

**Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



СОГЛАСОВАНО

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин
М.п. «17» декабря 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

АНАЛИЗАТОРЫ ВОДЫ TrueSense Analyze for Boiler.

Методика поверки

МП 2450-0016-2021

И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей

 М. В. Беднова

Инженер 1 кат. научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей

 Н.Б. Мкртычян

г. Санкт-Петербург
2021 г.

Содержание

| | | |
|----|---|----|
| 1. | Общие положения | 3 |
| 2. | Перечень операций поверки анализатора | 3 |
| 3 | Требования к условиям поверки | 4 |
| 4. | Требования к специалистам, осуществляющим поверку | 4 |
| 5. | Метрологические и технические требования к средствам поверки | 5 |
| 6. | Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки | 5 |
| 7. | Внешний осмотр анализатора | 6 |
| 8 | Подготовка к поверке и опробование анализатора | 6 |
| 9 | Проверка программного обеспечения анализатора | 6 |
| 10 | Определение метрологических характеристик анализатора | 7 |
| 11 | Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям | 8 |
| 12 | Оформление результатов поверки | 10 |
| | Приложение А | 11 |

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы воды TrueSense Analyze for Boiler (далее – анализаторы).

При поверке анализаторов должна быть обеспечена прослеживаемость к следующим государственным первичным эталонам:

ГЭТ 132-2018 Государственный первичный эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию от 27.12.2018 № 2771;

ГЭТ 34-2020 Государственный первичный эталон ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С в соответствии с ГОСТ 8.558-2009 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры»;

ГЭТ 54-2019 Государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений рН, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию от 09.02.2022 № 324;

ГЭТ 176-20019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии, в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию от 27.12.2018 № 2753;

ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма в соответствии с ГОСТ 8.021-2015 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений массы»;

ГЭТ 216-2018 Государственный первичный эталон единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию от 07.02. 2018 г. № 256 (с изменениями, утвержденными и введенными в действие приказом Федерального агентства по техническому регулированию от 21.08.2018 № 1718).

Реализация методики поверки производится следующими методами:

при поверке измерительных каналов рН, массовой концентрации фосфат-ионов и массовой концентрации молибдат-ионов – прямым изменением поверяемым анализатором величины, воспроизводимой буферными растворами (для рН) и контрольными растворами (для массовой концентрации ионов);

при поверке измерительных каналов температуры и УЭП – непосредственным сличением поверяемого анализатора и рабочими эталонами единицы температуры, и единицы УЭП.

Допускается в соответствии с заявлением владельца СИ проведение поверки отдельных измерительных каналов анализатора, установленных в описании типа СИ.

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2. Перечень операций поверки анализатора

Для поверки анализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| Внешний осмотр | Да | Да | 7 |
| Подготовка к поверке и опробование | Да | Да | 8 |
| Проверка программного обеспечения | Да | Да | 9 |
| Определение метрологических характеристик | Да | Да | 10 |
| Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры | Да | Да | 10.1 |
| Определение абсолютной погрешности измерительного канала УЭП | Да | Да | 10.2 |
| Определение относительной погрешности измерительного канала УЭП | Да | Да | 10.3 |
| Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН | Да | Да | 10.4 |
| Определение относительной погрешности измерительного канала массовой концентрации фосфат-ионов | Да | Да | 10.5 |
| Определение абсолютной погрешности измерительного канала массовой концентрации молибдат-ионов | Да | Да | 10.6 |

При проведении поверки в полном объеме, если по одному из пунктов поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается. При проведении поверки отдельных измерительных каналов анализатора, на меньшем числе диапазонов измерений, дальнейшая проверка прекращается, если получен отрицательный результат по одному из пунктов 7-9 методики поверки.

3. Требования к условиям поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: 25±5;
- относительная влажность воздуха, %, не более: 95;
- атмосферное давление, кПа: от 86 до 107.

4. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 Метрологические и технические требования к средствам поверки

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|---|--|
| п. 3 Требования к условиям поверки | <p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +30 °С, с абсолютной погрешностью не более ±1 °С;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 до 95 %, с абсолютной погрешностью не более ±3 %;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 110 кПа, с относительной погрешностью не более 0,5 кПа</p> | <p>Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11, Измерители температуры цифровые Fluke серии II</p> |
| п. 8 Подготовка к поверке и опробование анализатора | <p>Эталоны единицы рН, соответствующие требованиям к рабочим эталонам не ниже 2 разряда по ГОСТ 8.120-2014, воспроизводящие шкалу рН в диапазоне от 1 до 13 в интервале температуры от 0°С до +95°С</p> <p>Стандартный образец водного раствора фосфат ионов, массовая концентрация фосфат-ионов 1 г/дм³, допускаемая относительная погрешность ± 1,0%</p> <p>ГСО 8086-94 (14-К3)</p> <p>Стандартный образец водного раствора ионов молибдена, массовая концентрация ионов молибдена 0,1 г/дм³, допускаемая относительная погрешность ±1,0 %</p> <p>Вспомогательное оборудование: Калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77; Вода дистиллированная по Р 58144-2018; Весы Электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ 504, рег. № 60903-15</p> | <p>Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов 2-го разряда СТ-рН мод. СТ-рН-2-2, СТ-рН-2-4, СТ-рН-2-5, СТ-рН-2-8, СТ-рН-2-10, рег.№ 45142-10</p> <p>Стандартный образец водного раствора фосфат ионов ГСО 7748-99,</p> <p>Стандартный образец водного раствора ионов молибдена ГСО 8086-94</p> |
| п. 10 Определение метрологических | Средства измерений температуры в диапазоне измерений от -4 °С до | Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, |

| | | |
|----------------------------------|--|---|
| <p>характеристик анализатора</p> | <p>+35 °С с абсолютной погрешностью не более 2 °С. Средства измерений УЭП с диапазоном измерений от 0,1 до 7,0 См/м с относительной погрешностью не более ±0,1 %.</p> <p>Вспомогательное оборудование: Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут ±0,2 °С в диапазоне температур от 20 °С до 70 °С; Калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77; Вода дистиллированная по Р 58144-2018</p> | <p>рег. № 61806-15;</p> <p>Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1, мод. КПУ-1-0,06Э, рег. № 31468-06;</p> |
|----------------------------------|--|---|

Допускается применение средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому анализатору.

Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью. Стандартные образцы указанные в таблице 2, должны иметь паспорт установленного образца. Запрещается использовать СО с истекшим сроком годности.

6 Требования (условия) по обеспечении безопасности проведения поверки

6.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть. Также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

6.2 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности.

При работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности и ГОСТ 12.4.021-75 МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования.

При работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019 МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты и ГОСТ 12.2.007.0-75 МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

6.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

7 Внешний осмотр анализатора

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида анализатора приведенным в описании типа;
- наличие знака утверждения типа в соответствии с описанием типа;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведение проверки и (или) на результат поверки анализатора;
- устранение выявленных дефектов до начала поверки анализатора.

Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Анализаторы, не соответствующие указанным требованиям к поверке не допускаются.

8 Подготовка к поверке и опробование анализатора

8.1. Выдержать поверяемый анализатор в помещении в условиях, соответствующим условиям поверки, не менее 8 ч. В случае если поверяемый анализатор находился при температуре ниже 0 °С время выдержки должно быть не менее 24 ч.

8.2. Подготовить средства поверки и поверяемый анализатор к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией (далее – ЭД).

8.3. На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.4 Приготовить буферные растворы рН в соответствии с разделом «Подготовка к работе» паспорта на стандарт-титры, а также контрольные растворы удельной электрической проводимости в соответствии с п. 6 Р 50.2.021 – 2002, контрольные растворы массовой концентрации ионов в соответствии с инструкцией по применению используемых стандартных образцов.

8.5 Провести контроль условий поверки на соответствие п. 3 настоящей методики поверки.

8.6 При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно технической документации фирмы-изготовителя.

9 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии программного обеспечения анализатора возможен после запуска анализатора в меню «Setup System» при выборе пункта «Date/hour System».

