

**УТВЕРЖДАЮ**  
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП  
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Н.И. Ханов

"22" июня 2014 г.




## **Анализаторы воды в жидких и твердых продуктах ВАД-40М, ВАД-40ММ**

### **МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

МП 242-1492-2014

Руководитель отдела  
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

  
Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник  
  
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург

2014

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы воды в жидких и твердых продуктах ВАД-40М, ВАД-40ММ производства ООО «НПФ «Микроаналитические системы» и ООО «НПФ «Технологическая аппаратура», РФ, и устанавливает методы и средства их первичной поверки, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Данная методика также распространяется на все анализаторы, в том числе выпущенные ранее.

Интервал между поверками - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции:

Таблица 1

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			Первичная поверка	Периодическая поверка
1.	Внешний осмотр, проверка комплектности.	6.1	Да	Да
2	Опробование.	6.2	Да	Да
3	Проверка подлинности и целостности ПО «ВАД-40М», «ВАД-40ММ»	6.3	Да	Да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.4	Да	Да

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Стандартные образцы массовой (объемной) доли воды в нефти ГСО 9829-2011, ГСО 8999-9007 -2008, ГСО 9261-9262 -2008.

Характеристики ГСО 9829-2011 и ГСО 9005-9008 -2008 приведены в таблице 2 (в паспорте ГСО указано аттестованное значение массовой доли воды, %).

Таблица 2

№ п/п	Регистрационный номер стандартного образца	Индекс стандартного образца	Аттестованное значение (интервал допускаемых значений массовой доли воды), %	Границы относительной погрешности (P=0,95), %
1	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (0,1)	0,09 — 0,11	2,5
2	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (0,3)	0,27 — 0,33	2,5
3	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (0,5)	0,45 — 0,55	2,5
4	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (0,7)	0,63 — 0,77	2,5
5	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (1)	0,90 — 1,10	2,5
6	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (1,5)	1,35 — 1,65	2,5
7	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (2,0)	1,35 — 1,65	2,5
8	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (3,0)	1,35 — 1,65	2,5
9	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (4,0)	1,35 — 1,65	2,5
10	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (5,0)	1,35 — 1,65	2,5
11	ГСО 9829-2011	ВН-ПА (6,0)	1,35 — 1,65	2,5
12	09.04.018 (ГСО 9004-2008)	ВН-ВНИИМ-2	1,8 — 2,2	±2
13	09.04.019 (ГСО 9005-2008)	ВН-ВНИИМ-3	2,7 — 3,3	±1
14	09.04.020 (ГСО 9006-2008)	ВН-ВНИИМ-4	3,6 — 4,4	±1
15	09.04.021 (ГСО 9007-2008)	ВН-ВНИИМ-5	4,5 — 5,5	±1
16	09.04.022 (ГСО 9008-2008)	ВН-ВНИИМ-6	5,6 — 6,6	±1

2.2. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

2.2. Натрий хлористый, х.ч. ГОСТ 4237-77.

2.3. Термометр лабораторный ТЛ4-Б2 по ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.

2.7. Весы аналитические любого типа с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

2.8. Колбы мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74.

2.9. Растворяют навеску 1,0 г натрия хлористого, взятую с погрешность 0,01 г в дистиллированной воде в колбе мерной вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят раствор до метки. Объемную долю воды в данном растворе принимают за 100%.

Допускается применение других средств поверки, реактивов и материалов с характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в установленном порядке.

При прекращении действия нормативно-технических документов, использованных в тексте методики, они автоматически прекращают свое действие в данной методике. При введении в действие новых нормативно-технических документов, взамен отмененных, они автоматически вводятся в действие в данной методике.

### 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

### 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- |                                      |                                   |
|--------------------------------------|-----------------------------------|
| - температура окружающей среды, °С   | от 15 до 25 °С                    |
| - атмосферное давление, кПа          | от 84 до 106                      |
| - относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80                       |
| - питание сети переменного тока      |                                   |
| - напряжением, В                     | 220 <sup>+22</sup> <sub>-33</sub> |
| - частотой, Гц                       | (50±1)                            |

### 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

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

- Анализатор следует выдержать при температуре поверки в течение не менее двух часов.

