

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



СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор

А.Н. Пронин

2024 г.

Заместитель генерального директора

Е. П. Кривцов

доверенность № 54/2021

ot 24.12.2021

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы жидкости NLW

Методика поверки

МП 2450-0036-2024

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

М. В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2024 г.

Содержание

| | | |
|----|--|----|
| 1 | Общие положения | 3 |
| 2 | Перечень операций поверки средства измерений | 4 |
| 3 | Требования к условиям проведения поверки | 5 |
| 4 | Метрологические и технические требования к средствам поверки | 5 |
| 5 | Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки | 8 |
| 6 | Внешний осмотр средства измерений | 8 |
| 7 | Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 8 |
| 8 | Проверка программного обеспечения | 9 |
| 9 | Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | 9 |
| 10 | Оформление результатов поверки | 13 |
| | Приложение А | 14 |
| | Приложение Б | 15 |
| | Приложение В | 17 |
| | Приложение Г | 18 |

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы жидкости NLW (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 и метрологии от 27.12.2018 г. №2771;

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

ГЭТ 154-2019 Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31.12.2020 г. № 2315;

ГЭТ 34-2020 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23.12.2022 г. №3253;

ГЭТ 176-2019 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 и метрологии от 19.02.2021 № 148 (с изменением от 17.05.2021).

ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 №1622.

Реализация методики поверки производится следующими методами:

при поверке измерительных каналов рН, ОВП, растворенного в воде кислорода, массовой концентрации ионов в воде – прямым измерением поверяемым анализатором величины, воспроизводимой буферными растворами (для рН и ОВП) или ГСО (для массовой концентрации ионов в воде), а также контрольными растворами (для растворенного в воде кислорода);

при поверке измерительных каналов температуры и УЭП/TDS – непосредственным сличием поверяемого анализатора с рабочими эталонами единиц температуры и УЭП.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных датчиков (электродов) анализатора, установленных в описании типа СИ. Для измерительных каналов УЭП, рН и ОВП поверка отдельно от измерительного канала температуры не предусмотрена. 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.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

2. Перечень операций поверки средства измерений

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Перечень операций поверки средства измерений

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|---|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| 1. Внешний осмотр | Да | Да | п. 6 |
| 2. Подготовка к поверке и опробование | Да | Да | п. 7 |
| 3. Проверка программного обеспечения | Да | Да | п. 8 |
| 4. Определение метрологических характеристик средства измерений ¹⁾ и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | Да | Да | п. 9 |
| 4.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала pH | Да | Да | п. 9.1 |
| 4.2 Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП | Да | Да | п. 9.2 |
| 4.3 Определение относительной погрешности измерительного канала УЭП | Да | Да | п. 9.3 |
| 4.4 Определение приведенной (к верхней границе диапазона) погрешности измерительного канала общего солесодержания (условно по NaCl) | Да | Да | п. 9.4 |
| 4.5 Определение относительной погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода | Да | Да | п. 9.5 |
| 4.6 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры | Да | Да | п. 9.6 |
| 4.7 Определение относительной погрешности анализаторов в режиме измерений массовой концентрации ионов в воде | Да | Да | п. 9.7 |

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|-----------------------------------|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| 5. Оформление результатов поверки | Да | Да | п. 10 |

¹⁾ Объем операций при определении метрологических характеристик обусловлен модификацией анализатора и измерительных электродов, входящих в комплект.

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, дальнейшая проверка прекращается, если получен отрицательный результат по пп. 1-3 Таблицы 1.

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

| | |
|-------------------------------------|---------------|
| температура окружающего воздуха, °C | 20±5; |
| относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80; |
| атмосферное давление, кПа | от 84 до 106; |
| температура жидкости, °C | 25±0,5. |

4. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 Перечень средств поверки

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|---|--|
| п. 7.2 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений) | <p>Средства измерений температуры окружающей среды от 0°C до +60 °C с абсолютной погрешностью не более ±0,3 °C;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1100 гПа, с абсолютной погрешностью не более ±2,5 гПа;</p> | Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-БН-Д, рег. № 46434-11 в ФИФ ОЕИ |
| п. 9 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия | <p>Средства измерений температуры жидких сред от -25 °C до +150 °C с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °C</p> <p>Эталоны единицы pH, соответствующие требованиям к рабочим эталонам не ниже 1 и 2 разряда по Государственной поверочной</p> | Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15 в ФИФ ОЕИ |

