

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.Н. Пронин

М.п. 24 апреля 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы воды автоматические WIZ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2341-2020

И.о.руководителя НИО госэталонов
в области физико-химических измерений

А.В.Колобова

Научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.Б. Шор

Санкт-Петербург
2020 г.

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы воды автоматические WIZ (далее – анализаторы), и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1. Внешний осмотр	6.1	да	да
2. Опробование	6.2		
2.1. Проверка общего функционирования	6.2.1	да	да
2.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2.2	да	да
3. Определение метрологических характеристик	6.3		
3.1. Определение основной погрешности	6.3.1	да	да
3.2. Определение СКО	6.3.2	да	да

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

1.3 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов в соответствии с заявлением владельца анализаторов, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта МП	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.1, 6.2, 6.3	Прибор комбинированный для измерения температуры, относительной влажности воздуха и абсолютного давления Testo 622 (регистрационный номер 53505-13): диапазон измерений температуры от 10 °С до 30 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ °С; диапазон измерений относительной влажности от 30 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 %; диапазон измерений абсолютного давления от 80 до 110 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ кПа.
6.3	Стандартный образец состава водного раствора нитрит-ионов ГСО 7021-93 Стандартный образец состава водного раствора нитрат-ионов ГСО 6696-93 Стандартный образец состава водного раствора фосфат-ионов ГСО 7018-93 Стандартный образец состава раствора ионов кремния ГСО 9729-2010 Стандартный образец состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93 Колбы мерные II класса точности 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74; пипетки II класса точности 6-2-1, 6-2-2, 6-2-5, по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91; вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 или деонизированная вода по ГОСТ Р 52501-2005
* Номинальные значения содержания определяемых компонентов, допускаемое отклонение от номинального значения указаны в Приложении А.	

2.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы – действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в ГОСТ 12.1.005-88, ГОСТ 12.1.007-76 и в технической документации на анализатор.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды: от +15 до +25 °С;

атмосферное давление: от 84 до 106,7: кПа;

относительная влажность воздуха: не более 80 %.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

5.1.1. Выдержать анализатор при температуре поверки в течение не менее двух часов.

5.1.2. Подготовить анализатор к работе в соответствии с НД на него.

5.1.3. Приготовить контрольные растворы согласно требованиям раздела 6.3.1.1 настоящей методики и указаниям, приведенным в Приложении А.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность анализаторов.

6.1.2 Для анализаторов должны быть установлены:

а) исправность органов управления.

б) четкость надписей на лицевой панели.

в) соответствие комплектности указанной в РЭ на анализатор.

Анализаторы считаются выдержавшими внешний осмотр удовлетворительно, если они соответствуют перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка общего функционирования

Проверку общего функционирования анализаторов (вывод на мониторе компьютера значений концентрации, единицы измерений, вида определяемого иона и т.д.) проводят в процессе тестирования при их включении в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Результаты проверки считают положительными, если все технические тесты завершились успешно.

6.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) автономного программного обеспечения (ПО).

Вывод номера версии (идентификационного номера) автономного ПО осуществляется посредством отображения на мониторе компьютера, подключенного:

- через кабель последовательной передачи данных RS232;
- через GSM модем,

по запросу пользователя через сервисное меню.

Для запуска автономного ПО необходимо выбрать на экране компьютера из меню программ «WIZ Panel» и открыть двойным щелчком кнопки мыши. В левом верхнем углу экрана визуализируется номер версии автономного ПО. Дальнейшая работа программы осуществляется после двойного щелчка мыши на кнопку Click «CONNECT» to start communication.

Версия встроенного ПО указана на шильде прибора.

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений.

6.2.3. Проверка нулевых показаний

Проверка нулевых показаний проводится в соответствии с НД на анализатор при добавлении в измерительную ячейку только растворов реактивов (без определяемого иона). Проводят считывание показаний - C_i , мг/дм³.

Анализатор считается выдержавшим проверку, если выполняется условие:

$$C_i \leq 0,1 C_n$$

где C_n – нижнее значение диапазона измерений для каждого иона, мг/дм³, приведенное в таблице 1 Приложения 2.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если анализаторы соответствуют требованиям п. 6.2.1 - 6.2.3.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение основной погрешности

6.3.1.1 Определение основной погрешности с пробоотборным зондом (для диапазонов без разбавления пробы)

Определение основной погрешности проводится для всех определяемых компонентов анализатора.

Считывание показаний проводится с монитора компьютера, подключенного к анализатору, через период времени, указанный в РЭ на анализатор, после подачи растворов.

