

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
им. Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)

Согласовано

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

2024 г.



«ГСИ. Анализаторы жидкости промышленные поточные.

Методика поверки»

МП 23-241-2024

Екатеринбург

2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Крашенинина М.П.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в марте 2024 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости промышленные поточные (далее - анализаторы) производства ООО «Тераконт», Россия, г. Пермь, и устанавливает методы и средства поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к:

ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону 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, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 и приказом от 17.05.2021 № 761;

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы - килограмму» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622;

ГЭТ 216-2018 «Государственному первичному эталону единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ » в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356;

ГЭТ 54-2019 «Государственному первичному эталону единицы показателя pH активности ионов водорода в водных растворах» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324;

ГЭТ 132-2018 «Государственному первичному эталону единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771;

ГЭТ 212-2023 «Государственному первичному эталону единиц массовой концентрации кислорода, водорода и углекислого газа в жидких средах» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 25.07.2023 г. № 1505.

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений мутности, массовой концентрации взвешенных веществ, массовой концентрации химического потребления кислорода (ХПК), массовой концентрации нефтепродуктов, массовой концентрации аммонийного азота, pH и удельной электрической проводимости (УЭП) в стандартных образцах утвержденного типа и методом непосредственного сличения.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Обозначение датчика	Наименование характеристики	Значение
Vishera TRB.3000	Диапазон измерений мутности, ЕМФ	от 8 до 3000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности, ЕМФ	$\pm(0,03 \cdot C + 5)^*$
Vishera TRB.4000	Диапазон измерений мутности, ЕМФ	от 8 до 4000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности, ЕМФ	$\pm(0,03 \cdot C + 5)^*$
Vishera TSS.50000	Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 8 до 10000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 5)^*$
Vishera TSS.20000	Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 5 до 10000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 3)^*$
Vishera TSS.45000	Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 5 до 10000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 3)^*$
Vishera TSS.120000	Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 5 до 10000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 3)^*$
Vishera COD.100	Диапазон измерений массовой концентрации ХПК, мг/дм ³	от 8 до 100
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ХПК, мг/дм ³	$\pm(0,05 \cdot C + 5)^*$
Vishera COD.200	Диапазон измерений массовой концентрации ХПК, мг/дм ³	от 8 до 200
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ХПК, мг/дм ³	$\pm(0,05 \cdot C + 5)^*$
Vishera COD.1000	Диапазон измерений массовой концентрации ХПК, мг/дм ³	от 8 до 1000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ХПК, мг/дм ³	$\pm(0,05 \cdot C + 5)^*$
Vishera Oil.100	Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм ³	от 5 до 100
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мг/дм ³	$\pm(0,05 \cdot C + 5)^*$
Vishera Oil.05	Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	от 50 до 500
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 5)^*$

Обозначение датчика	Наименование характеристики	Значение
Vishera Oil.02 311-	Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	от 25 до 200
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	$\pm(0,3 \cdot C + 10)^*$
Vishera 312-Oil.300 312-	Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	от 10 до 300
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	$\pm(0,2 \cdot C + 6)^*$
Vishera Oil.500 312-	Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	от 20 до 500
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 5)^*$
Vishera Oil.1000 312-	Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	от 20 до 1000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов, мкг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 10)^*$
Vishera 310-pH	Диапазон измерений pH	от 0 до 14
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH	$\pm 0,05$
Vishera 310-NH4N	Диапазон измерений pH	от 0 до 14
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH	$\pm 0,05$
	Диапазон измерений массовой концентрации аммонийного азота, мг/дм ³	от 0,5 до 100
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации аммонийного азота, мг/дм ³	$\pm(0,05 \cdot C + 0,2)^*$
Vishera 310-DO	Диапазон измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³	от 0 до 20
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³	$\pm(0,03 \cdot C + 0,1)^*$
Vishera 310-EC.200	Диапазон измерений УЭП, мСм/см	от 0 до 200
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений УЭП, мСм/см	$\pm(0,15 \cdot C + 5)^*$
Vishera 310-EC.13	Диапазон измерений УЭП, мСм/см	от 0 до 13
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений УЭП, мСм/см	$\pm(0,1 \cdot C + 0,005)^*$
Vishera TRB.100 310-	Диапазон измерений мутности, ЕМФ	от 0,7 до 100
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности, ЕМФ	$\pm(0,03 \cdot C + 0,5)^*$
Vishera TRB.500 310-	Диапазон измерений мутности, ЕМФ	от 8 до 500
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности, ЕМФ	$\pm(0,03 \cdot C + 5)^*$
Vishera TRB.5000 310-	Диапазон измерений мутности, ЕМФ	от 15 до 4000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности, ЕМФ	$\pm(0,5 \cdot C + 5)^*$