- Установку и подготовку анализатора к работе проводят в соответствии с руководством по эксплуатации (РЭ). Проводят градуировку анализатора ВАД-40М по трем точкам в соответствии с разделом 9 РЭ. Температура в процессе градуировки и поверки не должна изменяться более чем на 3 °С.

- Анализатор ВАД-40ММ отсоединяют от трубопровода, промывают нефрасом или бензином «Калоша», протирают материалом, впитывающем жидкость (салфетки, ткань ХБ) и сушат. Фланец анализатора закрывают заглушкой, входящей в комплект анализатора, уплотняют и фиксируют с помощью гаек. Проводят градуировку анализатора по трем точкам в соответствии с разделом 3.5 РЭ. Температура в процессе градуировки и поверки не должна изменяться более чем на 3 °С.

- Приготовление раствора натрия хлористого в дистиллированной воде массовой концентрацией 0,1 г/дм<sup>3</sup> (ионы соли обеспечивают электропроводность воды и возможность измерения). Навеску натрия хлористого 0,1±0,01 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Срок хранения — 3 дня.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления;
- четкость всех надписей на кнопках управления;
- наличие эксплуатационной документации;
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;
- наличие на приборе обозначения и заводского номера и соответствие маркировки прибора технической документации.

Анализатор считается выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п.6.1.

### 6.2. Опробование.

Включение анализаторов ВАД-40М или ВАД-40ММ выполняется в последовательности, указанной в руководстве по эксплуатации. Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения, программное обеспечение распознает конфигурацию анализатора и анализатор выходит на заданный режим измерений.

### 6.3. Проверка подлинности и целостности ПО «ВАД-40М», «ВАД-40ММ»

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

Идентификация встроенного ПО осуществляется путем внутренней сверки номера версии и контрольной суммы во время прохождения теста после включения анализатора. В случае успешной сверки его идентификационных данных с образцовыми, зашитыми в память, на экран выводится заставка («ВАД-40М» и текущая версия ПО для анализатора ВАД-40М и два курсора для анализатора ВАД-40ММ). Версия ПО для ВАД-40ММ сверяется по шильдику.

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если наименование ПО, идентификационное наименование и номер версии на шильдике анализатора соответствует указанному в таблице 3 и на рисунках 1 и 2.

Таблица 3

Наименование программного обеспечения	Идентификационное наименование программного обеспечения	Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения
ВАД-40М	v10_pc_887.hex	Не ниже 10.8.7
ВАД-40ММ	mon_win_887.hex	Не ниже 2.8.7



Рисунок 1. Версия ПО анализатора ВАД-40М

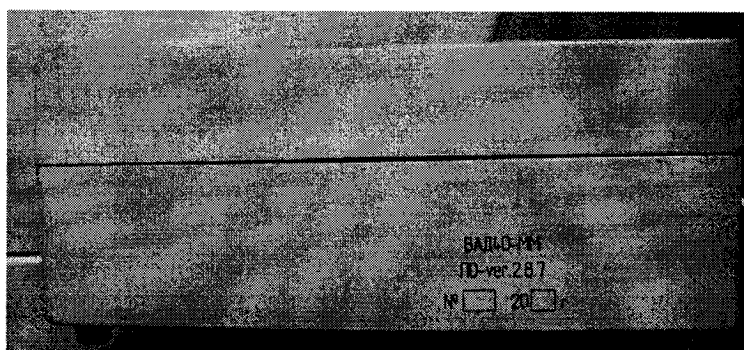


Рисунок 2. Шильдик анализатора ВАД-40ММ

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если номер версии ПО совпадает с указанным в руководстве по эксплуатации.

#### 6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение погрешности измерений объемной доли воды проводится не менее, чем по трем точкам в начале, середине и конце диапазона измерений с использованием СО из таблицы 2, контрольных смесей<sup>1</sup> (см Приложение 2) и дистиллированной воды.

6.4.2. СО или контрольную смесь диспергируют с помощью бескавитационной мешалки или лабораторного диспергатора или путем интенсивного встряхивания в течение не менее 5 минут непосредственно перед измерениями.

