

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГУП «ВНИИМС»



Н.В. Иванникова

« 21 » ноября 2017 г.

Анализаторы промышленные комбинированные «ЛИДЕР»

Методика поверки
ЛИД 300.00.00.000МП

г. Москва
2017 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы промышленные комбинированные «ЛИДЕР», изготавливаемые предприятием ООО «НПП «ТЕХНОПРИБОР», Россия, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

При периодической поверке анализаторов промышленных комбинированных «ЛИДЕР», имеющих несколько измерительных каналов или диапазонов измерений, допускается, на основании письменного заявления владельца СИ, проводить поверку в тех измерительных каналах или в тех диапазонах, в которых анализатор эксплуатируется. Под измерительным каналом понимается один или несколько параметров, измеряемых одним блоком, входящим в состав анализатора.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции при поверке

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательное проведение операции	
		при выпуске из производства и после ремонта	в эксплуатации
Внешний осмотр	5.1	Да	Да
Опробование	5.2	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	5.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик анализатора с блоками			
- ЛИДЕР-К	5.4	Да	Да
- ЛИДЕР-pH	5.5	Да	Да
- ЛИДЕР-Na	5.6	Да	Да
- ЛИДЕР-O ₂	5.7	Да	Да
- ЛИДЕР-H ₂	5.8	Да	Да
- ЛИДЕР-C	5.9	Да	Да
- ЛИДЕР-АПК	5.10	Да	Да
- ЛИДЕР-dH	5.11	Да	Да

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки выполняют

- правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок, ГОСТ Р 12.1.019-2009,
- правила пожарной безопасности, ГОСТ 12.1.004-91,
- правила работы с химическими реактивами, ГОСТ 12.1.007-76,
- требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации поверяемого анализатора.

2.2 Прибор должен быть надежно заземлен.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- рабочий эталон 3-го разряда по ГОСТ 8.558-2009 – термометр сопротивления эталонный ЭТС-100 (Регистрационный № 19916-10);
- ГСО 7680-99 общей жесткости воды, аттестованное значение 100 ° Ж, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0\%$ при $P=0,95$;

- ГСО 4391-88 состава натрия хлористого, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли натрия хлористого от 99,900 до 100,000 %, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 0,030$ % при $P = 0,95$ %;

- ГСО 9969-2011 состава калия хлористого, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли калия хлористого от 99,500 до 100,000 %, абсолютная расширенная неопределенность $\pm 0,030$ % при $k = 2$ %;

- ПГС-ГСО 10706-2015 состава газовых смесей кислорода в азоте;

- ПГС-ГСО 10706-2015 состава газовых смесей водорода в азоте;

- стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов рН 1-го разряда СТ-рН-1-1, СТ-рН-1-4, СТ-рН-1-6, СТ-рН-1-8, (Регистрационный № 45142-11);

- стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов рН 2-го разряда СТ-рН-2-2, СТ-рН-2-5, СТ-рН-2-8, СТ-рН-2-11 (Регистрационный № 45142-11);

- стандарт-титры СТ-ОВП-01-1, СТ-ОВП-01-2 (Регистрационный № 61364-15);

- кондуктометр лабораторный, диапазон измерений УЭП от $1 \cdot 10^{-4}$ до 100 См/м, относительная погрешность измерений УЭП не более $\pm 0,25$ % по ГОСТ 22171-90;

- термостаты жидкостные прецизионные переливного типа ТПП-1 (Регистрационный № 33744-07);

- измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.15(М) (Регистрационный № 19736-11);

- магазин сопротивлений М630А, диапазон сопротивлений от 1 Ом до 1,2 МОм, класс точности 0,1 (Регистрационный № 60123-15).

- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания от 20 г до 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,001$ г, ГОСТ OIML R 76-1-2011;

- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 5200 г, погрешность взвешивания $\pm 0,3$ г, ГОСТ OIML R 76-1-2011;

- прибор для поверки вольтметров, диапазон установки напряжения от 0,1 до 2500 мВ, погрешность установки напряжения не более $\pm 0,1$ мВ;

- барометр лабораторный, погрешность измерения атмосферного давления не более $\pm 1,5$ мм рт. ст. в диапазоне от 84 до 106,7 кПа;

- колбы мерные 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-1, 2-2000-1 по ГОСТ 1770-74;

- цилиндры градуированные 1-100-1, 1-250-1, 1-1000-1 по ГОСТ 1770-74;

- пипетки градуированные 1-1-1-1, 1-1-1-10 по ГОСТ 29227-91;

- натрий двууглекислый, стандарт-титр 0,1 моль/дм³ по ТУ 2642-001-33813273-97;

- кислота соляная, стандарт-титр 0,1 моль/дм³ по ТУ 2642-001-33813273-97;

- термостат жидкостный, пределы поддержания температуры от 0 до +100 °С, нестабильность поддержания установленной температуры не более $\pm 0,1$ °С;

- стаканчик для взвешивания СН-60/14 по ГОСТ 25336-82;

- шкаф сушильный лабораторный ШСУ-М, полезный объем 10 дм³, максимальная температура +130 °С;

- мешалка магнитная с подогревом;

- натрий сернистокислый, квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 195-77;

- кобальт хлористый 6-водный, квалификации «ч» по ГОСТ 4525-77;

- аммиак водный особой чистоты «ос.ч.23-5» по ГОСТ 24147-80;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

- вода обессоленная, с удельной электропроводностью при 25 °С не более 1,5 мкСм/см, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм³, с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм³;

- вода обессоленная, с удельной электропроводностью при 25 °С не более 0,5 мкСм/см, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм³, с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм³.

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

При прекращении действия нормативных документов, использованных в тексте методики, новые нормативные документы, взамен отмененных, автоматически вводятся в действие в данной методике.

Все средства измерений должны быть поверены и иметь действующие свидетельства или отметки о поверке.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20±5
- относительная влажность, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7
- напряжение питания переменного тока, В	220 ⁺²² ₋₃₃ или 36 ⁺⁴ ₋₁₂ (по заказу)
- частота, Гц	(50±1)
- напряжение питания постоянного тока, В	36 ⁺¹⁹ ₋₁₄ (по заказу)

4.2 Перед проведением поверки прибор выдерживают в лабораторном помещении не менее 8 ч.

4.3 Перед проведением поверки по пп.5.4, 5.6, 5.9, 5.11 готовят контрольные растворы в соответствии с Приложением 2 к настоящей методике, по п.5.5 – в соответствии с методиками, приведенными в паспортах на стандарт-титры, по п.5.7 – в соответствии с Приложением 5 к настоящей методике, по п.5.10 – в соответствии с Приложением 8 к настоящей методике.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

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

Анализатор считают выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в 5.1.

5.2 Опробование

5.2.1 Опробование производят использованием воды в следующем порядке:

- включают питание анализатора;
- для блока ЛИДЕР-К подключают оборудование согласно Приложению 1, промывают гидравлический тракт дистиллированной водой;
- для блока ЛИДЕР-рН гидравлический блок с электродами промывают дистиллированной водой или помещают электроды в стакан с дистиллированной водой;
- для блока ЛИДЕР-На гидравлический блок с электродами промывают обессоленной водой;
- для блока ЛИДЕР-АПК подключают оборудование согласно Приложению 7, промывают гидравлический тракт обессоленной водой;
- для блока ЛИДЕР-dН промывают гидравлический тракт обессоленной водой;

5.2.2 При опробовании проверяют:

- отсутствие сигнализации о нештатных ситуациях, за исключением обрыва токового выхода;
- отсутствие протечек гидравлического тракта;
- работоспособность регулировочных органов гидравлического тракта;
- корректность индикации и работоспособность клавиш панели оператора.

Анализатор считают выдержавшим поверку, если все операции по 5.2.2 завершены успешно.

5.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят визуально на экране панели оператора, в меню «Сведения о приборе», где отображается наименование и номер версии ПО.