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|--|---|
| средства измерений метрологическим требованиям | <p>схеме для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09.02.2022 № 324 в диапазоне измерений от 0 до 14 с допускаемой абсолютной погрешностью $\pm 0,004$ при температуре 25 °C – для рабочих эталонов 1-го разряда, $\pm 0,01$ при температуре 25 °C – для рабочих эталонов 2-го разряда;</p> <p>Буферные растворы, воспроизводящие значения окислительно-восстановительного потенциала, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения ОВП ± 3 мВ;</p> <p>Растворы, воспроизводящие шкалу окислительно-восстановительных потенциалов по ГОСТ 8.450-81, в диапазоне от -135 до +1280 мВ;</p> <p>Стандартные образцы состава искусственной газовой смеси в баллонах под давлением 1-го или 2-го разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, номинальные значения объемной доли кислорода в азоте 5,0 %, 35 %;</p> <p>СО состава водных растворов ионов: кальций (Ca^{2+}), калий (K^+), натрий (Na^+), фтор (F^-), аммоний (NH_4^+), свинец (Pb^{2+}), серебро (Ag^+), сульфиды (S^{2-}), иодиды (I^-), медь (Cu^+), бром (Br^-), хлориды (Cl^-), нитраты (NO_3^-);</p> <p>Границы относительной погрешности аттестованного значения СО при доверительной вероятности 0,95 не более $\pm 1,0$ %;</p> | <p>разряда СТ-рН (рег № 45142-10 в ФИФ ОЕИ)</p> <p>Стандарт-титры СТ-ОВП-01, мод. СТ-ОВП-01-1 и СТ-ОВП-01-2 (рег. № 61364-15 в ФИФ ОЕИ) с номинальным значением 298,0 и 605,0 мВ</p> <p>СО состава искусственной газовой смеси ГСО 10650-2015</p> <p>СО состава водных растворов ионов кальция (Ca^{2+}) ГСО 7682-99;</p> <p>СО состава водных растворов ионов калия (K^+) ГСО 8092-94–8094-94;</p> <p>СО состава раствора ионов натрия (Na^+) ГСО 7775-2000;</p> <p>СО состава растворов фторид-ионов (F^-) ГСО 7789-2000;</p> |

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|---|---|
| | | <p>СО состава водных растворов ионов аммония (NH_4^+) ГСО 7747-99;</p> <p>СО состава раствора ионов свинца (Pb^{2+}) ГСО 7877-2000;</p> <p>СО состава водных растворов ионов серебра (Ag^+) ГСО 9727-2010;</p> <p>СО состава раствора сульфид-ионов (S^{2-}) ГСО 7970-2001;</p> <p>СО состава водных растворов бромид-ионов (Br^-) ГСО 7619-99;</p> <p>СО состава водных растворов хлорид-ионов (Cl^-) ГСО 7616-99-7617-99;</p> <p>СО состава водного раствора иодид-ионов (I^-) ГСО 7620-99;</p> <p>СО состава водных растворов ионов меди (Cu^{+}) ГСО 7836-2000;</p> <p>СО состава водного раствора нитрат-ионов (NO_3^-) ГСО 6696-93;</p> |
| | <p>Эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей, соответствующий рабочим эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной Приказом Росстандарта от 27.12.2018 г. №2771 в диапазоне измерений от $1 \cdot 10^{-6}$ до 150 См/м, с допускаемой относительной погрешностью $\pm 0,25\%$.</p> | <p>Кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс», рег. № 12048-89 в ФИФ ОЕИ</p> |

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|---|--|
| | <p>Вспомогательные средства:</p> <p>Термостат жидкостной «ТЕРМОТЕСТ-100» (рег.№ 39300-08 в ФИФ ОЕИ), абсолютная погрешность поддержания температуры $\pm 0,1$ °C в диапазоне температур от -30 °C до +90 °C;</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;</p> <p>Калий хлористый химически чистый по ГОСТ 4234-77;</p> <p>Натрий сернистокислый по ГОСТ 195-77;</p> <p>Весы электронные лабораторные аналитические не ниже I класса точности по ГОСТ ОИМЛ R 76-1-2011.</p> | |

Допускается применение аналогичных 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.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 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.

