

СОГЛАСОВАНО

Первый заместитель генерального
директора – заместитель по
научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»

 А.Н. Щипунов



 2025 г.

**«ГСИ. Анализаторы жидкости кондуктометрические АЖК-31.
Методика поверки»**

МП 651-23-054

2025

1 Общие положения

Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов жидкости кондуктометрических АЖК-31 (далее – анализаторы), предназначенных для измерения удельной электрической проводимости (далее – УЭП) анализируемой жидкости (растворов кислот, щелочей, солей) и автоматического приведения результатов измерения к заданной температуре, а также преобразования УЭП этих растворов в значение концентрации при заданной температуре жидкости, изготавливаемых ЗАО «НПП «Автоматика», г. Владимир, используемых в качестве рабочих средств измерений в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблицах 1-4.

Таблица 1 – Диапазоны измерений УЭП анализаторами

Модификация, исполнение	Диапазоны измерений УЭП		
	См/м	мСм/см	мкСм/см
АЖК-3101.0	от 0 до 0,0001	-	от 0 до 1
АЖК-3101.1	от 0 до 0,001	-	от 0 до 10
АЖК-3101.2	от 0 до 0,01	-	от 0 до 100
АЖК-3101.3	от 0 до 0,1	от 0 до 1	от 0 до 1000
АЖК-3101.4	от 0 до 1	от 0 до 10	-
АЖК-3101.5	от 0 до 10	от 0 до 100	-
АЖК-3101М.1, АЖК-3101ВП.1, АЖК-3110.1, АЖК-3122.1, АЖК-3122П.1	от 0 до 0,0001 от 0 до 0,001 от 0 до 0,01 от 0 до 0,1	-	от 0 до 1 от 0 до 10 от 0 до 100 от 0 до 1000
АЖК-3101М.2, АЖК-3101ВП.2, АЖК-3110.2, АЖК-3122.2, АЖК-3122П.2	от 0 до 0,1 от 0 до 1 от 0 до 10 от 0 до 100	от 0 до 1 от 0 до 10 от 0 до 100 от 0 до 1000	-
АЖК-3101М.2 с индуктивным датчиком, АЖК-3130	от 0 до 1 от 0 до 10 от 0 до 100	от 0 до 10 от 0 до 100 от 0 до 1000	-
АЖК-3102.1	от 0 до 0,001	-	от 0 до 10
АЖК-3102.2	от 0 до 0,01	-	от 0 до 100
АЖК-3102.3	от 0 до 0,1	от 0 до 1	от 0 до 1000
АЖК-3102.4, АЖК-3104	от 0 до 2	от 0 до 20	от 0 до 20000

Таблица 2 – Погрешности измерения УЭП анализаторами

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой основной погрешности измерений УЭП при температуре окружающей среды (20±5) °С приведенной ¹⁾ , %:	
- для всех модификаций, кроме АЖК-3102, АЖК-3104	±2
- для модификации АЖК-3102	±4
абсолютной, См/м:	
- для модификации АЖК-3104	±0,01 · A ²⁾

Окончание таблицы 2

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой дополнительной погрешности измерений УЭП при рабочей температуре анализируемой жидкости, отличающейся от температуры приведения ²⁾ термокомпенсации на ± 15 °С приведенной, %: - для всех модификаций, кроме АЖК-3104 абсолютной, См/м: - для модификации АЖК-3104	± 2 $\pm 0,01 \cdot A^{3)}$
¹⁾ - погрешность нормирована как приведенная к разности между верхним и нижним значением диапазона измерений; условия, при которых нормирована погрешность, соответствуют нормальным условиям применения; ²⁾ - температура приведения устанавливается изготовителем и указывается в паспорте анализатора; ³⁾ А - показание анализатора.	

