

УТВЕРЖДАЮ  
Директор ФГУП «ВНИИМ  
им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

25 09 2015 г.




Анализаторы фотометрические YSI  
моделей 9300 и 9500

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**


МП-242-1949-2015

л.р. 03035-16

Руководитель отдела  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
М.А. Мешалкин

г. Санкт-Петербург  
2015

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы фотометрические YSI моделей 9300 и 9500 (далее - анализаторы), выпускаемые фирмой «YSI inc», США и устанавливает методы их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - один год.

## 1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Нет
4 Определение метрологических характеристик	6.4		
- определение погрешности измерения массовой концентрации анализируемых компонентов	6.4.1	Да	Да
- определение погрешности измерения рН	6.4.2	Да	Да
- определение погрешности измерения мутности	6.4.3	Да	Да

1.2 Если при проведении той или иной операции получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

## 2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6	Барометр-анероид контрольный М-67, ТУ 2504-1797-75, диапазон измерения атмосферного давления от 610 до 790 мм рт. ст, погрешность $\pm 0,8$ мм рт. ст.
	Психрометр аспирационный М-34-М, ГРПИ 405132.001 -92 ТУ, диапазон измерения относительной влажности от 10 до 100 %
	Термометр лабораторный ТЛ4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 до 50 °С, цена деления 0,1 °С
	Секундомер механический типа СОПор, ТУ 25-1894.003-90, класс точности 2
6.4.1, 6.4.4, 6.4.3	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
6.4.1	Стандартные образцы состава водных растворов ионов. Характеристики приведены в Приложении А.
	Посуда лабораторная стеклянная мерная по ГОСТ 1770-74, ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29251-91
6.4.2	Фосфатный буферный раствор -рабочий эталоны рН 2-го разряда по ГОСТ 8.120-99 (готовят из стандарт-титров по ТУ 2642-001-42218836-96), аттестованное значение 6,86 рН, погрешность аттестованного значения $\pm 0,01$ рН
6.4.3	Государственный стандартный образец мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96, относительная погрешность $\pm 2$ %.

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
<b>Примечания:</b>	
1) все эталонные средства должны иметь действующие паспорта или свидетельства о поверке;	
2) допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.	
3) Допускается проводить поверку по выборочному количеству компонентов и не на всех диапазонах (в зависимости от сферы применения и решаемой аналитической задачи).	

### 3 Требования безопасности

3.1 Должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации на анализаторы.

### 4 Условия поверки

- температура окружающей среды, °С	20 ± 5
- диапазон относительной влажности окружающей среды, %	от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа	101,3 ± 4,0
мм рт.ст.	760 ± 30

### 5 Подготовка к поверке

5.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

5.2 Проверить наличие паспортов и свидетельств о поверке эталонных средств.

5.3 Выдержать анализатор при температуре поверки в течение не менее 2 ч.

5.4 Подготовить анализатор и эталонные средства к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией.

5.5 Подготовить поверочные растворы в соответствии с инструкцией по применению (обязательное приложение к паспорту стандартного образца) согласно требованиям раздела 6.4.1 и Приложения Б.

5.6 Приготовить на основе стандартного образца мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96 поверочные суспензии в соответствии с инструкцией по применению (обязательное приложение к паспорту стандартного образца). Номинальные значения мутности контрольных суспензий приведены в таблице 3. Приготовить три поверочных раствора формазиновой суспензии согласно инструкции по применению ГСО, соответствующие началу, середине и концу диапазона измерений мутности.

Таблица 3

Диапазон измерений поверяемого анализатора (ЕМФ)	Поддиапазон измерений поверяемого анализатора, D (ЕМФ)	Номинальное значение мутности контрольной суспензии C <sub>НОМ</sub> (ЕМФ)
5 – 400	5 – 10	4,0
	5 – 25	10
	5 – 50	20
	5 – 100	40
	5 – 250	100
	5 – 400	200

5.6.1 Аликвоту стандартного образца, V<sub>со</sub> (см<sup>3</sup>), отбираемую для приготовления контрольной суспензии, вычислить по формуле (1):

$$V_{со} = \frac{C_{НОМ} \cdot V_{В}}{C_{со}} \quad (1)$$

где:  $C_{\text{ном}}$  (ЕМФ) – номинальное значение мутности контрольной суспензии (таблица 3);  $V_{\text{в}}$  (см<sup>3</sup>) – объём дистиллированной воды для приготовления суспензии;  $C_{\text{со}}$  (ЕМФ) – аттестованное значение мутности стандартного образца (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96.

