6,86), тип 13 (рН=9,18), тип 16 (рН=12,43) по ГОСТ 8.135-2004 Отклонение рН от номинального значения не более 0,01 рН

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

### 4 Требования безопасности

4.1 Система электрического питания приборов должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

4.2 При выполнении измерений должны соблюдаться требования, указанные в «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором, а также требования руководства по эксплуатации анализаторов.

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

4.4 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок. Оборудование, применяемое при испытаниях, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

### 5 Требования к квалификации поверителей

5.1 К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов;
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок;
- прошедшие обучение по требуемому виду измерений.

## 6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от 15 до 35
- относительная влажность воздуха, %, .....от 10 до 95
- атмосферное давление, кПа.....от 94 до 106
- напряжение питания сети постоянного тока, В.....от 18 до 30

6.2 В помещении, где проводится поверка, должны отсутствовать факторы появления пыли, интенсивных воздушных потоков, вибрации и паров вызывающих коррозию.

## 7 Подготовка к поверке

7.1 Отключить систему от автоматической подачи анализируемой жидкости в мерную ячейку анализатора.

7.2 Приготовить буферные растворы с определенным значением рН из стандарт-титров в соответствии с приложением 1.

7.3 Приготовить контрольные растворы мутности из формазиновой суспензии ГСО 7271-96 методом объемного разбавления. Для приготовления суспензий следует:

Обмыть снаружи ампулу с ГСО водой и высушить поверхность ампулы фильтровальной бумагой. Встряхнуть ампулу с ГСО не менее 20 раз в течение 1 минуты. Вскрыть ампулу с ГСО и перелить содержимое в чистый сухой химический стакан. Интенсивно перемешать содержимое стакана круговыми движениями в течение 1 минуты, отобрать из стакана чистой сухой пипеткой необходимый объём ГСО и количественно перенести в соответствующую мерную колбу. Необходимый объём ГСО ( $V_{co}$ )  $см^3$ , предварительно рассчитать по формуле 1:

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

где  $X$  - значение мутности приготавливаемой суспензии, ЕМФ;

$X_{co}$  - аттестованное значение мутности ГСО, ЕМФ;

$V_k$  - объём используемой мерной колбы,  $см^3$ .

Довести объём суспензии в мерной колбе до метки водой, колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать.

Приготовленные суспензий из ГСО приведены в таблице 3.

Таблица 3

Номинальное значение мутности приготавливаемых суспензий, $X_{ном}$ , ЕМФ	Отбираемый объём ГСО, $V_{co}$ , $см^3$	Объём мерной колбы, используемой для приготовления суспензий, $V_k$ , $см^3$
4000	1000,0	1000
1000	250,0	1000
100	25,0	1000
60	15,0	1000
40	10,0	1000
20	5,0	1000
12	3,0	1000
4	1,0	1000

## 8 Проведение поверки

### 8.1 Внешний осмотр

8.1.1 Внешним осмотром анализаторов должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и заводской номер анализаторов;
- соответствие комплектности анализаторов требованиям документации;
- наличие чётких надписей на органах управления;

- отсутствие на наружных поверхностях анализаторов повреждений, влияющих на их работоспособность.

8.1.2 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

## 8.2 Опробование

8.2.1 Опробование анализаторов проводится при помощи калибровочного образца идущего в комплекте с каждой модификацией.

8.2.2 Для этого необходимо снять оптическую часть фотометра анализатора и установить калибровочный образец, прикрепив винтами с накаткой. Вернуть оптическую часть обратно и переключить анализатор в ручной режим. Нажмите кнопку повторной калибровки (Recalibration), а затем C1 Turb. Нажмите кнопку начать (Initiate).

8.2.3 Анализаторы считаются прошедшими опробование, если корректировка прошла успешно и на экране высветилась надпись «Adjustment OK».

## 8.3 Проверка идентификации программного обеспечения

8.3.1 Проверяют соответствие заявленных идентификационных данных программного обеспечения: идентификационное наименование программного обеспечения, номер версии программного обеспечения.

8.3.2 Проводят проверку уровня защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений (уровни низкий, средний или высокий).

8.3.4 Анализаторы признаются прошедшими операцию поверки, если уровень защиты программного обеспечения от непреднамеренных и преднамеренных изменений соответствует уровню «средний» согласно Р 50.2.077-2014, а идентификационные данные программного обеспечения соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SiPhoV124.uc3
Номер версии (идентификационный номер) ПО	V124 и выше
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

## 8.4 Определение метрологических характеристик

8.4.1 Определение диапазона и расчет относительной погрешности измерения мутности

8.4.1 Приготовить растворы мутности из формазинной суспензии ГСО 7271-96 в соответствии с приложением 1.

8.4.3 Проводят 10-ти кратные измерения мутности ( $E_i$ ) на восьми растворах формазинной суспензии (4; 12; 20; 40; 60; 100; 1000; 4000 ЕМФ) для модификаций AquaScat 2 WTM/WTM-A, AquaScat 2 HT, TurbiScat, AquaMaster, и шести растворах (4; 12; 20; 40; 60; 100 ЕМФ) для модификации AquaScat 2 P. Для этого нужно залить пробу во входной патрубков и снять показания с экрана анализатора.