5.2 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.

При работе с сосудами под давлением – в соответствии с Приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 г. N 536 «Об утверждении федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением».

5.3 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.

6 Внешний осмотр средства измерений

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 проведения поверки и (или) на результат поверки анализатора.

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

7 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

7.1 Выдержать поверяемый анализатор в помещении в условиях, соответствующих 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.

7.2 Провести контроль условий поверки.

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

7.4 На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалибранный анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.5 Подготовить для поверки измерительного канала удельной электрической проводимости контрольные растворы удельной электрической проводимости. Контрольный раствор с номинальным значением 82,5 См/м приготавливается на основе дистиллированной воды и серной кислоты, х.ч. по ГОСТ 4204 в соответствии с ГОСТ 22171-90 (раствор №12, таблица Приложения №2). Остальные контрольные растворы готовят в соответствии с методикой, приведенной в Приложении Б со следующими номинальными значениями УЭП:

- для диапазона измерений от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ См/м: $2,5 \cdot 10^{-6}$ См/м, $4,5 \cdot 10^{-5}$ См/м, $9 \cdot 10^{-5}$ См/м;
- для диапазона измерений от $5 \cdot 10^{-6}$ до 0,02 См/м: $8 \cdot 10^{-6}$ См/м, $87 \cdot 10^{-4}$ См/м, $170 \cdot 10^{-3}$ См/м;
- для диапазона измерений от $2 \cdot 10^{-4}$ до 2 См/м: $4,7 \cdot 10^{-4}$ См/м, $87 \cdot 10^{-4}$ См/м, 1,9 См/м;
- для диапазона измерений от 0,2 до 20 См/м: 0,3 См/м, 10 См/м, 19 См/м.

Допускаемое отклонение от номинального значения УЭП контрольного раствора не должно превышать 10 % отн. (для значений УЭП менее 200 мкСм/см) и 5 % отн. (для значений УЭП более 200 мкСм/см).

7.6 Приготовить буферные растворы СТ-ОВП-01 в соответствии с разделом «Подготовка к работе» паспорта на стандарт-титры.

7.7 Приготовить буферные растворы рабочих эталонов pH в соответствии с разделом «Подготовка к работе» паспорта на стандарт-титры.

7.8 Приготовить контрольные растворы массовой концентрации растворенного в воде кислорода в соответствии с приложением В к настоящей методике.

7.9 Приготовить контрольные растворы СО водных растворов ионов в соответствии с паспортом и инструкцией на ГСО.

7.10 Приготовить для проверки измерительного канала общей минерализации (условно по NaCl) контрольные растворы массовой концентрации хлористого натрия в соответствии с инструкцией по эксплуатации стандартного образца с расчетными значениями массовой концентрации NaCl:

- для диапазона измерений от 0,01 до 0,49 мг/дм³: 0,04 мг/дм³, 0,15 мг/дм³, 0,4 мг/дм³;
- для диапазона измерений от 0,03 до 98 мг/дм³: 0,1 мг/дм³, 35 мг/дм³, 92 мг/дм³;
- для диапазона измерений от 0,98 до $9,8 \cdot 10^3$ мг/дм³: 2 мг/дм³, $3,5 \cdot 10^3$ мг/дм³, $9 \cdot 10^3$ мг/дм³;
- для диапазона измерений от 980 до $9,8 \cdot 10^4$ мг/дм³: $1,5 \cdot 10^3$ мг/дм³, $3,5 \cdot 10^4$ мг/дм³, $9 \cdot 10^4$ мг/дм³.

Допускаемое отклонение от номинального значения общей минерализации (условно по NaCl) контрольного раствора не должно превышать 10 % отн. (для значений общей минерализации (условно по NaCl) менее 10 мг/дм³) и 5 % отн. (для значений общей минерализации (условно по NaCl) более 10 мг/дм³).

7.11 При опробовании проверяется функционирование анализатора согласно соответствующему пункту Руководства пользователя.

8 Проверка программного обеспечения

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

Просмотр номера версии ПО возможен при включении анализатора на стартовом экране, либо при выборе пункта меню Setting=> System Setting => SW Version или System Setup=> Check SW Version.