5.6.2 Действительное значение мутности контрольной суспензии,  $C_{\text{д}}$  (ЕМФ), вычислить по формуле (2):

$$C_{\text{д}} = \frac{C_{\text{со}} \cdot V_{\text{со}}}{V_{\text{в}}} \quad (2)$$

5.7 Приготовить буферный раствор 6,86 рН из стандарт-титра.

5.8 Допускается проводить поверку только по тем компонентам (ионам)/параметрам, которые используются на предприятии, владельце данного анализатора. При этом перечень компонентов должен быть утвержден руководителем предприятия и указан в Заявке на поверку.

## **6 Проведение поверки**

### **6.1 Внешний осмотр**

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) требованиям эксплуатационной документации;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений.

6.1.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

### **6.2 Опробование**

6.2.1 При опробовании проводится проверка функционирования анализатора в следующем порядке:

- включить электрическое питание анализатора;
- должна запуститься программа самопроверки анализатора;
- по истечении самопроверки анализатор должен отобразить на дисплее главное меню.

6.2.2 Результаты опробования считают положительными если:

- органы управления анализатора функционируют;
- после прогрева на дисплее анализатора отображается главное меню.

### **6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения**

6.3.1 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят путем проверки соответствия ПО анализатора тому ПО, которое было зафиксировано (внесено в банк данных) при испытаниях в целях утверждения типа.

6.3.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуализацию идентификационных данных ПО. ПО анализатора идентифицируется путем вывода на дисплей номера версии по запросу через меню. Номер версии ПО находится на вкладке «Version» меню «System» в строке «Software» после первых 4-х цифр, обозначающих наименование модели прибора.

6.3.3 Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии не ниже E132.

### **6.4 Определение метрологических характеристик**

6.4.1 Определение погрешности измерения массовой концентрации определяемых ионов.

Определение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации производится путем измерения массовой концентрации определяемых ионов в поверочных растворах и сравнением результатов измерений с действительными значениями.

Поверочные растворы готовятся в соответствии с указаниями в Приложении Б.

При поверке должно быть использовано не менее трех контрольных растворов, содержание анализируемого компонента в которых должно соответствовать началу, середине и концу диапазона измерений.

Определение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации определяемых ионов проводится в следующем порядке:

- 1) приготовить поверочный раствор;
- 2) в соответствии с эксплуатационной документацией на анализатор провести измерение массовой концентрации определяемого иона в поверочном растворе № 1;
- 3) повторить операции по пп. 1) – 2) для поверочных растворов № 2 и 3;
- 4) повторить операции по пп. 1) – 3) для всех определяемых ионов.

Значение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации анализируемых компонентов  $a$  в  $i$ -ой точке поверки  $\Delta_i$ , мг/дм<sup>3</sup> находят по формуле

$$\Delta_i = C_i - C_i^0, \quad (1)$$

где  $C_i$  - результат измерений массовой концентрации анализируемого компонента в  $i$ -м контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_i^0$  - действительное значение массовой концентрации анализируемого компонента в  $i$ -м контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Результат считают положительным, если погрешность анализатора в каждой точке поверки не превышает значений, указанных в таблице В.1 Приложения В.

#### 6.4.2 Определение погрешности измерения рН

Определение абсолютной погрешности измерений рН проводится путем сравнения значений рН эталонных растворов, измеренных анализатором, с аттестованными значениями эталонных растворов рН: 6,86. Проводят не менее трех независимых измерений.

Абсолютную погрешность измерений рН рассчитывают для каждого измеренного значения по формуле:

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

$\text{pH}_{\text{изм}}$  - измеренное значение рН эталонного раствора;

$\text{pH}_{\text{эт}}$  - аттестованное значение рН эталонного раствора

Результаты измерений считаются положительными, если значение абсолютной погрешности не превышает 0,1 рН.