МХ всех измерительных каналов анализатора приведены в Приложении Б.

Определение абсолютной погрешности проводится путем измерений массовой концентрации определяемых ионов в контрольных растворах и сравнением показаний анализатора с действительными значениями.

Контрольные растворы готовятся в соответствии с указаниями п. 5.1.3 настоящей МП. При испытаниях должно быть использовано не менее трех контрольных растворов (контрольные растворы №№ 1, 2 и 3), содержание определяемого иона, в которых должно соответствовать началу, середине и концу диапазонов измерений (без разбавления) с допуском отклонением $\pm 10\%$.

Диапазоны измерений (без разбавления) приведены в таблице Б.1. Приложения Б настоящей МП. Число измерений в каждом растворе – не менее 2-х.

Подача контрольного раствора в измерительную ячейку при помощи насоса и измерение проводится в соответствии с разделом 5 Руководства по эксплуатации. Объем контрольного раствора должен составлять не менее 0,5 дм³.

По результатам измерений, полученным в каждой точке проверки, определяют погрешность анализатора.

Значение основной абсолютной погрешности (Δ , в мг/дм³) в каждой точке для диапазонов измерений (без разбавления), приведенных в приложении Б настоящей МП), рассчитывают по формуле

$$\Delta = C_i - C_0, \quad (4.1)$$

где C_i – i -ое измеренное значение определяемого иона (по монитору компьютера), мг/дм³;
 C_0 – действительное значение определяемого иона в контрольном растворе, мг/дм³.

Результаты определения считают положительными, если полученные значения основной абсолютной погрешности не превышают значений, указанных в приложении Б настоящей МП.

6.3.1.2 Определение основной погрешности с пробоотборным зондом (для диапазонов с разбавлением пробы)

Определение погрешности проводится одновременно с определением основной погрешности по п. 6.3.1.1 для одного из определяемых компонентов с концентрацией соответствующей последней трети диапазона измерений (с разбавлением пробы). Число измерений « n » – не менее 2-х.

Значение основной абсолютной погрешности (Δ , в мг/дм³) для диапазонов измерений (с разбавлением), приведенных в приложении Б настоящей МП), рассчитывают по формуле 4.1.

Результаты определения считают положительными, если полученные значения основной абсолютной погрешности не превышают значений, указанных в приложении Б настоящей МП.

6.3.2. Определение среднего квадратического отклонения (СКО) случайной составляющей погрешности (СКО, S_0 в %) проводится одновременно с определением основной погрешности по п. 6.3.1. для одного из определяемых компонентов с концентрацией соответствующей середине диапазона измерений. Число измерений « n » – не менее 10.

Рассчитывают среднее арифметическое значение измеренных значений концентрации компонента \bar{C} , мг/дм³ и относительного СКО в % по формулам:

$$\bar{C} = \frac{\sum C_i}{n} \quad (4.2)$$

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \cdot \frac{100}{\bar{C}} \quad (4.3)$$

Где:

C_i – i -ое значение концентрации, измеренной анализатором, при подаче контрольного раствора, мг/дм³.

Анализатор считается выдержавшим испытания, если значение S_0 не превышает 6 %.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки анализаторов составляется протокол результатов измерений, в котором указывается соответствие анализаторов предъявляемым к ним требованиям. Форма протокола поверки приведена в Приложении В.

7.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям методики поверки, признаются пригодными к применению.

7.3 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке в соответствии с установленной формой.

7.4 При отрицательных результатах поверки применение анализаторов запрещается и выдается извещение о непригодности к применению.

7.5 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке на анализатор.

Приготовление контрольных растворов

Согласно инструкции по применению ГСО подготовьте контрольные растворы, охватывающие диапазон измерений поверяемого прибора путем разбавления ГСО. Если требуется, то подготовьте промежуточный раствор, разбавляя основной раствор.

Действительное значение массовой концентрации иона или параметра (ООУ, ХПК) в контрольном растворе (C_1 , мг/дм³) вычисляются по формуле:

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

где C_o - действительное значение массовой концентрации иона или параметра (ООУ, ХПК) в стандартном образце, приведенное в паспорте, мг/дм³;

V_o - объем исходного раствора, использованный для приготовления данного раствора; см³;

V_k - объем приготовленного раствора, см³ (1000 см³).

Для переноса необходимого объема концентрированного раствора используйте пипетки с погрешностью не более 1 % по ГОСТ 29227-91.