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии СИ совпадает с номером версии или имеет номер выше версии, указанной в описании типа.

10 Определение метрологических характеристик анализатора

10.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры.

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений температуры, полученных на анализаторе со значением температуры, измеренным лабораторным электронным термометром ЛТ-300 (далее – эталонным термометром).

Поместить эталонный термометр и анализатор (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, установить последовательно температуру: 5 °С, 25 °С и 45 °С; выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 1 минуту.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерительного канала УЭП.

Определение абсолютной погрешности измерений УЭП . проводить в диапазоне измерений от $2 \cdot 10^{-3}$ См/м до 0,1 См/м включ. путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных анализатором со значениями,

полученными на кондуктометре лабораторном автоматизированном. Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой +25 °С, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. Контрольные растворы готовят в соответствии с Р 50.2.021 – 2002. Контрольные растворы готовятся с номинальным значением УЭП: 0,003 См/м, 0,05 См/м, 0,09 См/м. В каждой точке проводить не менее трех измерений.

10.3 Определение относительной погрешности измерительного канала УЭП.

Определение относительной погрешности измерений УЭП проводить в диапазоне измерений св. 0,1 до 2,0 См/м путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных анализатором со значениями, полученными на кондуктометре лабораторном автоматизированном. Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой +25 °С, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. Контрольные растворы готовят в соответствии с Р 50.2.021 – 2002. Контрольные растворы готовятся с номинальным значением УЭП: 0,15 См/м, 1,0 См/м, 1,9 См/м. В каждой точке проводить не менее трех измерений.

10.4 Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН.

Определение абсолютной погрешности измерений рН проводить путем сравнения значений рН буферных растворов, измеренных анализатором с действительными значениями рН буферных растворов. Проводят измерения для буферных растворов с действительными значениями рН 1,65, 6,86, 9,18 Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой +25°С, при выдержке буферного раствора в течение 30 минут.

В каждой точке проводят не менее трех измерений.

10.5 Определение относительной погрешности измерительного канала массовой концентрации фосфат-ионов.

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации фосфат-ионов проводится путем сравнения значений массовой концентрации фосфат-ионов в контрольных растворах, измеренных анализатором, с расчетными значениями массовой концентрации фосфат-ионов в контрольных растворах.

Измерения проводят для растворов с номинальным значением расчетной массовой концентрацией фосфат-ионов 5 мг/дм³, 30 мг/дм³, 55 мг/дм³. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

10.6 Определение абсолютной погрешности измерительного канала массовой концентрации молибдат-ионов.

Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации молибдат-ионов проводится путем сравнения значений массовой концентрации молибдат-ионов в контрольных растворах, измеренных анализатором, с расчетными значениями массовой концентрации ионов молибдена в контрольных растворах.

Измерения проводят для растворов с номинальным значением расчетной массовой концентрацией ионов молибдена 0,3 мг/дм³, 1,6 мг/дм³, 2,0 мг/дм³. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

11 Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала температуры:

Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитать для каждого измеренного значения в каждой точке по формуле:

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

где t (изм) – значение температуры, измеренной анализатором, °С;
 t (эт.) – температура, измеренная эталонным термометром, °С.

11.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала УЭП.

Рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений УЭП, полученные при измерении поверяемым анализатором и лабораторным кондуктометром для каждого раствора со следующими номинальными значениями УЭП:

- 0,003 См/м, 0,05 См/м, 0,09 См/м - для диапазона измерений от $2 \cdot 10^{-3}$ См/м до 0,1 См/м включ.;

- 0,15 См/м, 1,0 См/м, 1,9 См/м для диапазона измерений св. 0,1 до 2,0 См/м.

Относительную погрешность измерений УЭП в диапазоне измерений от $2 \cdot 10^{-3}$ См/м до 0,1 См/м включ. рассчитать для каждого раствора по формуле:

$$\delta\chi = \frac{\chi_{\text{изм}} - \chi_0}{\chi_0} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где $\chi_{\text{изм}}$ – значение УЭП, измеренное анализатором, См/м;

χ_0 – значение УЭП, измеренное лабораторным кондуктометром, См/м.