Результат проверки считают положительным, если идентификационное наименование и номер версии соответствуют или выше указанных в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Наименование электронного блока	Идентификационные данные (признаки)		
	Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер ПО), не менее	Цифровой идентификатор ПО
ИД ЛИДЕР-К	ID-047_v56.hex	5.6	Недоступно
ИД ЛИДЕР-pH	pH_v49.hex	4.9	Недоступно
ИД ЛИДЕР-Na	pNa_v49.hex	4.9	Недоступно
ИД ЛИДЕР-O ₂	LD_24_1_O2_v1.hex	1.0	Недоступно
ИД ЛИДЕР-H ₂	LD_24_1_H2_v1.hex	1.0	Недоступно
ИД ЛИДЕР-АПК	3Ch_Con051_m86_iP.xob	8.6	Недоступно
ИД ЛИДЕР-С	Conc021_v28.hex	2.8	Недоступно
ИД ЛИДЕР-dH	LD_36_1_A_v1.hex	1.0	Недоступно
	LD_36_1_B_v1.hex	1.0	

5.4. Определение метрологических характеристик анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-К.

5.4.1. Определение погрешности измерений УЭП в диапазоне от 1 до 25000 мкСм/см и УЭС в диапазоне от 0,04 до 1000 кОм·см проводят с применением контрольных растворов (Приложение 2, табл. 3-1) и сравнивают результаты измерений с действительными значениями, установленными по лабораторному кондуктометру. При поверке используют не менее трех контрольных растворов, значение которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.4.1.1 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Измерение УЭП проводят при температуре анализируемой среды (25,0 ± 0,2) °С с применением лабораторного кондуктометра и растворов №№ 1, 8, 7, 6 и 5 для блоков датчиков ДК-5 и ДК-7 и растворов №№ 1 или 8, 7, 6 или 5, 4, 3 и 2 для блоков датчиков ДК-6.

Измерение УЭС при температуре анализируемой среды (25,0 ± 0,2) °С для блоков датчиков ДК-5 и ДК-7 проводят с применением растворов №№ 1, 8 и 4, для блоков датчиков ДК-6 – с применением растворов №№ 1, 8, 7 и 4.

Растворы подают с расходом от 10 до 30 дм³/ч, перед подачей первого раствора и после завершения испытаний по последнему раствору гидравлический тракт промывают дистиллированной водой.

Номинальные диапазоны значений УЭП и УЭС контрольных растворов приведены в таблице 3-1 Приложения 2, действительные значения УЭП и УЭС определяют по эталонному кондуктометру.

5.4.1.2 Анализ контрольных растворов выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Показания УЭП и УЭС анализатора и эталонного кондуктометра при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)$ °С регистрируют с периодичностью 10 минут после стабилизации заданной температуры раствора.

5.4.2. Определение метрологических характеристик при измерении УЭП в диапазоне от 0,025 до 1 мкСм/см и УЭС в диапазоне от 1000 до 45000 кОм·см проводят с применением магазина сопротивлений и сравнивают результаты измерений с действительными значениями.

5.4.2.1 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении УЭП и УЭС для блоков датчиков ДК-5 и ДК-7 проводят при значениях имитирующего сопротивления 100 кОм, 500 кОм и 1000 кОм, для блоков датчиков ДК-6 – при значениях 500 кОм и 1000 кОм.

Показания УЭП и УЭС анализатора фиксируют с периодичностью 1 минута после установки имитирующего сопротивления.

5.4.3. Определение метрологических характеристик при измерении содержания в диапазоне измерений от 0 до 1200 млн⁻¹ и от 0 до 14000 млн⁻¹ проводят с применением контрольных растворов (Приложение 2, табл. 3-2) и сравнивают результаты измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех контрольных растворов, содержание которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.4.3.1 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении содержания для блоков датчиков ДК-5 и ДК-7 при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)$ °С проводят с применением растворов №№ 6, 5 и 4, для блоков датчиков ДК-6 – с применением растворов №№ 3, 2 и 1

Поверку при измерении содержания при температурах анализируемой среды $(15,0 \pm 0,2)$ °С и $(35,0 \pm 0,2)$ °С для блоков датчиков ДК-5 и ДК-7 проводят с применением раствора № 5, для блоков датчиков ДК-6 – с применением раствора № 2.

Емкость с контрольным раствором, датчик УЭП эталонного кондуктометра и блок датчиков анализатора, за исключением разъема и кабеля, погружают в жидкостный термостат. В соответствии с эксплуатационной документацией на термостат устанавливают заданное значение температуры.

Растворы подают с расходом от 10 до 30 дм³/ч, перед подачей каждого раствора и после завершения испытаний по последнему раствору гидравлический тракт промывают обессоленной водой и осушают (промывочную воду сливают).