#### 6.4.3 Определение погрешности измерения мутности

- 1) Заполнить измерительную ячейку контрольной суспензией, соответствующей установленному поддиапазону измерений (таблица 3), и провести измерение её мутности.
- 2) Промыть измерительную ячейку дистиллированной водой.
- 3) Вычислить приведённую погрешности поверяемого анализатора,  $\gamma$  (%), по формуле (3):

$$\gamma = \frac{(C_{\text{изм}} - C_{\text{д}})}{D} \cdot 100 \quad (3)$$

где  $C_{\text{изм}}$  (ЕМФ) – полученное поверяемым анализатором значение мутности контрольной суспензии;  $C_{\text{д}}$  - действительное значение мутности контрольной суспензии,  $D$  (ЕМФ) – верхняя граница выбранного поддиапазона измерений.

- 4) Выполнить пп. 1) – 2) для других контрольных суспензий, выбирая соответствующие поддиапазоны измерений, приведенные в таблице 3.
- 5) Результаты определения метрологических характеристик считаются положительными, если приведённая погрешность поверяемого анализатора во всех поддиапазонах не превысила допустимых пределов ( $\pm 10$  %).

## **7 Оформление результатов поверки**

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении Г.

7.2. Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

Приложение А  
(обязательное)  
Характеристики стандартных образцов растворов

Государственный стандартный образец	Номинальное значение, г/дм <sup>3</sup>	Относительная погрешность, %
ГСО 7927-2001 (ионы алюминия)	1	± 0,5
ГСО 7452-98 (ионы аммония)	1	± 0,6
ГСО 8065-94 (ионы кальций)	1	± 1,0
ГСО 7436-98 (хлорид-ионы)	10	± 1,0
ГСО 7188-95 (фторид-ион)	1	± 0,8
ГСО 8032-94/8034-94 (ионы-железа)	1	± 0,3
ГСО 7876-2000 (ионы марганца)	1	± 0,4
ГСО 7190-95 (ионы магния)	1	± 0,7
ГСО 7998-93 (ионы меди)	1	± 0,2
ГСО 6696-93 (нитрат-ионы)	1	± 0,3
ГСО 7021-93 (нитрит-ионы)	1	± 0,8
ГСО 7018-93 (фосфат-ионы)	1	± 0,6
ГСО 8092-94/8094-94 (ионы калия)	1	± 0,6
	0,5	± 0,6
	0,1	± 0,7
ГСО 10445-2014 (ионы кремния)	1	± 0,8
ГСО 7684-99 (сульфат-ионы)	1	± 0,6
ГСО 9728-2010 (сульфид-ионы)	1	± 0,9
ГСО 7837-2000 (ионы цинка)	1	± 0,3
ГСО 7873-98 (ионы никеля)	1	± 0,3
ГСО 7353-93 (фенол в метаноле)	1	± 0,3
ГСО 8035-94 (ионы хрома)	1	± 0,7
рН	6,86 рН	± 0,1 рН (абсолютная)
Мутность	от 5 до 400 ЕМФ	± 2

Приложение Б  
(обязательное)

Методика приготовления поверочных растворов

1 Используя формулу (А.1), производят расчет объемов стандартных образцов ( $V_{oi}$ ), необходимых для получения раствора с массовой концентрацией компонентов, требуемых для проверки.

$$C_{li} = C_{oi} \cdot \frac{V_{oi}}{V_k}, \quad (\text{А.1})$$

где  $C_{oi}$  - действительное значение концентрации компонента в  $i$ -том стандартном образце, мг/дм<sup>3</sup>.

$V_{oi}$  - объем  $i$ -го стандартного образца, требуемый для приготовления данного контрольного раствора.

$V_k$  - общий объем приготовленного раствора (1000 см<sup>3</sup>).

$C_{li}$  - расчетная (требуемая) концентрация компонента в контрольном растворе.

2. При помощи градуированной пипетки переносят необходимый объем стандартного образца в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

3 Относительная погрешность содержания компонентов в контрольном растворе, полученном по данной методике – не более  $\pm 3,0$  %.