Таблица 3 – Характеристики измерения содержания растворенных веществ анализаторами

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений массовой доли растворенных веществ ¹⁾ для модификаций АЖК-3101М.К (в том числе с индуктивным датчиком), АЖК-3101ВП.К, АЖК-3110.К, АЖК-3122.К, АЖК-3122.К.П, АЖК-3130.К, % ²⁾ : - азотная кислота HNO_3 - серная кислота H_2SO_4 - соляная кислота HCl - гидроксид натрия NaOH - гидроксид калия KOH - хлорид калия KCl - хлорид натрия NaCl	от 0 до 20; от 20 до 40 от 0 до 25; от 40 до 80; от 92 до 100 от 0 до 20; от 20 до 40 от 0 до 15; от 15 до 50 от 0 до 27,5; от 27,5 до 40 от 0 до 23 от 0 до 25
Диапазоны измерений массовой концентрации NaCl для модификации АЖК-3102.К, мг/л: - АЖК-3102.1.К - АЖК-3102.2.К - АЖК-3102.3.К - АЖК-3102.4.К	от 0 до 5 от 0 до 50 от 0 до 500 от 0 до 10 000
Пределы допускаемой основной приведенной ³⁾ погрешности измерений содержания веществ, %	± 5
Пределы допускаемой дополнительной приведенной погрешности измерений содержания веществ при изменении температуры окружающего воздуха на каждые 10 °С в пределах рабочих условий эксплуатации и температуры анализируемой жидкости, отличающейся от температуры приведения ⁴⁾ термокомпенсации на ± 15 °С, %	± 5
¹⁾ - диапазон измерений массовой доли растворённых веществ может находиться в пределах, указанных в таблице. Фактический диапазон измерений указывается в паспорте анализатора; ²⁾ - значение характеристики массовой доли растворённых веществ может быть выражено в других единицах: мг/л, г/л, моль/л; ³⁾ - погрешность нормирована как приведенная к разности между верхним и нижним значением диапазона измерений; условия, при которых нормирована погрешность, соответствуют нормальным условиям применения (см. п. 3.1); ⁴⁾ - температура приведения устанавливается изготовителем и указывается в паспорте анализатора.	

Таблица 4 – Характеристики измерения температуры анализаторами

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений температуры анализируемой жидкости, °С: - обычное исполнение - исполнение «АС» - исполнение «ВТ»	от 0 до +120 от 0 до +120 от 0 до +200
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости, °С: - в диапазоне от 0 до 50 °С включ. - в диапазоне св. 50 до 100 °С включ. - в диапазоне св. 100 до 200 °С	±0,5 ±1,0 ±2,0

При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача единицы УЭП жидкостей в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 27 декабря 2018 г. № 2771, подтверждающая прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 132-2018.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод непосредственного сличения.

При проведении поверки следует пользоваться руководством по эксплуатации для конкретной модификации анализатора.

2 Перечень операций поверки

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 5.

Таблица 5 – Операции поверки

Наименование операций поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям в части:			
- диапазона и абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости;	да	да	10.1
- диапазона и основной погрешности измерений УЭП;	да	да	10.2
- диапазона и основной приведенной погрешности измерений содержания веществ;	да	да	10.3
- дополнительной погрешности измерений УЭП;	да	нет	10.4
- дополнительной приведенной погрешности измерений содержания веществ	да	нет	10.5

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность не более 85 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,5 кПа.

3.2 Средства поверки анализатора должны быть подготовлены к работе в соответствии с их инструкциями по эксплуатации.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица с высшим или средним техническим образованием, аттестованные в качестве поверителей в области физико-химических измерений и изучившие настоящую методику, документацию на анализатор и эксплуатационную документацию на используемые средства поверки. Для получения данных с анализаторов, необходимых для поверки, допускается участие технических специалистов организации, заявившей прибор на поверку (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 Для поверки применять средства поверки, приведенные в таблице 6.

Таблица 6 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3 Требования к условиям проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 °С до 25 °С с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 1 °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 до 80 % с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 2 %. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 107 кПа, с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ кПа.	Измерители температуры и влажности микропроцессорные ИТВ, моделей ИТВ 1522, 2605, 2606, рег. № 20857-07*. Барометры рабочие сетевые БРС-1М, рег. № 16006-97.
п. 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Средства измерений температуры жидкости в диапазоне от 0 до 200 °С, с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,5$ °С. Средства измерений удельной электрической проводимости в диапазоне от 10^{-6} до 100 См/м, с пределами допускаемой основной относительной погрешности измерения УЭП $\pm 0,25\%$. Растворы УЭП с относительной погрешностью действительного значения УЭП $\pm 0,5$ %. Вспомогательное средство для обеспечения температурного режима в жидкости, в диапазоне регулирования температуры от 0 до 200 °С, с погрешностью установки температуры $\pm 0,2$ °С	Термометры ртутные стеклянные лабораторные ТЛ-4, рег. № 303-91. Кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, рег. № 46635-11. Растворы УЭП жидкостей по Р 50.2.021-2002, приложения А и Б. Криотермостат жидкостный