5.4.3.2 Анализ контрольных растворов выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Показания содержания анализатора фиксируют с периодичностью 10 минут после стабилизации заданной температуры раствора.

5.4.4 Определение погрешности измерений

5.4.4.1 Значения основной абсолютной погрешности анализатора при измерении УЭП в диапазоне от 1 до 25000 мкСм/см и при измерении УЭС в диапазоне от 0,04 до 1000 кОм·см рассчитывают по формуле (1)

$$\Delta K(i) = |K_d(i) - K_{25}(i)|, \quad (1)$$

где $K_{25}(i)$ – i -тый результат измерений УЭП [мкСм/см] / УЭС [кОм·см]

$K_d(i)$ – i -тый результат измерений УЭП [мкСм/см] / УЭС [кОм·см] эталонного кондуктометра при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)$ °С.

5.4.4.2 Значения основной абсолютной погрешности анализатора при измерении УЭП в диапазоне от 0,025 до 1 мкСм/см и УЭС в диапазоне от 1000 до 45000 кОм·см рассчитывают по формулам (2) и (3) соответственно

$$\Delta R(i) = |1000 \times A/R - K(i)|, \quad (2)$$

где $K(i)$ – i -тый результат измерений УЭП, мкСм/см;

R – значение имитирующего сопротивления, кОм;

A – значение кондуктометрической константы блока датчиков, 1/см.

$$\Delta R(i) = |R/A - R(i)|, \quad (3)$$

где $R(i)$ – i -тый результат измерений УЭС, кОм·см;

5.4.4.3 Значения основной абсолютной погрешности анализатора при измерении солесодержания рассчитывают по формуле (4)

$$\Delta C(i) = |C_d(i) - C(i)|, \quad (4)$$

где $C(i)$ – i -тый результат измерений солесодержания при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$, млн⁻¹;

$C_d(i)$ – действительное значение солесодержания, млн⁻¹.

5.4.4.4 Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений УЭП при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$, мкСм/см - с ДК-5, ДК-7 - с ДК-6	$\pm (0,001 + 0,01 \cdot K)$ $\pm (0,003 + 0,01 \cdot K)$, где K – измеренное значение УЭП, мкСм/см
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений УЭС при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$, кОм·см - с ДК-5, ДК-7 - с ДК-6	$\pm (0,005 + 0,01 \cdot R)$ $\pm (0,001 + 0,01 \cdot R)$, где R – измеренное значение УЭС, кОм·см
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений солесодержания при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$, млн ⁻¹	$\pm (0,001 + 0,02 \cdot C)$, где C – измеренное значение солесодержания, млн ⁻¹

5.5 Определение метрологических характеристик анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-рН.

5.5.1. Определение погрешности измерения ЭДС в диапазоне -2500 мВ до +2500 мВ проводят сравнением результатов измерений поверяемого анализатора с показаниями эталонного источника ЭДС. При проверке используют не менее трех значений напряжения, соответствующих началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.5.1.1 Порядок проведения поверки

Средства измерений и вспомогательное оборудование подключают по схеме Приложения 3. Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении ЭДС проводят при значениях напряжения, устанавливаемого на входе анализатора от источника ЭДС, равных -2500 мВ, -1000 мВ, 0 мВ, +1000 мВ и +2500 мВ.

Показания ЭДС анализатора регистрируют через 1 минуту после установки значения ЭДС на эталонном источнике.

5.5.2 Определение метрологических характеристик при измерении окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) в диапазоне -2500 мВ до +2500 мВ проводят с применением контрольных растворов и сравнивают результаты измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее двух контрольных растворов, воспроизводящих шкалу окислительно-восстановительного потенциала водных растворов.

5.5.2.1 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении ОВП проводят с применением контрольных растворов, подавая их через проточную ячейку анализатора или поместив электроды в стакан с контрольным раствором.

5.5.2.2 Анализ контрольных растворов выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Измеренные значения ОВП регистрируют с периодичностью 1 минута, начиная с 5-й минуты после подачи раствора.