8.4.4 Вычисляют среднее арифметическое значение серии измерений каждого раствора ( $E_{cp}$ ) по формуле 2:

$$E_{cp} = \frac{E_i}{n} \quad (2)$$

8.4.5 Рассчитать значение относительной погрешности измерения мутности каждой серии по формуле 3, и выбрать из них наибольшее значение:

$$\Delta(E) = \frac{E_{cp} - E_m}{E_{cp}} \cdot 100\% \quad (3)$$

где  $E_m$  - аттестованное значение мутности приготовленного раствора, ЕМФ.

8.4.6 Анализаторы считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерения мутности находится в диапазоне от 0 до 4000 ЕМФ для модификаций AquaScat 2 WTM/WTM-A, AquaScat 2 HT, TurbiScat, AquaMaster; от 0 до 100 ЕМФ для модификации AquaScat 2 P, а относительная погрешности измерения мутности не превышает  $\pm 3\%$ .

#### 8.4.2 Определение диапазона и расчет предела допускаемой абсолютной погрешности измерения рН

4.9.1 Подготовить буферные растворы к работе в соответствии с приложением 1 к настоящей программе испытаний.

4.9.2 Произвести пятикратное измерение рН буферных растворов 1-5. Для этого нужно заполнить пробой ячейку анализатора AquaMaster и снять показания с экрана.

4.9.3 По результатам измерений рассчитать среднее арифметическое значение рН для каждого буферного раствора по формуле 4:

$$pH_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{10} pH_i}{5}, \quad pH \quad (4)$$

4.9.4 Рассчитать пределы допускаемой абсолютной погрешности ( $\Delta pH$ ) измерений рН по формуле 5:

$$\Delta pH = pH_{эт} - pH_{ср} \quad (5)$$

где рН<sub>эт</sub> – рН стандарт-титра по ГОСТ 8.135-2004.

4.9.5 Анализаторы AquaMaster считаются прошедшими операцию поверки, если диапазон измерений рН находится в диапазоне от 1 до 14, а значения абсолютной погрешности измерения рН не превышают  $\pm 0,1$ .

### 9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты измерений заносятся в протокол (приложение 2).

9.2 Анализаторы, прошедшие поверку с положительным результатом, признаются годными и допускаются к применению. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы и наносят знак поверки согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

9.3 Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, признаются непригодными, не допускаются к применению и на них выдается свидетельство о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и (или) оттиск поверительного клейма аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

Ведущий инженер ФГУП «ВНИИОФИ»

Инженер ФГУП «ВНИИОФИ»



А.В.Иванов

А. Н. Шобина

П. С. Мальцев

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ БУФЕРНЫХ РАСТВОРОВ С ОПРЕДЕЛЕННЫМ  
ЗНАЧЕНИЕМ pH ИЗ СТАНДАРТ-ТИТРОВ ТИПА 2 (pH=1,65), ТИПА 5 (pH=4,01),  
ТИПА 9 (pH=6,86), ТИПА 13 (pH=9,18), ТИПА 16 (pH=12,43)**

**А.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления буферных растворов на основе растворения стандарт-титров типа 2 (pH=1,65), типа 5 (pH=4,01), типа 9 (pH=6,86), типа 13 (pH=9,18), типа 16 (pH=12,43). Данные буферные растворы предназначены для проведения поверки анализаторов мутности AquaScat 2, TurbiScat и AquaMaster.

**А.2 Нормы и погрешности**

**А.2.1** Характеристики погрешности буферных растворов оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов.

**А.2.2** Настоящая методика обеспечивает получение буферных растворов с отклонением от номинального значения pH, не превышающим при доверительной вероятности  $P=0,95$  пределов допустимого значения абсолютной погрешности ( $\Delta A$ ) при соблюдении всех регламентированных условий.

**А.3 Средства измерений, приборы и реактивы**

**А.3.1** Весы лабораторные, класс точности 2 с наибольшим пределом взвешивания 200г по ГОСТ 24104-2001.

**А.3.2** Набор гирь Г-2-200 по ГОСТ 7328-2001.

**А.3.3** Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74.

**А.3.4** Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.

**А.3.5** Стандарт-титры типа 2 (pH=1,65), типа 5 (pH=4,01), типа 9 (pH=6,86), типа 13 (pH=9,18), типа 16 (pH=12,43) по ГОСТ 8.135-2004.