6.4.3. Выбирают канал измерения. Для этого: включают анализатор, нажимают цифру, соответствующую номеру канала и «Enter» (в соответствие с РЭ канал 7 или 8). Анализатор готов к работе (см. рисунок 3).

---

<sup>1</sup> При периодической поверке допускается применять контрольные смеси трансформаторного масла марки ГК или Ткп и воды, приготовленные в соответствии с рекомендациями Приложения 2.

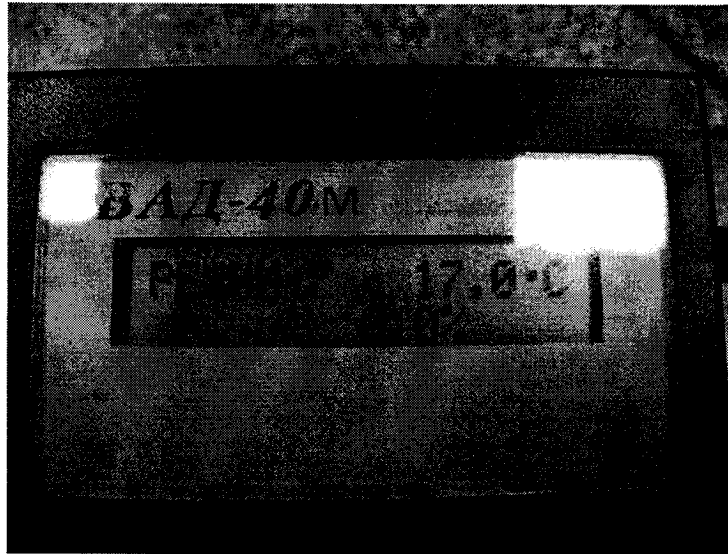


Рисунок 3.

6.4.4. Заполняют СО датчик анализатора до полного погружения центрально стержня или до появления излишка жидкости в трубке ячейки.

6.4.5. Дожидаются стабилизации показаний (2 или 3 минуты) и фиксируют результат измерения объемной доли воды как  $W_i$  (см. рисунок4).

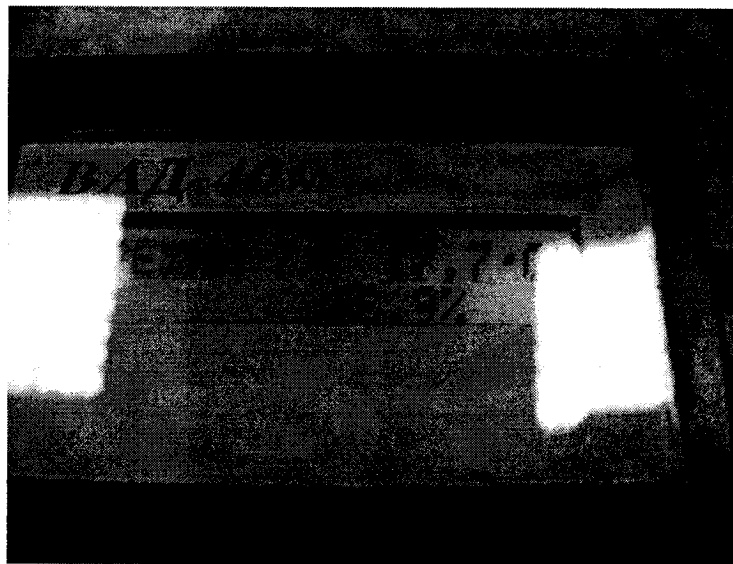


Рисунок 4.

6.4.6. Протирают датчик впитывающим жидкость материалом (салфетки, ткань ХБ), сушат и выполняют измерение следующей жидкости по пп. 6.4.4 – 6.4.6.

6.4.7. Рассчитывают погрешность измерений объемной доли воды для каждого измерения по формуле (1):

$$\Delta_i = | W_{насп} - W_i |, \quad (1)$$

где:  $W_{i1,2}$  - результаты измерения массовой доли воды, %;

$W_{насп}$  - действительное значение объемной доли воды, указанное в паспорте СО.