5.5.3. Определение метрологических характеристик при измерении водородного потенциала (рН) в диапазоне от 0 до 14 рН проводят с применением контрольных растворов и сравнивают результаты измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех контрольных растворов, водородный показатель которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

Если в комплект анализатора входит рН-электрод, ограничивающий диапазон измерений анализатора, то поверка производится в диапазоне, соответствующем диапазону измерений электрода.

5.5.3.1 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении рН проводят с применением контрольных растворов, подавая их через проточную ячейку анализатора или поместив электроды в стакан с контрольным раствором, температуру растворов измеряют эталонным термометром.

5.5.3.2 Анализ контрольных растворов выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Измеренные значения рН и температуры эталонного термометра фиксируют с периодичностью 1 минута, начиная с 5-й минуты после подачи раствора.

Действительные значения рН буферных растворов рассчитывают по табличным зависимостям рН от температуры, приведенных в паспортах на стандарт-титры.

5.5.4 Определение погрешности измерений

5.5.4.1 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении ЭДС рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений ЭДС, мВ,

$S_d(i)$ – действительное значение ЭДС, мВ.

5.5.4.2 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении ОВП рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений ОВП, мВ,

$S_d(i)$ – действительное значение ОВП, мВ.

5.5.4.3 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении рН рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений водородного показателя, рН,
 $C_d(i)$ – действительное значение водородного показателя, рН.

5.5.4.4 Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений водородного показателя при температуре анализируемой среды $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, рН: - при градуировке по буферным растворам 1-го разряда	$\pm 0,02$
- при градуировке по буферным растворам 2-го разряда	$\pm 0,05$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ЭДС, мВ	± 1
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений окислительно-восстановительного потенциала, мВ	± 4

5.6 Определение метрологических характеристик анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-На.

5.6.1 Определение погрешности измерений ЭДС проводят аналогично пп.5.5.1 -5.5.1.1

5.6.1.1 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении ЭДС рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений ЭДС, мВ,
 $C_d(i)$ – действительное значение ЭДС, мВ.

5.6.2 Определение погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия в диапазоне от 0 до 100 г/дм^3 проводят с применением контрольных растворов (Приложение 2, табл. 3-3) и сравнивают результаты измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех контрольных растворов, в которых массовая концентрация ионов натрия соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.6.2.1 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Измерение массовой концентрации ионов натрия проводят с применением контрольных растворов, подавая их через проточную ячейку анализатора в порядке возрастания массовой концентрации ионов натрия в растворе. Перед подачей первого раствора и после завершения поверки по последнему раствору гидравлический тракт промывают обессоленной водой.

Действительные значения массовой концентрации ионов натрия в контрольных растворах приведены в таблице 3-3 Приложения 2

5.6.2.2 Анализ контрольных растворов выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Измеренные значения массовой концентрации ионов натрия регистрируют с периодичностью 1 минута, начиная с 15-й минуты после подачи раствора.

5.6.2.3 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации ионов натрия рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений массовой концентрации ионов натрия, мкг/дм^3 ,
 $C_d(i)$ – действительное значение массовой концентрации ионов натрия, мкг/дм^3 .

5.6.3 Определение погрешности измерений водородного потенциала (рН) проводят аналогично пп.5.5.3-5.5.3.1.

5.6.3.1 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении рН рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений водородного показателя, рН,
 $C_d(i)$ – действительное значение водородного показателя, рН.

5.6.4. Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия при температуре анализируемой среды (20 ± 5) °С, мкг/дм ³	$\pm(0,03 + 0,1 \cdot C)$, где С – измеренное значение массовой концентрации ионов натрия, мкг/дм ³
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений водородного показателя при температуре анализируемой среды (20 ± 5) °С, рН	$\pm 0,05$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ЭДС, мВ	± 1

5.7 Определение метрологических характеристик анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-О₂.

5.7.1 Определение погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода в диапазоне от 0 до 20000 мкг/дм³ проводят с применением стандартных образцов состава газовой смеси кислорода в азоте (ГСО-ПГС) и раствора с нулевым содержанием кислорода

5.7.1.1 Порядок проведения поверки

Средства измерений и вспомогательное оборудование подключают по схеме Приложения 4. Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении массовой концентрации растворенного кислорода проводят с применением ГСО-ПГС с аттестованными значениями объемной доли кислорода 5%, 20% и 35% и раствора с нулевым содержанием кислорода.