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии ПО СИ соответствует номеру версии или имеет номер версии ПО выше, указанной в описании типа.

9 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

9.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала pH.

9.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH проводить путем сравнения значений pH буферных растворов, приготовленных в соответствии с разделом «Подготовка к работе» паспорта на стандарт-титры, измеренных анализатором, с воспроизводимыми значениями буферных растворов. Проводят измерения трех буферных растворов с воспроизводимыми значениями pH, близкими к началу, середине и концу диапазона измерений, например, со значениями pH 1,65, 6,86, 9,18. Измерения проводятся в термостате с установленной температурой +25°C, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

Для настольных модификаций NLW-M600, NLW-PH600, NLW-I600 используют стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов pH 1-го разряда.

Для настольных модификаций NLW-I400, NLW-PH400 и портативных модификаций используют стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов pH 2-го разряда.

9.1.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала pH:

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

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

где $\text{pH}_{\text{изм}}$ – значение pH измеренное анализатором;

$\text{pH}_{\text{эт.}}$ – воспроизводимое значение pH буферного раствора.

Результаты определения считают положительными, если значения абсолютной погрешности pH не превышают:

для настольных модификаций:

- NLW-M600, NLW-PH600, NLW-I600 $\pm 0,02$

- NLW-I400, NLW-PH400 $\pm 0,03$

для портативных модификаций:

- NLW-PH210 $\pm 0,1$

- NLW-M510, NLW-M510-A, NLW-PH510, NLW-I510 $\pm 0,03$

9.2 Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП

9.2.1 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП проводить путем сравнения значений ОВП буферных растворов (298 и 605 мВ), приготовленных в соответствии Инструкцией, являющейся приложением к паспорту на стандарт-титры ОВП, измеренных анализатором, с действительными значениями буферных растворов. Измерения проводятся в термостате с установленной температурой +25°C, при выдержке

рабочего объема раствора в течение 30 минут. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

9.2.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала ОВП.

Абсолютную погрешность измерений ОВП рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta \text{ОВП} = \text{ОВП}_{\text{изм}} - \text{ОВП}_{\text{эт.}} \quad (2)$$

где $\text{ОВП}_{\text{изм}}$ – значение ОВП, измеренное анализатором, мВ;

$\text{ОВП}_{\text{эт.}}$ – действительное значение ОВП, мВ.

Результаты определения считают положительными, если значение абсолютной погрешности измерений ОВП не превышает ± 6 мВ.

9.3 Определение относительной погрешности измерительного канала УЭП.

9.3.1 Определение относительной погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных анализатором, со значениями, полученными на кондуктометре лабораторном автоматизированном. Измерения проводятся в термостате с установленной температурой $+25^{\circ}\text{C}$, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. Проводят измерения не менее, чем в трех точках диапазона измерений, соответствующих $(10 \pm 5)\%$, $(50 \pm 5)\%$ и $(90 \pm 5)\%$ диапазона измерений. В каждой точке проводят не менее трех измерений. Контрольные растворы УЭП приготавливаются в соответствии с Приложением Б.

Растворы готовят в объеме, которого будет достаточно не менее чем для серии из трех измерений. После каждого погружения датчика анализатора и измерения УЭП раствора, используют новую часть приготовленного раствора с тем же номинальным значением УЭП. Измерения проводятся не менее трех раз для растворов с каждым номинальным значением УЭП.

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

Относительную погрешность измерений УЭП рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta = \frac{X_{\text{изм}} - X_{\text{эт.}}}{X_{\text{изм}}} \cdot 100\%, \quad (3)$$

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

$X_{\text{эт.}}$ – значение УЭП, полученное на кондуктометре КЛ-4 Импульс, См/м.

Результаты определения считают положительными, если значение относительной погрешности измерений УЭП не превышает $\pm 2\%$.

9.4 Определение приведенной (к верхней границе диапазона) погрешности измерительного канала общего солесодержания (условно по NaCl).