Приложение В  
(обязательное)

Метрологические характеристики анализатора

Таблица В.1 Диапазоны измерений и пределы допускаемой погрешности

Определяемый ион/показатель	Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мг/дм <sup>3</sup>
Алюминий (Al <sup>3+</sup> )	От 0,1 до 0,5	$\pm (0,06 \times C^* + 0,02)$
Аммоний (NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> )	От 0,12 до 1,0	$\pm (0,06 \times C + 0,02)$
Кальций (Ca <sup>2+</sup> )	От 110 до 500	$\pm (0,06 \times C + 20)$
Хлориды (Cl <sup>-</sup> )	От 15 до 50	$\pm (0,06 \times C + 3)$
Железо (Fe <sup>3+</sup> )	От 0,5 до 1,0	$\pm (0,06 \times C + 0,10)$
	св. 1,0 до 5,0	$\pm (0,06 \times C + 0,03)$
	св. 5,0 до 10	$\pm (0,06 \times C + 1,0)$
Фториды (F <sup>-</sup> )	От 0,5 до 1,5	$\pm (0,06 \times C + 0,10)$
Марганец (Mn <sup>2+</sup> )	От 0,02 до 0,03	$\pm (0,06 \times C + 0,005)$
Магний (Mg <sup>2+</sup> )	От 25 до 100	$\pm (0,06 \times C + 10)$
Медь (Cu <sup>2+</sup> )	От 0,15 до 5,0	$\pm (0,06 \times C + 0,03)$
Нитраты (NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )	От 0,3 до 1,0	$\pm (0,1 \times C + 0,05)$
	От 3,0 до 20	$\pm (0,1 \times C + 0,10)$
Нитриты (NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )	От 0,05 до 1,0	$\pm (0,06 \times C + 0,01)$
	От 0,1 до 1,6	$\pm (0,06 \times C + 0,02)$
	От 250 до 1000	$\pm (0,06 \times C + 100)$
Фосфаты (PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> )	От 0,1 до 1,3	$\pm (0,06 \times C + 0,02)$
	св. 1,3 до 4,0	$\pm (0,06 \times C + 0,07)$
	св. 4,0 – 100	$\pm (0,06 \times C + 10)$
Калий (K <sup>+</sup> )	От 5 до 12	$\pm (0,06 \times C + 1,0)$
Кремний (SiO <sub>2</sub> )	От 0,3 до 4,0	$\pm (0,06 \times C + 0,07)$
	От 80 до 150	$\pm (0,06 \times C + 15)$
Сульфаты (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	От 80 до 200	$\pm (0,06 \times C + 15)$
Сульфиды (S <sup>-</sup> )	От 0,05 до 0,5	$\pm (0,06 \times C + 0,01)$
Цинк (Zn <sup>2+</sup> )	От 0,35 до 4,0	$\pm (0,06 \times C + 0,07)$
Никель (Ni <sup>2+</sup> )	От 0,15 до 10	$\pm (0,06 \times C + 0,03)$
Фенол	От 0,15 до 5,0	$\pm (0,06 \times C + 0,03)$
Хром (Cr <sup>3+</sup> )	От 0,33 до 1,0	$\pm (0,06 \times C + 0,06)$
Активность ионов водорода (pH)	от 6,8 до 8,4	$\pm 0,1$

\*измеренное значение концентрации.

Метрологические характеристики анализатора при измерении мутности

Наименование показателя	Диапазон измерений	Поддиапазоны измерений	Пределы допускаемой приведенной погрешности, (к верхнему пределу поддиапазона измерений) %
Мутность, ЕМФ	от 5 до 400	(от 5 до 10); (от 5 до 25); (от 5 до 50); (от 5 до 100); (от 5 до 250); (от 5 до 400).	$\pm 10$

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

Спектрометр YSI модель \_\_\_\_\_

Принадлежит: \_\_\_\_\_ ИНН \_\_\_\_\_

Поверка проведена по методике поверки \_\_\_\_\_

С использованием стандартных образцов \_\_\_\_\_

Условия проведения поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;

относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

**Результаты поверки**

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

3. Результаты определения метрологических характеристик:

Заключение \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
(подпись)