Обозначение датчика	Наименование характеристики	Значение
Vishera 310-TSS.100	Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 0,5 до 100
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 0,3)^*$
Vishera 310-TSS.500	Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 2 до 500
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 1)^*$
Vishera 310-TSS.5000	Диапазон измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	от 15 до 5000
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³	$\pm(0,1 \cdot C + 10)^*$

*C – измеренное значение показателя.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»

Приказ Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах»

Приказ Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей»

Приказ Росстандарта от 25.07.2023 г. № 1505 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массовой концентрации растворенных в жидких средах газов (кислорода, водорода и углекислого газа)»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 195-77 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4525-77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Р 50.2.021-2002 ГСИ. Эталонные растворы удельной электрической проводимости жидкостей. Методика приготовления и первичной поверки

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений: Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений рН	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений удельной электрической проводимости	да	да	11.2
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода	да	да	11.3
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) (мутности, массовой концентрации нефтепродуктов, массовой концентрации аммонийного азота, массовой концентрации взвешенных веществ, ХПК)	да	да	11.4

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется, и выполняются операции по п. 13.3.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин (проверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 30;
 - относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °C до 30 °C, с пределами допускаемой погрешности измерений температуры не более ±1,0 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 80 %, с пределами допускаемой погрешности измерений относительной влажности воздуха ±1,0 %	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Весы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абс. погрешностью $\pm 0,5$ мг	Весы лабораторные электронные LE 225D, рег. № 28158-04
	Рабочий эталон 2-го разряда по Государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324 – буферные растворы по ГОСТ 8.135, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения pH $\pm 0,01$	Стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов pH 2-го 3-го разрядов СТ-12, рег. № 43928-10
	диапазон измерений УЭП от 1×10^{-6} до 100 См/м, с пределами допускаемых значений относительной погрешности измерений УЭП $\pm 0,25\%$	Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1-0,15Р, рег. № 31468-06
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 10,6 до 11,8 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-1) ГСО 7374-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 1,23 до 1,32 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-2) ГСО 7375-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,134 до 0,148 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-3) ГСО 7376-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,028 до 0,030 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25\%$ ($P=0,95$)	СО удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-4) ГСО 7377-97
	Анализатор кислорода – рабочий эталон единицы массовой концентрации растворенного кислорода в воде по	Анализатор жидкости многопараметрический inoLab, рег.№ 49093-12

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта от 25.07.2023 г. № 1505, диапазон измерений от 0,4 до 20 мг/дм ³ , с пределами абсолютной погрешности измерений ±0,01 %	
	мутность по формазиновой шкале от 3800 до 4200 ЕМФ, границы допускаемых значений относительной погрешности ±2,0 % при Р=0,95	СО мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96
	Интервал аттестованных значений ХПК от 9500 до 10500 мг/дм ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения ±1,5 %, при Р=0,95	СО бихроматной окисляемости воды (химического потребления кислорода – ХПК) ГСО 7425-97
	диапазон аттестованных значений массовой концентрации нефтепродуктов от 0,475 до 0,525 мг/см ³ с границами допускаемой относительной погрешности аттестованного значения ±0,5 % при Р=0,95	СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК ГСО 8654-2005
	Интервал аттестованных значений массовой концентрации ионов аммония от 0,95 до 1,05 г/дм ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения ±1,0 %, при Р=0,95	СО состава водного раствора ионов аммония (15К-1) ГСО 7015-93
	диапазон аттестованных значений массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе от 3,5 % до 4,5 %, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения ±4,0 % при Р=0,95	СО массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92
	Диапазон регулирования температуры от 0 до +100 °C, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды ±0,1 °C	Термостат водяной F25-МА
	Диапазон измерений температуры от 0 до +100 °C, пределы допускаемой абсолютной	Термометр сопротивления платиновый вибропрочный ТСПВ-1.1, рег. № 50256-12