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Приложения А, Б	<p>Средства измерений массы с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ мг, максимальная нагрузка 220 г.</p> <p>Средства измерений объема жидкости 200, 500 и 1000 см³, класс точности 2.</p> <p>Химические реактивы:</p> <ul style="list-style-type: none"> - калий хлористый, х.ч; - 1,4-диоксан сцинтилляционный; - кислота серная, х.ч; - калия гидроокись, х.ч.; - кислота азотная, х.ч.; - кислота соляная, х.ч; - натрий хлористый, х.ч.; - натрия гидроокись, х.ч.; - вода с удельным сопротивлением при температуре (20\pm2) °С не менее 18 МОм·см 	<p>Весы неавтоматического действия Cubis, рег. № 54411-13</p> <p>Посуда мерная стеклянная по ГОСТ 1770-74</p> <p>калий хлористый х.ч. по ГОСТ 4234-77;</p> <p>1,4-диоксан сцинтилляционный по ГОСТ 10455-80;</p> <p>кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204-77;</p> <p>калия гидроокись х.ч. по ГОСТ 24363-80;</p> <p>кислота азотная х.ч. по ГОСТ 4461-77;</p> <p>кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118-77;</p> <p>натрий хлористый х.ч. по ГОСТ 4233-77;</p> <p>натрия гидроокись х.ч. по ГОСТ 4328-77;</p> <p>вода для лабораторного анализа по ГОСТ 25661-83</p>
* «рег. № ...» – регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.		

5.2 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки необходимо соблюдать:

- требования по технике безопасности, указанные в эксплуатационной документации на поверяемое средство измерений и используемые средства поверки;
- правила по технике безопасности, действующие на месте поверки.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре анализатора установить:

- комплектность анализатора и наличие маркировки (заводской номер, тип) путём сличения с эксплуатационной документацией на анализатор, наличие поясняющих надписей;
- целостность пломб, разъемов и внешних соединительных кабелей;

- отсутствие коррозии, механических повреждений и других дефектов, влияющих на эксплуатационные и метрологические характеристики.

7.2 Результаты операции поверки считать положительными, если результаты внешнего осмотра удовлетворяют п. 7.1. В противном случае анализатор признается непригодным к дальнейшему применению, последующие операции поверки не производят.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Средства поверки и поверяемые анализаторы подготовить к работе в соответствии с требованиями, указанными в их руководствах по эксплуатации.

8.2 Подготовить растворы УЭП жидкостей по Р 50.2.021-2002 или согласно приложению А. Приготовить контрольные растворы с заданным содержанием веществ согласно приложению Б.

8.3 Проверить функционирование анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации в различных режимах работы. После изменения диапазонов или пределов измерений, а также режима работы и возвращения их в исходное положение показания анализатора должны восстанавливаться.

8.4 Результаты операции поверки считать положительными, если обеспечивается выполнение требований, перечисленных в пункте 8.3.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверка ПО анализатора проводится путем установления соответствия ПО анализатора, представленных на поверку, тому ПО, которое было зафиксировано при испытаниях в целях утверждения типа.

9.2 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

Используя интерфейс (ПО) анализатора, проверить идентификационные данные метрологически значимой части ПО, отображаемые на дисплее измерительного прибора. Данные должны соответствовать приведенным в таблице 7.

Таблица 7 – Идентификационные данные метрологически значимой части ПО

Идентификационные данные	Значение		
Модификация анализатора	АЖК-3101	АЖК-3101М	АЖК-3101ВП
Идентификационное наименование ПО	-	-	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	-	-	-
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	-	-
Модификация анализатора	АЖК-3102	АЖК-3104	АЖК-3110
Идентификационное наименование ПО	-	-	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	-	ver_s 1.01.0227 ver_p 1.01.0168	-
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	-	-
Модификация анализатора	АЖК-3122	АЖК-3122.П	АЖК-3130
Идентификационное наименование ПО	-	-	-
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Ver.1.04.2320	V01.02.01	-
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	-	-

9.3 Результаты операции поверки считать положительными, если идентификационные данные соответствуют указанным в таблице 7.