Действительные значения массовой концентрации растворенного кислорода рассчитывают с учетом парциального давления водяного пара, атмосферного давления и температуры согласно формуле (5)

$$C_{O_2} = C_{ТАБЛ} \cdot \frac{(P - P_B)}{(760 - P_B)} \cdot \frac{C_{ПГС}}{20,93} \quad (5)$$

где C_{O_2} – действительное значение массовой концентрации растворенного кислорода, мкг/дм³;
 $C_{ТАБЛ}$ – значение равновесной концентрации кислорода при насыщении дистиллированной воды атмосферным воздухом, мкг/дм³;

P – атмосферное давление, мм рт.ст.;

P_B – парциальное давление водяных паров, мм рт.ст.;

$C_{ПГС}$ – аттестованное значение объемной доли кислорода в стандартном образце газовой смеси, %;

20,93 – значение объемной доли кислорода в атмосферном воздухе, %.

5.7.1.2 Анализ ПГС и контрольного раствора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Измеренные значения массовой концентрации растворенного кислорода при поверке с применением ГСО-ПГС регистрируют с периодичностью 10 минут, начиная с 15-й минуты после подачи смеси, при поверке с применением раствора с нулевым содержанием кислорода – с периодичностью 10 минут, начиная с 4-го часа после погружения датчика в раствор.

5.7.2 Определение погрешности измерений

5.7.2.1 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации растворенного кислорода рассчитывают по формуле (4), где $C(i)$ – i -тый результат измерений массовой концентрации растворенного кислорода, мкг/дм^3 ,

$C_d(i)$ – действительное значение массовой концентрации растворенного кислорода, мкг/дм^3 .

5.7.2.2 Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода при температуре анализируемой среды $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, мкг/дм^3	$\pm(0,8 + 0,03 \cdot C)$, где C – измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода, мкг/дм^3

5.8 Определение метрологических характеристик анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-Н₂.

5.8.1 Определение метрологических характеристик при измерении массовой концентрации растворенного водорода в диапазоне от 0 до 2000 мкг/дм^3 проводят с применением стандартных образцов состава газовой смеси водорода в азоте (ГСО-ПГС) и воздуха и сравнивают результаты измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех ГСО-ПГС, содержание водорода в которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.8.1.2 Порядок проведения поверки

Средства измерений и вспомогательное оборудование подключают по схеме Приложения 4. Включают анализатор, дожидаются окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении массовой концентрации растворенного водорода проводят с применением ГСО-ПГС с аттестованными значениями объемной доли водорода 20%, 50% и 80% и воздуха (0% водорода).

Действительные значения массовой концентрации растворенного водорода рассчитывают с учетом парциального давления водяного пара, атмосферного давления и температуры согласно формуле (6)

$$C_{H_2} = C_{ТАБЛ} \times \frac{(P - P_B)}{(760 - P_B)} \times \frac{C_{ПГС}}{100} \quad (6)$$

где C_{H_2} – действительное значение массовой концентрации растворенного водорода, мкг/дм^3 ;
 $C_{ТАБЛ}$ – значение равновесной концентрации водорода при насыщении дистиллированной воды водородом, мкг/дм^3 ;

P – атмосферное давление, мм рт.ст.;

P_B – парциальное давление водяных паров, мм рт.ст.;

$C_{ПГС}$ – аттестованное значение объемной доли водорода в стандартном образце газовой смеси, %;

100% – значение объемной доли водорода, соответствующее насыщению дистиллированной воды до значений $C_{ТАБЛ}$, мкг/дм^3 .

5.8.1.2 Анализ проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Показания массовой концентрации растворенного водорода при поверке с применением ПГС фиксируют с периодичностью в 10 минут, начиная с 15-й минуты после подачи смеси, при поверке с применением воздуха – с периодичностью в 10 минут, начиная с 30-й минуты после подачи воздуха.

5.8.2 Определение погрешности измерений

5.8.2.1 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации растворенного водорода рассчитывают по формуле (4), где $C(i)$ – i -тый результат измерений массовой концентрации растворенного водорода, мкг/дм^3 , $C_d(i)$ – действительное значение массовой концентрации растворенного водорода, мкг/дм^3 .