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения	Перечень рекомендуемых средств поверки
	погрешности измерений температуры $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$	
	Диапазон измерений температуры от минус 200°C до 962°C , абсолютная погрешность $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$	Измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05, рег. № 29933-05
	Хлорид кобальта по ГОСТ 4525 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144 Колбы мерные вместимостью 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 cm^3 по ГОСТ 1770 Пипетки с одной меткой 2-го класса точности, вместимостью 1,5, 10, 20, 25, 50, 100 cm^3 по ГОСТ 29169 Пипетки градуированные 2-го класса точности 1, 2, 5, 10, 25 cm^3 ГОСТ 29227 Стакан лабораторный вместимостью 250, 600, 5000 cm^3 по ГОСТ 25336	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), а также стандарт-титры буферных растворов, предусмотренные в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению.

9.3 Приготовить контрольные растворы путем разбавления ГСО в соответствии с приложениями А, Б, В.

9.4 Стандартные образцы УЭП подготовить к измерениям в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Рабочие пробы приготовить в соответствии Р 50.2.021-2002 в части диапазона измерений удельной электрической проводимости, не закрываемой стандартными образцами УЭП.

9.5 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения дистиллированной воды. Убедиться, что анализатор функционирует и выдает результаты измерений.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 При использовании датчиков без показывающих модулей программное обеспечение отсутствует.

Показывающие модули оснащены программным обеспечением, позволяющим, отображать и сохранять результаты измерений.

Идентификационные данные ПО выводятся на дисплей показывающих модулей при их включении. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО показывающих модулей

Идентификационные данные ПО	Исполнение показывающего модуля			
	Vishera 520- TRB	Vishera 520- TSS	Vishera 320-X	Vishera 330- DO
Идентификационное наименование	—	—	—	—
Номер версии, не ниже	1.25	1.20	1.0.1	20230313
Цифровой идентификатор	—	—	—	—

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений pH

Провести измерения pH четырех буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH=1,65, pH=4,01, pH=6,86 и pH=9,18 (допускается также использовать вместо буферных растворов pH=6,86 и pH=9,18 буферные растворы pH=7,00 и

pH=10,00) при температуре растворов ($25\pm0,2$) °C. Измерения провести не менее трех раз на каждом буферном растворе.

11.2 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений удельной электрической проводимости

Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений удельной электрической проводимости проводится с помощью стандартных образцов УЭП по таблице 3.

Измерения УЭП провести использованием термостата: стакан с раствором стандартного образца или стакан с рабочим раствором необходимо предварительно выдержать в термостате при температуре ($25\pm0,1$) °C. Измерить температуру раствора УЭП, убедиться, что она соответствует ($25\pm0,1$) °C.

Датчик измерения УЭП погрузить в первый приготовленный раствор. Провести не менее трех измерений УЭП.

Провести аналогичные измерения для всех стандартных образцов УЭП.

Приготовить рабочий раствор в соответствии Р 50.2.021-2002 со значением удельной электрической проводимости близким к верхнему значению диапазона измерений, равному 200 мСм/см. Проконтролировать значение УЭП приготовленного рабочего раствора при помощи кондуктометрической поверочной установки КПУ-1-0,15Р. Провести не менее трех измерений УЭП приготовленного рабочего раствора.

11.3 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

Проверку диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода провести с помощью рабочих растворов, путем сличений показаний поверяемого анализатора и рабочего эталона единицы массовой концентрации растворенного кислорода.

Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода в растворе с нулевым содержанием растворенного кислорода

В мерной колбе готовят 250 см³ раствора сульфита натрия по ГОСТ 195 массовой концентрацией 50 г/дм³ при температуре 20 °C и отстаивают в закрытой колбе не менее 1 часа. Для ускорения процесса деоксирования раствора рекомендуется добавить в колбу 10 мг хлорида кобальта по ГОСТ 4525. Раствор можно использовать в течение суток с момента приготовления.