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Проверка диапазона и определение абсолютной погрешности измерений температуры анализируемой жидкости

10.1.1 Перевести анализатор в режим измерения температуры, либо в режим, в котором значение температуры индицируется на дисплее, в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации.

10.1.2 В соответствии руководством по эксплуатации установить на термостате температуру 0 °С.

10.1.3 Погрузить первичный преобразователь анализатора и эталонный термометр в термостат.

10.1.4 Выждать время, достаточное для установления теплового равновесия раствора (не менее 15 минут). Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора и термометра.

10.1.5 Выполнить операции по пп. 10.1.2 – 10.1.4 для температур 20, 50, 55, 80, 100, 105 и 120 °С. Для модификаций «ВТ» провести измерения также для температуры 200 °С.

Для измерений при температурах свыше 90 °С категорически запрещается использовать воду в качестве рабочей жидкости для термостата! Рекомендуемые жидкости для данных температур, как правило, приведены в руководстве по эксплуатации на термостат. Работы проводить только в защитных перчатках и очках!

10.1.6 Рассчитать абсолютную погрешность измерения температуры анализируемой жидкости по формуле (1):

$$\Delta t = t_u - t_{\text{эт}}, \quad (1)$$

где Δt – абсолютная погрешность измерения температуры;

t_u – показание анализатора, °С;

$t_{\text{эт}}$ – показание эталонного термометра, °С.

10.1.7 Результат операции поверки считать положительным, если значения Δt , рассчитанные для каждой выбранной отметки шкалы температур поверяемого анализатора, находятся в допускаемых пределах:

- в диапазоне от 0 до 50 °С включ. $\pm 0,5$ °С;
- в диапазоне св. 50 °С до 100 °С включ. $\pm 1,0$ °С;
- в диапазоне св. 100 °С до 200 °С $\pm 2,0$ °С.

10.2 Проверка диапазона и определение основной погрешности измерений УЭП

10.2.1 Основную погрешность измерений УЭП определяют с использованием:

- эталонных растворов, приготовленных по Р 50.2.021-2002, для анализаторов с диапазоном измерения УЭП от 0,005 до 20 См/м;

- контрольных растворов, приготовленных согласно приложению А, для анализаторов с диапазоном измерения УЭП от $1 \cdot 10^{-6}$ до 100 См/м.

Основную погрешность измерений УЭП определяют при отключенном режиме термокомпенсации.

10.2.2 Взять раствор со значением УЭП, соответствующим нижнему пределу диапазона измерения.

10.2.3 Промыть датчик поверяемого анализатора раствором три раза.

10.2.4 Датчик погружного типа поверяемого анализатора поместить в стакан с раствором и установить в термостат с температурой 25 °С. Датчик проточного типа поверяемого

анализатора заполнить раствором, закрыть выходы силиконовыми пробками или соединить отрезком силиконового шланга, заполненного раствором, и поместить в термостат.

10.2.5 Выждать время, достаточное для установления теплового равновесия раствора (не менее 15 минут).

10.2.6 Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора и эталонного кондуктометра.

10.2.7 Выполнить операции пп. 10.2.3 – 10.2.5 еще не менее двух раз.

10.2.8 Выполнить операции пп. 10.2.3 – 10.2.7 для растворов УЭП со значениями, соответствующими середине и верхнему пределу диапазона измерений УЭП.

10.2.9 В случае наличия у анализатора нескольких диапазонов измерения УЭП осуществить измерения по пп. 10.2.2 – 10.2.8 для каждого диапазона.

10.2.10 Рассчитать основную погрешность измерений УЭП (в случае наличия нескольких диапазонов измерения – отдельно для каждого) по показаниям анализатора:

- приведенную для всех модификаций кроме АЖК-3104 – по формуле (2):

$$\delta = [(\bar{x}_{изм} - \bar{x}_{э.к}) / \bar{x}_d] \cdot 100 \%, \quad (2)$$

- абсолютную для модификации АЖК-3104 – по формуле (3):

$$\delta = \bar{x}_{изм} - \bar{x}_{э.к}, \quad (3)$$

где $\bar{x}_{изм}$ – среднее арифметическое значение УЭП, См/м, полученное по показаниям поверяемого анализатора;

$\bar{x}_{э.к}$ – среднее арифметическое значение УЭП, См/м, полученное по показаниям эталонного кондуктометра;

\bar{x}_d – разность между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений УЭП анализатора, См/м.

