

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

« _____ » 2014 г.



Зонды гидрологические YSI 6600

Методика поверки

МП 242-1785-2014

л.р. 62290-15

Руководитель лаборатории
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"
В.И. Суворов

Санкт-Петербург
2014 г.

Зонды гидрологические YSI 6600 (далее – зонды) предназначены для измерений удельной электрической проводимости (УЭП), рН, окислительно-восстановительного потенциала (ОВП), мутности, температуры, глубины погружения зонда, растворенного кислорода, а также массовых концентраций ионов нитратов (NO_3^-), и аммония (NH_4^+) в морской и пресной воде.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в табл.1.

Таблица 1

Наименование операции	Наименование документа, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение метрологических характеристик канала измерений рН	Согласно п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение метрологических характеристик канала измерений температуры	Согласно п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение метрологических характеристик канала измерений ОВП (Eh)	Согласно п. 6.4.3	Да	Да
4.4. Определение метрологических характеристик канала измерений УЭП	Согласно п. 6.4.4	Да	Да
4.6. Определение метрологических характеристик канала измерений содержания растворенного в воде кислорода	Согласно п. 6.4.5	Да	Да
4.7. Определение метрологических характеристик канала измерений мутности	Согласно п. 6.4.6	Да	Да
4.8. Определение метрологических характеристик каналов измерений массовых концентраций ионов нитратов (NO_3^-), аммония (NH_4^+)	Согласно п. 6.4.7	Да	Да

2. Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются следующие средства измерений и оборудование:

Таблица 2

Наименование	Характеристики оборудования
1. Рабочие эталоны рН 2-го разряда	по ГОСТ 8.120-99
2. Кондуктометр лабораторный КЛ-4	Диапазон измерений от 10^{-4} до 100 См/м, погрешность не более $\pm 0,25\%$
3. СО состава водного раствора нитрат ионов (NO_3^-)	ГСО 7820-2000

4. СО состава водного раствора ионов аммония (NH_4^+)	ГСО 7747-99
5. Стандарт-титры СТ-ОВП-01-1 и СТ-ОВП-01-2	Готовятся насыщением хингидроном буферных растворов pH 1,65 и 6,86
6. ГСО мутности (формазиновая суспензия)	по ГСО 7271-96
7. ГСО-ПГС	В соответствии с Таблицей 3.
8. Термометр ртутный эталонный, ТР-1,	Цена деления 0,1 °C;
9. Термостат жидкостной ТЖ мод. ТС-01	Диапазон регулирования температуры не менее 10–95 °C; погрешность не более $\pm 0,03$ °C
10. Вода дистиллированная	по ГОСТ 6709
11. Мешалка ММ-5	по ТУ25-11-834-80
12. Пипетки мерные 2-го класса точности	по ГОСТ 29228-91
13. Колбы мерные 2-го класса точности	по ГОСТ 1770-74
14. Пипетки мерные 2-го класса точности	по ГОСТ 29169

2.2. Допускается применять средства, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3. Требования безопасности

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

3.2. К работе с приборами, используемые при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

3.3. Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.4. Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

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

4. Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха: (20 ± 5) °C;

относительная влажность воздуха: от 10 до 95 %;

атмосферное давление: от 70 до 106 кПа

5. Подготовка к поверке

5.1. Подготовить зонд к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев зонда в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность зонда в режиме измерения
- проверить отсутствие на дисплее зонда предупреждающих сообщений;

5.2. Распакованный зонд необходимо выдержать перед включением в течение двух часов при температуре (20 ± 5) °C и относительной влажности (10...95)%.

6. Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра установки проверяется на соответствие зонда следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Зонда считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

Зонды с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

6.2. Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей зонда согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки.

6.3. Подтверждение соответствия ПО

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

Просмотр номера версии встроенного программного обеспечения доступен в программе «Eco Watch» в меню «Main Menu» подразделе «Status».

Просмотр номера версии автономного программного обеспечения доступен в программе «Eco Watch» во вкладке «Help».

Зонд считается прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или выше номера версии, указанного в описании типа.

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение метрологических характеристик измерений pH проводится согласно Р 50.2.036-2004 «ГСИ. pH-метры и иономеры. Методика поверки».

6.4.2. Определение метрологических характеристик измерений температуры проводится согласно Р 50.2.036-2004 «ГСИ. pH-метры и иономеры. Методика поверки».

6.4.3. Определение метрологических характеристик канала измерений ОВП (Eh) проводится согласно ГОСТ Р 8.702-2010 «ГСИ. Электроды для определения окислительно-восстановительного потенциала. Методика поверки».

6.4.4. Определение метрологических характеристик канала измерений УЭП проводится согласно п. 6.4.1 ГОСТ Р 8.722-2010 «ГСИ. Анализаторы жидкости кондуктометрические. Методика поверки»

6.4.5. Определение метрологических характеристик канала измерений содержания растворенного в воде кислорода проводится согласно п. 9.4 Р 50.2.045-2005 «ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки»

6.4.6. Определение метрологических характеристик канала измерений мутности.

Поверка проводится с помощью поверочных супензий, приготовленных с использованием ГСО мутности 7271-96. Поверочные растворы готовятся в соответствии с паспортом.