Приготовленный раствор заливают в термостатируемый стакан, в который вставляют датчик поверяемого анализатора, рабочего эталона и термометр.

Включают термостат, магнитную мешалку и устанавливают температуру раствора ($20\pm0,2$) °C. При достижении заданной температуры раствор выдерживают в течение 15 минут.

Затем снимают показания рабочего эталона и поверяемого анализатора. Проводят не менее пяти измерений массовой концентрации растворенного кислорода в растворе с нулевым содержанием.

Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода в воде, насыщенной атмосферным воздухом

Датчики поверяемого анализатора и рабочего эталона вынимают из раствора с нулевым содержанием растворенного кислорода, тщательно промывают их чувствительную часть сначала водопроводной водой, а затем дистиллированной водой. С помощью фильтровальной бумаги удаляют оставшиеся капли воды.

В чистый термостатируемый стакан наливают 100 см³ дистиллированной воды и выдерживают в течение 1 часа при непрерывном перемешивании. Помещают датчики поверяемого анализатора и рабочего эталона в стакан так, чтобы они находились на расстоянии (20±10) мм ниже поверхности воды. Включают термостат, магнитную мешалку и устанавливают температуру раствора (20±0,2) °С. Выдерживают в течение 15 минут при заданной температуре. Затем снимают показания рабочего эталона и поверяемого анализатора. Проводят не менее пяти измерений массовой концентрации растворенного кислорода в растворе, насыщенном атмосферным воздухом.

11.4 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) (мутности, массовой концентрации нефтепродуктов, массовой концентрации аммонийного азота, массовой концентрации взвешенных веществ, ХПК)

Проверку диапазонов измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) провести одновременно с использованием:

- СО мутности (формазиновая суспензия) ГСО 7271-96;
- СО состава раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК ГСО 8654-2005;
- СО состава водного раствора ионов аммония ГСО 7015-93;
- СО массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541 92;
- СО бихроматной окисляемости воды (ХПК) ГСО 7425-97.

Для каждого компонента и проверяемого диапазона измерений приготовить не менее двух контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации компонента (показателя), соответствующими началу и концу диапазона.

Приложение А - метод последовательного разбавления из ГСО;

Приложение Б – процедура приготовления контрольных растворов с известными значениями мутности;

Приложение В - процедура приготовления контрольных растворов с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ.

Провести не менее 3 измерений массовой концентрации компонента (показателя).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1, для каждого раствора вычислить абсолютную погрешность измерений (ΔpH_{ij}) по формуле

$$\Delta pH_{ij} = pH_{ij} - pH_{iom}, \quad (1)$$

где pH_{ij} – j -е измеренное значение pH i -го буферного раствора;

pH_{iom} – значение pH, воспроизводимое i -ым буферным раствором при температуре 25 °C.

Значения абсолютной погрешности измерений pH должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.2 По результатам измерений, полученным по п. 11.2, для каждого раствора стандартного образца вычислить абсолютную погрешность измерений (Δ_{ij}) по формулам:

$$\Delta_{ij} = K_{ij} - A_j, \quad (2)$$

где K_{ij} – i -е измеренное значение УЭП j -го стандартного образца, мСм/см;

A_j – аттестованное значение УЭП в j -ом стандартном образце в соответствии с паспортом или измеренное с помощью установки поверочной кондуктометрической, мСм/см.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений удельной электрической проводимости должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.3 По результатам измерений, полученным по п. 11.3, рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации растворенного кислорода ($\Delta X(O_2)_i$) по формуле

$$\Delta X(O_2)_i = X(O_2)_{uzmij} - X(O_2)_{om}, \quad (3)$$

где $X(O_2)_{uzmij}$ – j -е измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода в i -ом контролльном растворе, мг/дм³;

$X(O_2)_{om}$ – i -ое значение массовой концентрации растворенного кислорода, измеренное рабочим эталоном единицы растворенного кислорода, мг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

12.4 По результатам измерений, полученным по п. 11.4, абсолютную погрешность измерений массовой концентрации компонента (показателя) (мутности, массовой концентрации нефтепродуктов, массовой концентрации аммонийного азота, массовой концентрации взвешенных веществ, ХПК) рассчитать по формуле

$$\Delta C_i = C_{\text{изм}j} - C_{\text{эм}i}, \quad (4)$$

где $C_{\text{изм}j}$ – j -ое измеренное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i -ом контрольном растворе, мг/дм³ (мкг/дм³, ЕМФ);

$C_{\text{эм}i}$ – расчетное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i -ом контрольном растворе, мг/дм³ (мкг/дм³, ЕМФ).