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики анализатора

Модификации	Измеряемый компонент (параметр)	Диапазон измерений без разбавления пробы ¹⁾ , мг/дм ³	Диапазон измерений с автоматическим разбавлением пробы ²⁾ , мг/дм ³	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, мг/дм ³
MP4 NITROGEN	Азот общий	от 0,05 до 5	от 0,05 до 20	$\pm(0,005+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Нитраты ⁴⁾ (в пересчете на азот)	от 0,01 до 0,25	от 0,01 до 1	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Нитриты (в пересчете на азот)	от 0,01 до 0,25	от 0,01 до 1	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Аммоний (в пересчете на аммонийный азот)	от 0,01 до 0,5	от 0,01 до 2	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
MP3 PHOSPHORUS & AMMONIA	Фосфор общий	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Фосфаты (в пересчете на фосфор)	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Аммоний (в пересчете на аммонийный азот)	от 0,01 до 0,5	от 0,01 до 2	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
MP4 NUTRIENTS	Аммоний (в пересчете на аммонийный азот)	от 0,01 до 0,5	от 0,01 до 2	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Нитраты ¹⁾ (в пересчете на нитратный азот)	от 0,01 до 0,25	от 0,01 до 1	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Нитриты (в пересчете на нитритный азот)	от 0,01 до 0,25	от 0,01 до 1	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Фосфаты (в пересчете на фосфор)	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
MP4 NUTRIENTS & SiO2	Аммоний (в пересчете на аммонийный азот)	от 0,01 до 0,5	от 0,01 до 2	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$

Продолжение таблицы Б.1

Модификации	Измеряемый компонент (параметр)	Диапазон измерений без разбавления пробы ¹⁾ , мг/дм ³	Диапазон измерений с автоматическим разбавлением пробы ²⁾ , мг/дм ³	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности, мг/дм ³
	Нитраты ¹⁾ в пересчете на нитратный азот	от 0,01 до 0,25	от 0,01 до 1	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Фосфаты (в пересчете на фосфор)	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Силикаты (в пересчете на кремний)	от 0,03 до 2,00	от 0,03 до 10,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
MP4 PHOSPHOROUS	Фосфор общий	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Фосфор неорганический	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Фосфор органический	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Ортофосфаты (в пересчете на фосфор)	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
MP4 ECO	Общий органический углерод (ОУ)	от 1 до 50 включ.	-	$\pm(0,01+0,15 \cdot C)^{3)}$
		св. 50 до 200	-	$\pm(0,5+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Химическое потребление кислорода (ХПК)	от 1 до 50 включ.	-	$\pm(0,01+0,15 \cdot C)^{3)}$
		св. 50 до 200	-	$\pm(0,5+0,15 \cdot C)^{3)}$
MP5 NUTRIENTS	Аммоний (в пересчете на аммонийный азот)	от 0,01 до 0,5	от 0,01 до 2	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Нитраты ¹⁾ (в пересчете на нитратный азот)	от 0,01 до 0,25	от 0,01 до 1	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Нитриты (в пересчете на нитритный азот)	от 0,01 до 0,25	от 0,01 до 1	$\pm(0,001+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Фосфаты (в пересчете на фосфор)	от 0,03 до 1,00	от 0,03 до 4,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$
	Силикаты (в пересчете на кремний)	от 0,03 до 2,00	от 0,03 до 10,00	$\pm(0,003+0,15 \cdot C)^{3)}$

¹⁾ Номинальная цена единицы наименьшего разряда: 0,001 мг/дм³
²⁾ С коэффициентом разбавления, равным 4,0
³⁾ С – измеренное значение концентрации, мг/дм³
⁴⁾ Нитраты (по разнице суммы нитратов и нитритов с нитритами)

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

Протокол поверки анализаторов WIZ
ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование СИ _____
Зав. № _____
Дата выпуска _____
Регистрационный номер _____
Заказчик _____
Серия и номер клейма предыдущей поверки: _____
Дата предыдущей поверки: _____
Методика поверки: _____
Основные средства поверки: _____

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

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

- 1 Результаты внешнего осмотра _____.
- 2 Результаты опробования
 - 2.1 Результаты проверки общего функционирования _____
 - 2.2 Результаты подтверждения соответствия программного обеспечения _____
- 3 Результаты определения метрологических характеристик.
 - 3.1 Результаты определения основной погрешности _____
 - 3.2 Результаты определения СКО _____.

Заключение: на основании результатов первичной (или периодической) поверки анализаторы признаны соответствующими установленным в описании типа метрологическим требованиям и пригодны к применению.

Поверитель: _____

Дата поверки: _____