Абсолютную погрешность измерений УЭП в диапазоне измерений св. 0,1 до 2,0 См/м рассчитать для каждого раствора по формуле:

$$\Delta\chi = \chi_{\text{изм}} - \chi_0 \quad (3)$$

11.3 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала рН

Абсолютную погрешность измерений рассчитать для каждого измеренного значения рН поверяемым анализатором по формуле:

$$\Delta_{\text{рН}} = \text{рН}_{\text{изм}} - \text{рН}_{\text{эт}}, \quad (4)$$

где $\text{рН}_{\text{изм}}$ - измеренное значение рН буферного раствора;

$\text{рН}_{\text{эт}}$ – аттестованное значение рН буферного раствора, приготовленного из соответствующего стандарт-титра.

11.4 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала массовой концентрации фосфат-ионов.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации фосфат-ионов рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta C_{\text{PO}_4} = \frac{C_{\text{изм}} - C_{\text{расч}}}{C_{\text{расч}}} \cdot 100\%, \quad (5)$$

где $C_{\text{изм}}$ – значение массовой концентрации фосфат-ионов, измеренное анализатором, мг/дм³;

$C_{\text{расч}}$ – расчетное значение массовой концентрации фосфат-ионов, мг/дм³.

11.5 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала массовой концентрации молибдат-ионов.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации молибдат-ионов рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta C_{\text{МО4}} = C_{\text{изм}} - C_{\text{расч}}, \quad (6)$$

где $C_{\text{изм}}$ – значение массовой концентрации молибдат-ионов, измеренное анализатором, мг/дм³;

$C_{\text{расч}}$ – расчетное значение массовой концентрации молибдат-ионов, мг/дм³.

11.6 Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям, установленным при утверждении типа.

Соответствие поверяемого анализатора метрологическим требованиям, указанным в описании типа, устанавливается при выполнении всех (при поверке в полном объеме) или одного и более (при поверке в полном объеме) условий:

- значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает ± 1 °С;
- значение абсолютной погрешности измерений УЭП в диапазоне измерений от $2 \cdot 10^{-3}$ до 0,1 См/м включ., не превышает $\pm 0,0015$ См/м;
- значение относительной погрешности измерений УЭП в диапазоне измерений св. 0,1 до 2,0 См/м, не превышает ± 3 %;
- значение абсолютной погрешности измеренного анализатором значения рН не превышает $\pm 0,02$;
- значение относительной погрешности измеренной анализатором массовой концентрации фосфат-ионов не превышает ± 8 %;
- значение абсолютной погрешности измеренной анализатором массовой концентрации молибдат-ионов не превышает $\pm 0,20$ мг/дм³;

12 Оформление результатов поверки

12.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения А, в котором указывается о соответствии/несоответствии анализатора предъявляемым требованиям.

12.2. Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии соответствующего запроса заказчика, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном результате поверке) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

12.3.. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке (при его оформлении).

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

| | |
|--|--|
| Наименование прибора, тип | |
| Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ) | |
| Заводской номер (если имеется информация) | |
| Изготовитель (если имеется информация) | |
| Год выпуска (если имеется информация) | |
| Заказчик (наименование и адрес) | |
| Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются) | |

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

| | |
|---|--------------------------------|
| Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на СО | Метрологические характеристики |
| | |

Условия поверки:

| Параметры | Требования НД | Измеренные значения |
|------------------------------------|---------------|---------------------|
| Температура окружающей среды, °С | | |
| Относительная влажность воздуха, % | | |
| Атмосферное давление, кПа | | |

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Результаты идентификации ПО _____
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

| Наименование параметра | Диапазон измерений | Полученная погрешность измерений |
|------------------------|--------------------|----------------------------------|
| | | |
| | | |
| | | |

5. Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) _____

На основании результатов поверки внесена запись в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений № _____

выдано:

Свидетельство о поверке № _____ от _____
Извещение о непригодности № _____ от _____

Поверитель _____ от _____