10.2.11 Результат операции поверки считать положительным, если значения погрешностей находятся в допустимых пределах:

приведенной, %:

- для всех модификаций, кроме АЖК-3102, АЖК-3104 ± 2
- для модификации АЖК-3102 ± 4

абсолютной, См/м:

- для модификации АЖК-3104 $\pm 0,01 \cdot A$, где A – показание анализатора, См/м.

10.3 Определение основной приведенной погрешности измерений содержания веществ

10.3.1 Включить поверяемый анализатор в режиме измерения содержания веществ в соответствии с руководством по эксплуатации.

10.3.2 Приготовить контрольные растворы согласно приложению Б с содержанием веществ, соответствующим нижнему пределу, середине и верхнему пределу диапазона измерений.

10.3.3 Выполнить операции аналогично пп. 10.2.2 – 10.2.5, используя растворы, приготовленные в п. 10.3.2. Зафиксировать значения показаний анализатора и эталонного кондуктометра в протоколе.

10.3.4 Рассчитать значения содержания веществ в контрольных растворах по формуле (4):

$$C_0 = C_{0,i} + \frac{(C_{0,j} - C_{0,i}) \cdot (\bar{x}_0 - \bar{x}_{0,i})}{\bar{x}_{0,j} - \bar{x}_{0,i}}, \quad (4)$$

где C_0 – теоретическое значение содержания вещества (% , мг/л, г/л);

\bar{x}_0 – показание эталонного кондуктометра (См/м);

$\alpha_{0,i}$, $\alpha_{0,j}$ – имеющиеся во вкладном листе в паспорте ближайшие значения УЭП, меньше и больше полученного показания эталонного кондуктометра (α_0) соответственно;

$C_{0,i}$ и $C_{0,j}$ – значения содержания вещества из вкладного листа паспорта, соответствующие значениям $\alpha_{0,i}$ и $\alpha_{0,j}$ (% , мг/л, г/л).

10.3.5 Рассчитать значения основной приведенной погрешности измерений содержания веществ (δ_c) по формуле (5):

$$\delta_c = [(C_n - C_0) / C_0] \cdot 100 \%, \quad (5)$$

где C_n – показания поверяемого анализатора в единицах содержания вещества (% , мг/л, г/л);

C_0 – значение содержания вещества в контрольном растворе (% , мг/л, г/л);

C_d – разность между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений содержания вещества (% , мг/л, г/л).

10.3.6 Результаты операции поверки считать положительными, если значения погрешностей находятся в допускаемых пределах $\pm 5,0$ %.

10.4 Определение дополнительной погрешности измерений УЭП

10.4.1 Переключить анализатор в режим измерения УЭП согласно указаниям руководства по эксплуатации. Включить режим простой термокомпенсации, установить температуру приведения термокомпенсации и температурные коэффициенты, указанные в паспорте на анализатор, согласно руководству по эксплуатации.

10.4.2 Дополнительную погрешность измерений УЭП определяют с использованием:

- эталонных растворов, приготовленных по Р 50.2.021-2002, для анализаторов с диапазоном измерений УЭП от 0,005 до 20 См/м;

- контрольных растворов, приготовленных согласно приложению А, для анализаторов с диапазоном измерений УЭП от $1 \cdot 10^{-6}$ до 100 См/м.

10.4.3 Приготовить раствор со значением УЭП, соответствующим (80 ± 5) % от диапазона измерений.

10.4.4 Промыть ячейку эталонного кондуктометра и датчик поверяемого анализатора раствором три раза.

10.4.5 Заполнить ячейку эталонного кондуктометра раствором и погрузить в термостат с температурой равной температуре приведения термокомпенсации. Температура воды в термостате должна поддерживаться с погрешностью $\pm 0,2$ °С.

10.4.6 Измерить значение УЭП раствора эталонным кондуктометром.

10.4.7 Установить на термостате температуру на 15 °С ниже температуры приведения термокомпенсации.

10.4.8 Датчик погружного типа поверяемого анализатора поместить в стакан, с раствором и установить в термостат. Датчик проточного типа поверяемого анализатора заполнить раствором, закрыть выходы силиконовыми пробками или соединить отрезком силиконового шланга, заполненного раствором, и поместить в термостат. Поддерживать температуру в термостате с погрешностью $\pm 0,2$ °С.

10.4.9 Выждать время, достаточное для установления теплового равновесия раствора (не менее 15 минут).