**А.3.6** Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498-90

**А.3.7** Термостат по ГОСТ 28498-90

**А.3.8** Указанные СИ, приборы и реактивы должны быть поверены в установленном порядке.

**А.4 Требования безопасности**

**А.4.1** В состав стандарт-титров входят следующие химические вещества:

стандарт-титр типа 2 – Калий тетраоксалат 2-водный  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

стандарт-титр типа 5 – Калий гидрофталат  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$

стандарт-титр типа 9 – Калий дигидрофосфат  $\text{KH}_2\text{PO}_4$

стандарт-титр типа 13 – Натрий тетраборат 10-водный  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

стандарт-титр типа 16 – Кальций гидроксид  $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Применение данных химических веществ не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

**А.5 Требования к квалификации оператора**

К приготовлению буферных растворов, а также к вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

## А.6 Условия приготовления буферных растворов

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

- температура окружающего воздуха от 15 до 25, °С
- атмосферное давление от 96 до 104, кПа
- относительная влажность воздуха от 45 до 75, %

А.6.2 Приготовленные буферные растворы следует хранить в плотно закрытой стеклянной или пластмассовой (полиэтиленовой) посуде в затемненном месте при температуре не выше 25 °С. Срок хранения буферных растворов – 1 месяц с момента приготовления, за исключением насыщенного раствора гидроксида кальция, который готовят непосредственно перед измерением рН и который хранению не подлежит.

## А.7 Приготовление буферных растворов

Буферные растворы готовят растворением содержимого стандарт-титров в дистиллированной воде по ГОСТ 6709-72 с удельной электропроводностью не более  $5 \cdot 10^{-4}$  См·м<sup>-1</sup>. Для приготовления растворов со значением рН > 6 дистиллированную воду необходимо прокипятить и охладить до температуры от 25 до 30 °С.

Навеску стандарт-титра переносят в мерную колбу 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74. Номинальные массы навески вещества входящего в состав стандарт-титра для приготовления 1 дм<sup>3</sup> буферного раствора:

- стандарт-титр типа 2 = 12,610 г
- стандарт-титр типа 5 = 10,120 г
- стандарт-титр типа 9 = 3,3880 г
- стандарт-титр типа 13 = 3,8064 г.
- стандарт-титр типа 16 = 1,75 г.

Извлечь флакон (ампулу) из упаковки, промыть поверхность флакона (ампулы) водой и просушить фильтровальной бумагой. Вставить в мерную колбу воронку, вскрыть флакон (ампулу) и высыпать содержимое в колбу, промыть флакон (ампулу) изнутри водой до полного удаления вещества с поверхностей, промывные воды слить в колбу.

Заполнить водой колбу примерно на 2/3 объема, заткнуть пробкой, взболтать до полного растворения содержимого. Залить колбу водой, не долив до метки 5-10 см<sup>3</sup> и в течение 30 минут термостатировать колбу в водяном термостате при температуре 20 °С. Для раствора гидроксида кальция колбу заполнить водой полностью и термостатировать не менее 4 ч при температуре 25 °С, периодически перемешивая суспензию в колбе встряхиванием.

Довести объем раствора в колбе до метки, закрыть пробкой и тщательно перемешать содержимое.

Из колбы с гидроксидом кальция удалить осадок фильтрованием.

## А.9 Оценка метрологических характеристик буферных растворов

А.9.1 Значения отклонением от номинального значения рН буферных растворов рассчитывают по формуле А1 :

$$\Delta \text{pH} = |\text{pH}_{\text{НОМ}} - \text{pH}_{\text{ИЗМ}}| \quad (\text{A1})$$

где  $\text{pH}_{\text{ИЗМ}}$  – значение рН приготовленного буферного раствора по ГОСТ 8.135-2004

$\text{pH}_{\text{НОМ}}$  – номинальное значение рН буферного раствора:

- для стандарт-титра типа 2 – 1,65
- для стандарт-титра типа 5 – 4,01
- для стандарт-титра типа 9 – 6,86
- для стандарт-титра типа 13 – 9,18
- для стандарт-титра типа 16 – 12,43

А.10 Оформление результатов

А.10.1 Рассчитанное значение метрологических характеристик приготовленных буферных растворов приведено в таблице 1А.

Таблица 1А – Метрологические характеристики буферных растворов

Наименование буферного раствора	Номинальное значение рН, ед. рН	Отклонение от номинального значения рН, ед. рН
1	1,65	
2	4,01	
3	6,86	
4	9,18	
5	12,43	

**ПРИЛОЖЕНИЕ 2**  
к Методике поверки  
«Анализаторы мутности AquaScat 2, TurbiScat и AquaMaster»

**ПРОТОКОЛ**  
первичной / периодической поверки  
от « \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 201\_\_ года  
Средство измерений: Анализаторы мутности AquaScat 2, TurbiScat и AquaMaster  
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков)

\_\_\_\_\_ то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» / )

Зав.№ \_\_\_\_\_ №/№ \_\_\_\_\_  
Заводские номера блоков

Принадлежащее \_\_\_\_\_  
Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки «Анализаторы мутности AquaScat 2, TurbiScat и AquaMaster. Методика поверки МП .Д4-17», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 2017 года.  
Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов \_\_\_\_\_  
(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:  
(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 35
- относительная влажность воздуха, % от 10 до 95
- атмосферное давление, кПа от 94 до 106
- напряжение питания сети постоянного тока, В от 18 до 30

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Характеристика	Результат	Требования методики поверки

Рекомендации \_\_\_\_\_  
Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_ подписи, ФИО, должность