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) (мутности, массовой концентрации нефтепродуктов, массовой концентрации аммонийного азота, массовой концентрации взвешенных веществ, ХПК) должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на анализатор и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.4 По заявлению владельца средства измерений или лица, представляющего средство измерений на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки и о составе СИ.

с.н.с. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.П. Красенинина

Приложение А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов на основе разбавления СО

А.1 Приготовить ГСО в соответствии с его инструкцией по применению.

А.2 Перечень рекомендуемых средств измерений, применяемых для приготовления контрольных растворов на основе ГСО, приведен в таблице А.1.

Таблица А.1 - Перечень рекомендуемых средств измерений и посуды, применяемых для приготовления контрольных растворов на основе ГСО

Перечень рекомендуемых средств измерений и посуды	Метрологические требования
Весы I (специального) класса точности	ГОСТ OIML R 76-1
Пипетки с одной меткой 2-го класса точности, вместимостью 1,5, 10, 20, 25, 50, 100 см ³	ГОСТ 29169
Колбы мерные вместимостью 100, 200, 250, 500, 1000, 2000 см ³	ГОСТ 1770
Вода дистиллированная	ГОСТ Р 58144
Пипетки градуированные 2-го класса точности 1, 2, 5, 10, 25 см ³	ГОСТ 29227
Стакан лабораторный вместимостью 250, 600, 5000 см ³	ГОСТ 25336
Примечание - Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.	

А.2.1 Для приготовления растворов массовой концентрации аммонийного азота использовать коэффициент пересчета аттестованного значения ГСО в соответствии с таблицей А.2

Таблица А.2 – Коэффициент для перевода концентрации

Указанная химическая форма СО	Требуемая химическая форма показаний прибора	Умножить на
Массовая концентрация ионов аммония	Массовая концентрация аммонийного азота	0,77

А.3 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 35;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

А.4 Стандартные образцы готовят в соответствии с инструкцией по применению, приведенной в паспорте.

А.5 Последовательность приготовления растворов с известными значениями массовой концентрации.

А.5.1 В чистую, сухую мерную колбу помещают аликовотную часть исходного СО объемом (см³), вычисляемым по формуле

$$V = \frac{A_i \cdot V_z}{A_1}, \quad (A.1)$$

где A_1 - аттестованное значение массовой концентрации компонента (показателя) в исходном СО (приведено в паспорте), мг/дм³;

A_i - значение массовой концентрации компонента (показателя), которое необходимо приготовить, мг/дм³;

V_z - заданный объем мерной колбы, необходимый для проведения поверки анализатора, см³;

А.5.2 Затем колбу заполняют до метки водой дистиллированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

A.5.3 Растворы на основе СО используют только в день приготовления.

A.5.4 Абсолютную погрешность массовой концентрации приготовленных растворов ($P=0,95$) рассчитать по формуле

$$\Delta A_i = A_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\delta A}{100}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_z}{V_z}\right)^2}, \quad (\text{A.2})$$

где δA - относительная погрешность массовой концентрации компонента в исходном ГСО (приведено в паспорте), %;

$\Delta V, \Delta V_z$ - пределы допускаемой погрешности используемой мерной посуды, дм³.

A.5.5 Объем растворов, необходимый для проведения измерений для каждого датчика указан в таблице А.3.