10.4.10 Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора.

10.4.11 Повторить операции по пп. 10.4.4 – 10.4.10 при температуре на термостате на 15 °С выше температуры приведения термокомпенсации.

10.4.12 В случае наличия у анализатора нескольких диапазонов измерений УЭП осуществить измерения по пп. 10.4.4 – 10.4.11 для каждого диапазона.

10.4.13 Определить дополнительную погрешность измерений УЭП (в случае наличия нескольких диапазонов измерений – отдельно для каждого):

- приведенную – для всех модификаций кроме АЖК-3104 по формуле (6)

$$\gamma = [(\alpha^*_t - \alpha^*_{t_0}) / \alpha_\delta] \cdot 100\%, \quad (6)$$

- абсолютную – для модификации АЖК-3104 по формуле (7):

$$\delta = \alpha^*_t - \alpha^*_{t_0} \quad (7)$$

где α^*_t – значение УЭП раствора по показаниям анализатора при заданной температуре, См/м;

$\alpha^*_{t_0}$ – значение УЭП раствора по показаниям эталонного кондуктометра при температуре приведения термокомпенсации поверяемого анализатора, См/м;

α_δ – разность между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений анализатора, См/м.

10.4.14 Результат операции поверки считать положительным, если значения погрешностей находятся в допустимых пределах:

приведенной, %:

- для всех модификаций, кроме АЖК-3104 ± 2

абсолютной, См/м:

- для модификации АЖК-3104 $\pm 0,01 \cdot A$, где A – показание анализатора, См/м.

10.5 Определение дополнительной приведенной погрешности измерений содержания веществ

10.5.1 Включить поверяемый анализатор в режим измерения содержания веществ в соответствии с руководством по эксплуатации. Включить режим термокомпенсации.

Примечание – Для анализаторов, работающих в режиме измерения содержания веществ (концентратометров), помимо температуры приведения термокомпенсации вводится понятие рабочей температуры t_p – температуры анализируемой жидкости, при которой необходимо измерять содержание веществ. Значение t_p приводится в паспорте на анализатор.

10.5.2 Приготовить контрольный раствор согласно приложению Б со значением, соответствующим (80 ± 10) % от диапазона измерений содержания вещества.

10.5.3 Выполнить измерения аналогично описанным в пп. 10.2.3 – 10.2.5, установить температуру, равную значению рабочей температуры.

10.5.4 Измерить УЭП приготовленного контрольного раствора эталонным кондуктометром при температуре приведения термокомпенсации. Рассчитать значение концентрации приготовленного раствора по формуле (4).

10.5.5 Определить дополнительную приведенную погрешность измерений содержания веществ при рабочей температуре анализируемой жидкости по формуле (8):

$$\gamma_c = [(C_p - C_0) / C_0] \cdot 100 \%, \quad (8)$$

где C_p – показания поверяемого анализатора при рабочей температуре анализируемой жидкости в единицах содержания вещества (% , мг/л, г/л);

C_0 – рассчитанное значение содержания вещества (% , мг/л, г/л);

C_δ – разность между максимальным и минимальным значениями диапазона измерений содержания вещества (% , мг/л, г/л).

10.5.6 Результат операции поверки считать положительным, если значения погрешностей находятся в допускаемых пределах $\pm 5,0 \%$.

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляют протоколом поверки произвольной формы.

11.2 Результаты поверки анализаторов подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.3 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке и (или) в паспорт анализатора вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

Начальник НИО-6



В.И. Добровольский

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов для определения основной и дополнительной погрешностей измерения удельной электрической проводимости жидких сред

А.1 Условия приготовления контрольных растворов:

- температура окружающего воздуха от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность не более 85 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,5 кПа.

А.2 Приготовление раствора хлористого калия молярной концентрации 0,005 моль/дм³

Взвешивают в бюксе навеску хлористого калия массой 74,55 мг с точностью не ниже 0,01 мг, растворяют его в 15-20 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и заливают дистиллированной водой, не доводя уровень воды до отметки 2-3 см.

Колбу с раствором помещают в термостат и выдерживают в течение 30 мин при температуре (20,0±0,1) °С. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, термостатированной при той же температуре. Содержимое колбы тщательно перемешивают и используют для приготовления контрольных растворов.

А.3 Приготовление контрольных растворов.