6.4.7. Результаты поверки считают положительными, если полученные значения погрешности не превышают нормативов, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Вид датчика	Абсолютная погрешность измерения объемной доли воды, %
- датчик высокой чувствительности	$\pm 0,025$
- датчик средней чувствительности	$\pm 0,625$
- датчик низкой чувствительности	$\pm 2,5$

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении 1.

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.

### ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование:

Зав. номер \_\_\_\_\_

Тип \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Представлен \_\_\_\_\_

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С .....

- атмосферное давление, кПа .....

- относительная влажность, % .....

Средства поверки: ГСО \_\_\_\_\_

Результаты определения:

Номер версии ПО \_\_\_\_\_

Результат определения метрологических характеристик

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

2. Результаты опробования \_\_\_\_\_

3. Результаты измерений :

Тип датчика \_\_\_\_\_

№ п/п	Номер и наименование контрольного раствора или СО	Действительное (аттестованное) значение объемной доли воды, %	Результат измерения объемной доли воды, %	Погрешность измерения объемной доли воды, %	Норматив погрешности измерения объемной доли воды, %
1					

Заключение \_\_\_\_\_

Подпись поверителя

Дата \_\_\_\_\_



## Приготовление контрольных смесей

Посуда, реактивы, материалы

Раствор натрия хлористого по п.2.9.;

ГСО 9829-2011 ВН-ПА (0,1);

Масло трансформаторное ГК по ТУ 38.1011025–85 или ТКп по ТУ 38.401-58-49-92 (Предельно допустимое содержание воды – н/б 0,0025 %);

Цилиндры мерные вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74;

Колбы мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74;

Пипетки 2-ого класса точности по ГОСТ 29228-91, ГОСТ 29169-91

Термометр ртутный по ГОСТ 28298-90.

Приготовление контрольных растворов проводят при температуре (20±5) °С.

Процедура приготовления контрольных смесей.

Рекомендуемые объемы компонентов приведены в таблице 1.

Таблица 1

№ смеси	Объем СО m <sub>СО</sub> , г	Объем воды m <sub>воды</sub> , г	Аттестованное значение объ- емной доли воды в смеси W, %
1	995	5,0	0,5
2	990	10,0	1,0
3	900	100,0	10,0
4	750	250,0	25,0
5	500	500	50,0
6	1,0	999	99,9

Примечание: Для проведения поверки допускается приготовление меньших объемов контрольных смесей с соблюдением пропорций, необходимо использовать идентичное масло для приготовления контрольных смесей.

Погрешность действительного значения массовой доли воды контрольного раствора по процедуре приготовления рассчитывают по формуле (1).

$$\Delta_C = 1,1 * \sqrt{\left(\frac{\Delta v_1}{v_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta v_2}{v_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta c_a}{c_a}\right)^2} \quad (4)$$

где: С – объемная доля воды в контрольном растворе, %;  
 v<sub>1</sub> – объем, отмеряемый пипеткой или цилиндром, см<sup>3</sup>;  
 v<sub>2</sub> – объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 Δv<sub>1</sub> – предел погрешности используемой пипетки или цилиндра, см<sup>3</sup>;  
 Δv<sub>2</sub> – предел погрешности используемой мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 С – аттестованное значение массовой доли воды в СО, %;  
 Δc<sub>a</sub> – абсолютная погрешность аттестованного значения СО, %.

Таблица 3.

Характеристики средств измерений, используемые при приготовлении поверочных растворов.

Наименование СИ	НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Предел допускаемой абсолютной погрешности СИ
Пипетка 2-1-1	ГОСТ 29169	Объем	1 см <sup>3</sup>	±0,0030 см <sup>3</sup>
Пипетка 2-1-5			5 см <sup>3</sup>	±0,015 см <sup>3</sup>
Пипетка 2-1-10			10 см <sup>3</sup>	±0,020 см <sup>3</sup>
Цилиндры мерные исполнения 1	ГОСТ 1770	Объем	50 100 250	± 0,5 см <sup>3</sup>
Колба мерная исполнения 2-1000-2	ГОСТ 1770	Объем	1000	± 0,8 см <sup>3</sup>

При использовании средств измерения, ГСО и реактивов, указанных в п.1 настоящего приложения,

Абсолютная погрешность контрольных растворов, приготовленных по данной методике, не превышает 0,0027%.