Определение метрологических характеристик канала измерений мутности проводится методом сличения показаний поверяемого зонда с расчетным значением мутности в поверочных супензиях (приготовленных по приложению А).

Относительную погрешность измерений мутности рассчитывается для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_{\text{tur}} = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100\% \quad (1)$$

Абсолютную погрешность измерений мутности рассчитывается для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta X_{\text{tur}} = X_1 - X_0 \quad (2), \quad \text{где}$$

X_1 – значение мутности измеренное зондом, ЕМФ;

X_0 – расчетное значение мутности в контрольном растворе, ЕМФ;

Зонд считают прошедшим поверку по каналу мутности, если

- значение абсолютной погрешности измерений мутности в диапазоне от 0 до 100 ЕМФ не превышает ± 5 ЕМФ
- значение относительной погрешности измерений мутности в диапазоне св. 100 до 1000 ЕМФ не превышает $\pm 5\%$

6.4.7. Определение метрологических характеристик канала измерений массовых концентраций ионов нитратов (NO_3^-) и аммония (NH_4^+).

Определение метрологических характеристик канала измерений массовых концентраций ионов нитратов и аммония проводится методом сличения показаний поверяемого анализатора с расчетным значение, соответствующих компонентов в поверочных растворах. Поверочные растворы готовят с помощью ГСО нитрат-ионов (ГСО 6696-93-9698-93) и иона аммония (ГСО 7015-93-7017-93) в соответствии с паспортом.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации ионов рассчитывается для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta X = X_1 - X_0 \quad (3), \quad \text{где}$$

X_1 – массовая концентрация ионов измеренная зондом, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

X_0 – расчетное значение массовой концентрации ионов в контрольном растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

Зонд считают прошедшим поверку, если значение относительной погрешности измерений массовых концентраций ионов не превышает $\pm 5\%$.

7. Оформление результатов поверки

7.1. Результаты периодической поверки или поверки после ремонта оформляют документом, составленным метрологической службой предприятия.

7.2. Результаты поверки считаются положительными, если зонд удовлетворяет всем требованиям настоящей методики.

7.3. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого зонда, хотя бы одному из требований настоящей методики по каждому из измерительных каналов раздельно. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности. При этом запрещается выпуск зонда в обращение и его применение.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Инструкция по приготовлению поверочных супензий для проверки диапазонов измерений мутности

С помощью соответствующих ГСО готовят поверочные супензии с требуемым значением мутности.

Обмыть ампулу с ГСО дистиллированной водой и высушить поверхность ампулы с помощью фильтровальной бумаги. Вскрыть ампулу и перелить содержимое в сухой химический стакан. Отобрать градуированной пипеткой необходимый объём ГСО и перенести в мерную колбу. Довести супензию до метки дистиллированной водой, колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать. Для приготовления супензий рекомендуется пользоваться таблицей 1

Таблица 1.

Номинальное значение мутности формазиной супензии, ЕМФ	Отбираемый объем СО, см ³	Объем мерной колбы, используемой для приготовления супензии, см ³	Относительная погрешность поверочной супензии, %
20	5,0	500,0	3
400	25	250,0	2

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Инструкция по приготовлению поверочных растворов массовой концентрации ионов нитратов (NO₃⁻) и аммония (NH₄⁺)

С помощью соответствующих ГСО готовят поверочные растворы с требуемой массовой концентрацией.

Обмыть ампулу с ГСО дистиллированной водой и высушить поверхность ампулы с помощью фильтровальной бумаги. Вскрыть ампулу и перелить содержимое в сухой химический стакан. Отобрать градуированной пипеткой необходимый объём ГСО и перенести в мерную колбу. Довести раствор до метки дистиллированной водой, колбу закрыть пробкой, содержимое колбы тщательно перемешать.

При приготовлении растворов рекомендуется пользоваться таблицей 1

Таблица 1.

Ионы	ГСО ГОСТ	Номинальная мас- совая концентра- ция ионов в приго- тавливаемых рас- творах, мг/дм ³	Номинальная массовая кон- центрация ионов в ГСО, г/дм ³	Отбираемый объём ГСО, см ³	Масса навески, г	Объём мерной колбы, см ³
(NO ₃ ⁻)	ГСО 6696-93 – 9698-93	25	1,0	2,5	–	100
	ГОСТ 1277-75	15*10 ³	–	–	2,36	100
(NH ₄ ⁺)	ГСО 7015-93– 7017-93	1,0	0,1	1,0	–	100
	ГОСТ 3773-72	15*10 ³	–	–	4,437	100

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Зонд гидрологический YSI 6600 Зав. №

Исполнение _____
Дата выпуска _____
Дата поверки _____

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

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Подтверждение соответствия ПО _____
4. Результаты определения погрешностей измерения:
 - pH (pX)
 - окислительно-восстановительного потенциала (Eh), мВ
 - УЭП, См/м
 - температуры пробы, °C
 - массовой концентрации растворенного в воде кислорода, мг/дм³
 - мутности воды

Заключение _____

Поверитель _____

Сведения о средствах поверки _____

Сведения о документе МП _____

Дата _____