А.3.1 Для приготовления контрольных растворов с заданным значением УЭП в мерную колбу вместимостью 500 см³ помещают указанное в таблице А.1 количество электролита. Добавляют 200-300 см³ растворителя и, перемешивая раствор в колбе круговыми движениями, добиваются полного растворения электролита.

Примечание – При растворении серной кислоты сначала наливают в колбу 200-300 см³ дистиллированной воды, а затем добавляют указанное в таблице А.1 количество серной кислоты.

А.3.2 Колбу с раствором помещают в термостат и выдерживают в течение 30 мин при температуре (20,0±0,1) °С. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, термостатированной при той же температуре.

В таблице А.1 представлены характеристики контрольных растворов.

Растворы №№ 1-6 представляют собой смесь 1,4-диоксана с водным раствором хлористого калия молярной концентрации 0,005 моль/дм³, а растворы №№ 7-12 – водные растворы хлористого калия или серной кислоты.

А.3.3 Растворы, состоящие из водного раствора хлористого калия и 1,4-диоксана, хранят в посуде из темного стекла, закрытой герметично, при температуре (25±10) °С с момента приготовления в течение не более:

- 8 часов – растворы № 1 и № 2;
- 1 сутки – раствор № 3;
- 3 суток – раствор № 4;
- 1 месяц – растворы № 5 и № 6.

Водные растворы хлористого калия (растворы №№ 7-11) и серной кислоты (раствор № 12) хранят в герметично закрытой посуде из стекла не более 1 месяца с момента приготовления.

Таблица А.1 – Данные для приготовления контрольных растворов

Номер раствора	Удельная электрическая проводимость при 25 °С, См/м	Состав и количество электролита
Раствор хлористого калия в 1,4-диоксане		
–	–	Водный раствор хлористого калия 0,005 моль/дм ³ , см ³
1	$1,70 \cdot 10^{-7}$	15
2	$1,40 \cdot 10^{-6}$	25
3	$1,49 \cdot 10^{-5}$	40
4	$2,16 \cdot 10^{-4}$	60
5	$1,82 \cdot 10^{-3}$	100
6	$8,70 \cdot 10^{-3}$	200
Водный раствор хлористого калия		
–	–	Хлористый калий, г
7	$2,00 \cdot 10^{-2}$	0,07
8	$2,00 \cdot 10^{-1}$	0,65
9	2,00	7,50
10	8,00	35,00
11	20,00	67,85
Раствор серной кислоты в воде		
–	–	Серная кислота, см ³
12	82,57	100

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов для определения основной и дополнительной погрешностей измерения содержания веществ

Б.1 Условия приготовления контрольных растворов:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

Б.2 При приготовлении растворов кислот и щелочей в обязательном порядке используют средства индивидуальной защиты – халат, защитные очки, перчатки. Все работы проводят в вытяжном шкафу.

Б.3 Приготовление растворов

Б.3.1 Приготовление растворов калия хлористого, калия гидроокиси, натрия хлористого, натрия гидроокиси

Б.3.1.1 Рассчитывают массу навески m_n (г) для приготовления 500 см³ раствора с требуемым содержанием вещества по формуле:

$$m_n = \frac{\omega \cdot m_v}{100 - \omega}, \quad (\text{Б.1})$$

где ω – требуемая массовая доля вещества, %; m_v – масса воды, г.

Б.3.1.2 Взвешивают рассчитанную массу вещества в стакане или бюксе с точностью не ниже 0,01 г.

Б.3.1.3 Устанавливают пустой мерный стакан объёмом 1000 см³ на весы, проводят тарирование.

Б.3.1.4 Снимают стакан с весов. Наливают в стакан приблизительно 300 см³ дистиллированной воды. Навеску количественно переносят в стакан. Проводят растворение навески. Объём раствора в стакане доводят до 500 см³ дистиллированной водой.

Б.3.2 Приготовление растворов кислот азотной, серной, соляной

Б.3.2.1 Приготовление растворов кислот осуществляют согласно ГОСТ 4517-2016, п. 4.89 «Кислоты, растворы с определенной массовой долей».

Б.3.3 Приготовленный раствор переливают в пластиковый химически стойкий сосуд с плотно закрывающейся крышкой.

Б.3.4 Срок хранения растворов: кислот, калия хлористого, натрия хлористого – 1 месяц, калия гидроокиси, натрия гидроокиси – 3 дня.