9.4.1 Определение приведенной (к верхней границе диапазона) погрешности в режиме измерения солесодержания (условно по NaCl) в воде проводить путем сравнения значений солесодержания (условно по NaCl) в контрольных растворах, приготовленных в соответствии с паспортом и инструкцией по эксплуатации на ГСО, измеренных анализатором, с их расчетными значениями. Измерения проводятся в термостате с установленной температурой $+25^{\circ}\text{C}$, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. Проводят измерения трех контрольных растворов с номинальными значениями общего солесодержания (условно по NaCl), соответствующих $(10 \pm 5)\%$, $(50 \pm 5)\%$ и $(90 \pm 5)\%$ от диапазона измерений. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

9.4.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала общего солесодержания (условно по NaCl).

Приведенную (к верхней границе диапазона) погрешность измерительного канала общего солесодержания (условно по NaCl) рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{C_I - C_{0I}}{C_B} \cdot 100 \% \quad (4)$$

где C_I – значение массовой концентрации NaCl, измеренное анализатором, $\text{мг}/\text{дм}^3$;
 C_{0I} – расчетное значение массовой концентрации NaCl в контрольном растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$;
 C_B – верхнее значение границы диапазона измерений общего солесодержания.

Результаты определения считают положительными, если значение приведенной (к верхней границе диапазона) погрешности измерений общего солесодержания (условно по NaCl) не превышает $\pm 0,5 \%$.

9.5 Определение относительной погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода.

9.5.1 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода проводить путем сравнения измеренных поверяемым анализатором значений массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольных растворах, приготовленных в соответствии с приложением В к настоящей методике поверки, с расчетными значениями массовой концентрации растворенного кислорода.

Проводят измерения трех растворов с расчетным значением массовой концентрации растворенного в воде кислорода с номинальными значениями в области нуля и близкими к середине и концу диапазона измерений, например, с номинальными значениями массовой концентрации растворенного кислорода $2,04 \text{ мг}/\text{дм}^3$ и $14,09 \text{ мг}/\text{дм}^3$.

Проверка в области нуля осуществляется с помощью раствора натрия сернистокислого, приготовленного в соответствии с п. 9.3. Р 50.2.045-2005 «ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки». В каждой точке проводят не менее трех измерений.

9.5.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{C_{изм} - C_0}{C_{изм}} \cdot 100\%, \quad (5)$$

где $C_{изм}$ – значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода, измеренное анализатором, $\text{мг}/\text{дм}^3$;

C_0 – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольном растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$.

Результаты определения считают положительными, если значение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода не превышает $\pm 2 \%$.

9.6 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры.

9.6.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений температуры воды, 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 воды в

термостате в значениях, близких к началу, середине и концу диапазона измерений, например:

0 °C, +25 °C, +50 °C - для модификации NLW-DO511;
0 °C, +50 °C, +95 °C - для всех остальных модификаций.

Выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут. В каждой точке проводить не менее трех измерений с интервалом в 1 минуту.

9.6.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала температуры.

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

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт}} \quad (6)$$

где $t_{\text{изм}}$ – температура, измеренная анализатором, °C;
 $t_{\text{эт}}$ – температура, измеренная эталонным термометром, °C.

Результаты определения считают положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,5$ °C.

9.7 Определение относительной погрешности измерительного канала массовой концентрации ионов в воде.

9.7.1 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов в воде проводить путем сравнения измеренных поверяемым анализатором значений массовой концентрации ионов в контрольных растворах с их расчётным значением. Контрольные растворы готовятся в соответствии с паспортом и инструкцией по эксплуатации на ГСО с расчетными значениями массовой концентрации ионов в воде, соответствующими от 5 % до 10 %, от 45 % до 55 % и от 90 % до 95 % от диапазона измерений.

9.7.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала массовой концентрации ионов в воде.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации ионов в воде рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{C_{\text{изм}} - C_0}{C_{\text{изм}}} \cdot 100\%, \quad (7)$$

где $C_{\text{изм}}$ – значение массовой концентрации ионов в воде, измеренное анализатором, г/дм³

C_0 – расчетное значение массовой концентрации ионов в воде в контрольном растворе, г/дм³.

Результаты определения считают положительными, если значение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов в воде не превышает ± 5 %.