Таблица А.3 – Объём растворов, необходимый для проведения измерений датчика

Обозначение датчика	Объем раствора, см ³
Vishera 310-pH	
Vishera 310-DO	
Vishera 310-EC.200	250
Vishera 310-EC.13	
Vishera 310-NH4N	
Vishera 510-TSS.50000	
Vishera 510-TRB.3000	
Vishera 511-TRB.4000	
Vishera 511-TSS.20000	500*
Vishera 511-TSS.45000	
Vishera 511-TSS.120000	
Vishera 310-COD.100	
Vishera 310-COD.200	
Vishera 310-COD.1000	
Vishera 310-Oil.100	
Vishera 310-Oil.05	
Vishera 311-Oil.02	
Vishera 312-Oil.300	
Vishera 312-Oil.500	500**
Vishera 312-Oil.1000	
Vishera 310-TRB.100	
Vishera 310-TRB.500	
Vishera 310-TRB.5000	
Vishera 310-TSS.100	
Vishera 310-TSS.500	
Vishera 310-TSS.5000	

* Расстояние между чувствительным элементом датчика и дном стакана с контрольным раствором должна быть не менее 15 см.

** Расстояние между чувствительным элементом датчика и дном стакана с контрольным раствором должна быть не менее 10 см.

Приложение Б
(обязательное)
Процедура приготовления растворов с известным значением мутности

Б.1 Приготовление растворов с известными значениями мутности

Приготовление растворов с известными значениями мутности (путем последовательного разбавления исходного ГСО 7271-96 с аттестованным значением мутности 4000 ЕМФ):

- порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу аликвоты ГСО 7271-96 или раствора в соответствии с таблицей Б.1, доведения колбы до метки очищенной дистиллированной водой и тщательным перемешиванием содержимого колбы.

Таблица Б.1 – Процедура приготовления растворов с известными значениями мутности

№	Раствор, использованный для приготовления	V_{al} , см ³	V_{mk} , см ³	Значение мутности A , ЕМФ	Абсолютная погрешность значения мутности ΔA , ЕМФ
1	ГСО 7271-96	-	-	4000,00	40,00
2	ГСО 7271-96	25,0	500,0	1000,00	10,10*
3	Раствор №2	50,0	500,0	500,00	5,5*
4	Раствор №3	50,0	500,0	50,00	0,40*
5	Раствор № 4	20,0	500,0	2,00	0,25*
6	Раствор № 4	5,0	500,0	0,50	0,05*

*При расчете погрешности известного значения учитывали: погрешность от процедуры приготовления, погрешность аттестованного значения ГСО 7271-96.

Б.2 Формула для расчета погрешности известного значения мутности в растворах

$$\Delta A = \Delta A \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{mk}}{V_{mk}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{al}}{V_{al}}\right)^2}, \quad (\text{Б.1})$$

где A - аттестованное значение мутности ГСО 7271-96 (приведено в паспорте) или раствора в соответствии с таблицей А1, ЕМФ;

ΔA - погрешность значения мутности ГСО 7271-96 или раствора, в соответствии с таблицей А1, ЕМФ;

V_{mk} - объем мерной колбы, см³;

V_{al} - объем отбираваемой аликвоты ГСО 7271-96 или раствора, см³;

Приложение В

(обязательное)

Методика приготовления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ

В.1 Последовательность приготовления растворов с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ

В.1.1 Приготовление исходного контрольного раствора

Для приготовления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ используется стандартный образец ГСО 6541-92, а также мерная посуда, средства измерений по таблице А.1.

Мерную колбу вместимостью 500 см³ наполняют дистиллированной водой на треть, вносят навеску ГСО 6541-92 массой, рассчитанной по формуле В.1, и доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают

Массу навески стандартного образца (г) рассчитывают по формуле

$$m = \frac{C_0 \cdot 100 \cdot V_k}{A \cdot 10^6}, \quad (\text{B.1})$$

где C_0 - значение массовой концентрации взвешенных веществ в приготавливаемом растворе (10000 мг/дм³), мг/дм³;

V_k - объем мерной колбы, см³;

A - аттестованное значение массовой доли нерастворимых веществ каолина на твердой основе стандартного образца, приведено в паспорте на СО, %.

Относительная погрешность приготовления исходного контрольного раствора не превышает 4,0 %.

В.1.2 Последовательность приготовления растворов на основе разбавления исходного контрольного раствора с известным значением массовой концентрации взвешенных веществ провести аналогично п.п. А.5.1 – А.5.4.