10 Оформление результатов поверки

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

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
№ от XX.XX.20XX г.

| | |
|--|--|
| Наименование прибора, тип | |
| Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ) | |
| Серийный номер | |
| Изготовитель | |
| 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 | | |
| Температура жидкости при термостатировании, °С | | |

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

ФИО _____ от _____
Подпись _____ Дата _____

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов (УЭП) жидкостей

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- этиленгликоль ч.д.а., ГОСТ 10164-75;
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018;
- весы электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ-504 специального I класса точности (рег. № 60903-15 в ФИФ ОЕИ);
- установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1 (рег. № 31468-06 в ФИФ ОЕИ);
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74;
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15 в ФИФ ОЕИ);
- термостат жидкостной «ТЕРМОТЕСТ-100» (рег. № 39300-08 в ФИФ ОЕИ),
погрешность поддержания температуры $\pm 0,1$ $^{\circ}\text{C}$ в диапазоне температур от -30 $^{\circ}\text{C}$ до $+90$ $^{\circ}\text{C}$

1. Приготовление растворов УЭП в диапазоне от 10^{-3} до 30 См/м (водный раствор хлористого калия)

Контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией готовят с помощью хлористого калия по ГОСТ 4234-77.

Для приготовления контрольных растворов хлористого калия № 1-3 расчетную навеску соли (таблица Б.1) взвешивают в стакане вместимостью 100 мл, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой, перемешивают, затем помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 $^{\circ}\text{C}$, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 $^{\circ}\text{C}$. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Для приготовления контрольных растворов хлористого калия № 4-6 расчетную навеску соли (таблица Б.1) взвешивают в стакане вместимостью 25 мл.

Контрольный раствор № 7 приготавливают методом объемного разбавления из раствора № 4, для чего отбирают пипеткой 50 мл раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают и помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 $^{\circ}\text{C}$, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 $^{\circ}\text{C}$. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Контрольные растворы № 8 и 9 готовят аналогичным образом из растворов 5 и 6 соответственно.

Таблица Б.1.

| Номер раствора | Масса навески хлористого калия, г | УЭП контрольного раствора, См/м |
|----------------|-----------------------------------|---------------------------------|
| 1 | 68,5572 | 19 |
| 2 | 33,1661 | 10 |
| 3 | 15,7537 | 5 |
| 4 | 5,7250 | 1,9 |
| 5 | 2,8637 | 1,0 |
| 6 | 0,8123 | 0,3 |
| 7 | - | 0,19 |
| 8 | - | 0,10 |
| 9 | - | 0,03 |

Действительное значение УЭП контрольного раствора может иметь величину относительного отклонения от номинального значения УЭП не более 10%.

2. Приготовление растворов УЭП в диапазоне св. 10^{-5} до 10^{-3} См/м (раствор хлористого калия в этиленгликоле)

Приготовление контрольных растворов хлористого калия в этиленгликоле № 13, 14, 15 проводят аналогично с п.1 приложения Б в мерной колбе вместимостью 500 мл. Расчетные навески для приготовления растворов приведены в таблице Б.2.

Контрольные растворы № 16-20 готовят методом объемного разбавления из исходных растворов № 13-15 аналогично с п.1 приложения Б.

Таблица Б.2

| Номер раствора | Молярная концентрация хлористого калия, моль/л | Массовая концентрация хлористого калия, г/л | Масса навески хлористого калия, г | Номинальное значение УЭП контрольного раствора ²⁾ , См/м |
|----------------|--|---|-----------------------------------|---|
| 13 | 0,05 | 3,7275 | 1,86375 | 0,03991 |
| 14 | 0,02 | 1,491 | 0,7455 | 0,01675 |
| 15 | 0,01 | 0,7455 | 0,37275 | 0,00872 |
| 16 | 0,005 | 0,37275 | — | 0,00444 |
| 17 | 0,002 | 0,1491 | — | 0,00182 |
| 18 | 0,001 | 0,07455 | — | 0,00093 |
| 19 | 0,0005 | 0,037275 | — | 0,00047 |
| 20 | 0,0002 | 0,01491 | — | 0,0002 |

Действительное значение УЭП контрольного раствора может иметь величину относительного отклонения от номинального значения УЭП не более 10%.

3. Хранение

Контрольные растворы должны храниться в герметически закрытой посуде из стекла. Допускается хранение водных растворов хлористого калия в посуде из полиэтилена.

Контрольные растворы следует хранить при нормальных условиях. Срок годности не более трех месяцев с момента приготовления.

**ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)**

**Методика приготовления контрольных растворов
массовой концентрацией растворенного в воде кислорода**

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- СО состава (O₂+N₂): ГСО 10768-2016;
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Рег № 61806-15 в ФИФ ОЕИ);
- термогигрометр ИВА-6Н-Д (Рег № 46434-11 в ФИФ ОЕИ);
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74;
- натрий сернистокислый по ГОСТ 195-77
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018;
- магнитная мешалка.

С помощью СО готовят контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного в воде кислорода. Требуемые СО указаны в таблице В.1.

Колбу вместимостью 250 см³ промывают и наполняют ее примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018.

При помощи соединительной трубы к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с СО. Расход газовой смеси визуально устанавливают от 2 до 10 пузырьков в секунду.

В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания.

Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 20 минут.

Расчетное значение массовой концентрации растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле В.1. Растворы должны быть термостатированы при температуре +25 °C, после чего проводятся измерения растворенного в воде кислорода.

Проверка нуля осуществляется с помощью раствора натрия сернистокислого, приготовленного в соответствии с п. 9.3. Р 50.2.045-2005 «ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки» Типовое время установления нулевых показаний датчика анализатора составляет от 10 до 20 минут.

Таблица В.1.

| № | Паспортное значение молярной доли O ₂ в азоте, % | Погрешность аттестованного значения ГСО, %, Δ, не более | Массовая концентрация растворенного кислорода в контрольном растворе, С, мг/дм ³ * |
|---|---|---|---|
| 1 | 5,043 | 0,20 | 2,04 |
| 2 | 34,87 | 0,20 | 14,09 |

* – при давлении 760 мм рт.ст. (101,3 кПа) и температуре раствора +25 °C

Расчетное значение концентраций растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле В.1

$$C = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{X_0 \cdot P_{\text{H}}} \cdot A, \quad (\text{B.1})$$

где P_{атм} – атмосферное давление, кПа;

P_H – нормальное давление, равное 101,3 кПа;

X – паспортное значение молярной доли O₂ в СО, %;

X₀ – относительное объемное содержание кислорода в атмосфере, равное 20,94 %;

A – растворимость (равновесная концентрация) кислорода (приложение Г), мг/дм³.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(справочное)

Значения равновесных концентраций А кислорода при насыщении воды
атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении
101,325 кПа (760 мм рт.ст.) в зависимости от температуры, мг/дм³

| t A | 0,0 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,6 | 0,7 | 0,8 | 0,9 |
|----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0,0 | 14,62 | 14,58 | 14,54 | 14,50 | 14,46 | 14,42 | 14,38 | 14,34 | 14,30 | 14,26 |
| 1,0 | 14,22 | 14,18 | 14,14 | 14,10 | 14,06 | 14,02 | 13,98 | 13,94 | 13,90 | 13,87 |
| 2,0 | 13,83 | 13,79 | 13,75 | 13,72 | 13,68 | 13,64 | 13,60 | 13,57 | 13,53 | 13,49 |
| 3,0 | 13,46 | 13,42 | 13,39 | 13,35 | 13,32 | 13,28 | 13,24 | 13,21 | 13,17 | 13,14 |
| 4,0 | 13,11 | 13,07 | 13,04 | 13,00 | 12,97 | 12,93 | 12,90 | 12,87 | 12,83 | 12,80 |
| 5,0 | 12,77 | 12,74 | 12,70 | 12,67 | 12,64 | 12,61 | 12,57 | 12,54 | 12,51 | 12,48 |
| 6,0 | 12,45 | 12,41 | 12,38 | 12,35 | 12,32 | 12,29 | 12,26 | 12,23 | 12,20 | 12,17 |
| 7,0 | 12,14 | 12,11 | 12,08 | 12,05 | 12,02 | 11,99 | 11,96 | 11,93 | 11,90 | 11,87 |
| 8,0 | 11,84 | 11,81 | 11,79 | 11,76 | 11,73 | 11,70 | 11,67 | 11,64 | 11,62 | 11,59 |
| 9,0 | 11,56 | 11,53 | 11,51 | 11,48 | 11,45 | 11,42 | 11,40 | 11,37 | 11,34 | 11,32 |
| 10,0 | 11,29 | 11,26 | 11,24 | 11,21 | 11,18 | 11,16 | 11,13 | 11,11 | 11,08 | 11,06 |
| 11,0 | 11,03 | 11,00 | 10,98 | 10,95 | 10,93 | 10,90 | 10,88 | 10,85 | 10,83 | 10,81 |
| 12,0 | 10,78 | 10,76 | 10,73 | 10,71 | 10,68 | 10,66 | 10,64 | 10,61 | 10,59 | 10,56 |
| 13,0 | 10,54 | 10,52 | 10,49 | 10,47 | 10,45 | 10,42 | 10,40 | 10,38 | 10,36 | 10,33 |
| 14,0 | 10,31 | 10,29 | 10,27 | 10,24 | 10,22 | 10,20 | 10,18 | 10,15 | 10,13 | 10,11 |
| 15,0 | 10,08 | 10,06 | 10,04 | 10,02 | 10,00 | 9,98 | 9,96 | 9,94 | 9,92 | 9,90 |
| 16,0 | 9,87 | 9,85 | 9,83 | 9,81 | 9,79 | 9,77 | 9,75 | 9,73 | 9,71 | 9,69 |
| 17,0 | 9,66 | 9,64 | 9,62 | 9,60 | 9,58 | 9,56 | 9,54 | 9,52 | 9,50 | 9,49 |
| 18,0 | 9,47 | 9,45 | 9,43 | 9,41 | 9,39 | 9,37 | 9,36 | 9,34 | 9,32 | 9,30 |
| 19,0 | 9,28 | 9,26 | 9,24 | 9,22 | 9,21 | 9,19 | 9,17 | 9,15 | 9,13 | 9,11 |
| 20,0 | 9,09 | 9,08 | 9,06 | 9,04 | 9,02 | 9,01 | 8,99 | 8,97 | 8,95 | 8,93 |
| 21,0 | 8,91 | 8,89 | 8,87 | 8,86 | 8,85 | 8,83 | 8,81 | 8,80 | 8,78 | 8,76 |
| 22,0 | 8,74 | 8,73 | 8,71 | 8,69 | 8,68 | 8,66 | 8,64 | 8,63 | 8,61 | 8,60 |
| 23,0 | 8,58 | 8,56 | 8,55 | 8,53 | 8,51 | 8,50 | 8,48 | 8,47 | 8,45 | 8,43 |
| 24,0 | 8,42 | 8,40 | 8,39 | 8,37 | 8,36 | 8,34 | 8,32 | 8,31 | 8,29 | 8,28 |
| 25,0 | 8,26 | 8,25 | 8,23 | 8,22 | 8,20 | 8,19 | 8,17 | 8,16 | 8,14 | 8,13 |
| 26,0 | 8,11 | 8,10 | 8,08 | 8,07 | 8,05 | 8,04 | 8,02 | 8,01 | 7,99 | 7,98 |
| 27,0 | 7,97 | 7,95 | 7,94 | 7,92 | 7,91 | 7,89 | 7,88 | 7,87 | 7,85 | 7,84 |
| 28,0 | 7,83 | 7,81 | 7,80 | 7,78 | 7,77 | 7,76 | 7,74 | 7,73 | 7,71 | 7,70 |
| 29,0 | 7,69 | 7,67 | 7,66 | 7,65 | 7,63 | 7,62 | 7,61 | 7,59 | 7,58 | 7,57 |
| 30,0 | 7,56 | 7,54 | 7,53 | 7,52 | 7,50 | 7,49 | 7,48 | 7,46 | 7,45 | 7,44 |
| 31,0 | 7,44 | 7,44 | 7,43 | 7,42 | 7,41 | 7,39 | 7,38 | 7,37 | 7,36 | 7,35 |
| 32,0 | 7,33 | 7,32 | 7,31 | 7,30 | 7,29 | 7,28 | 7,26 | 7,25 | 7,24 | 7,23 |
| 33,0 | 7,22 | 7,21 | 7,19 | 7,18 | 7,17 | 7,16 | 7,15 | 7,14 | 7,13 | 7,11 |
| 34,0 | 7,10 | 7,09 | 7,08 | 7,07 | 7,06 | 7,05 | 7,04 | 7,03 | 7,01 | 7,00 |
| 35,0 | 6,99 | 6,98 | 6,97 | 6,96 | 6,95 | 6,94 | 6,93 | 6,92 | 6,90 | 6,89 |