5.8.2.2 Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 7.

Таблица 7

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного водорода при температуре анализируемой среды $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, мкг/дм^3	$\pm(0,8 + 0,03 \cdot C)$, где C – измеренное значение массовой концентрации растворенного водорода, мкг/дм^3

5.9 Определение метрологических характеристик анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-С.

5.9.1. Определение метрологических характеристик при измерении УЭП в диапазоне измерений от 0,001 до 300 мСм/см включ. и при измерении массовой доли вещества в диапазоне от 0 до 30 % проводят с применением контрольных растворов (Приложение 2, табл. 3-4). Результаты измерений сравнивают с действительными значениями. При поверке используют не менее трех контрольных растворов, значение которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.9.1.1 Порядок проведения поверки

Средства измерений и вспомогательное оборудование подключают по схеме Приложения 1. Включают анализатор, ожидают окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ при измерении УЭП проводят с применением растворов №№ 1-3, 7-9, при измерении массовой доли вещества - с применением растворов №№ 1-6 в порядке возрастания массовой доли.

Растворы подают с расходом от 10 до 30 $\text{дм}^3/\text{ч}$, перед подачей первого раствора и после завершения испытаний по последнему раствору гидравлический тракт промывают дистиллированной водой.

Действительные значения массовой доли калия хлористого в контрольных растворах приведены в таблице 3-4 Приложения 2, соответствующие им действительные значения УЭП определяют по эталонному кондуктометру.

5.9.1.2 Анализ контрольных растворов выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Измеренные значения УЭП, массовой доли вещества и УЭП эталонного кондуктометра регистрируют с периодичностью 10 минут после стабилизации заданной температуры раствора и показаний температуры анализатора.

5.9.2 Определение метрологических характеристик при измерении УЭП в диапазоне измерений св. 300 до 2000 мСм/см проводят с помощью магазина сопротивлений и сравнивают результаты измерений с действительными значениями.

5.9.2.1 Порядок проведения поверки

Средства измерений и вспомогательное оборудование подключают по схеме Приложения 6. Включают анализатор, ожидают окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении УЭП проводят при номиналах имитирующего сопротивления 4 и 2 Ом.

Измеренные анализатором значения УЭП регистрируют с периодичностью 1 минута после подключения имитирующего сопротивления.

5.9.3 Определение погрешности измерений

5.9.3.1 Значения основной абсолютной погрешности анализатора при измерении УЭП в диапазоне от 0,001 до 0,2 мСм/см включ. рассчитывают по формуле (1), где $K_{25}(i)$ – i -тый результат измерений УЭП при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)$ °С, мСм/см;

$K_d(i)$ – i -тый результат измерений эталонного кондуктометра при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)$ °С, мСм/см.

5.9.3.2 Значения основной относительной погрешности анализатора при измерении УЭП в диапазоне св. 0,2 до 300 мСм/см включ. рассчитывают по формуле (7)

$$\delta K(i) = |100 \times (K_d(i)/K_{25}(i) - 1)|, \quad (7)$$

5.9.3.3 Значения основной относительной погрешности анализатора при измерении УЭП в диапазоне св. 300 мСм/см до 2000 мСм/см рассчитывают по формуле (8)

$$\delta K(i) = |100 \times (K(i) \times R/A - 1)|, \quad (8)$$

где $K(i)$ – i -тый результат измерений УЭП, мСм/см;

R – значение имитирующего сопротивления, кОм;

A – значение кондуктометрической константы датчика, 1/см.

5.9.3.4 Значения основной абсолютной погрешности анализатора при измерении массовой доли вещества в диапазоне от 0 до 0,2 % включ. рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений массовой доли вещества при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)$ °С, %;

$C_d(i)$ – действительное значение массовой доли вещества, %.

5.9.3.5 Значения основной относительной погрешности анализатора при измерении массовой доли вещества в диапазоне св. 0,2 до 30 % рассчитывают по формуле (9),

$$\delta = \frac{|C_d - C(i)|}{C_{d(i)}} 100, \quad (9)$$

где $C_{d(i)}$ – действительное значение массовой доли вещества в контрольных растворах, %.

$C(i)$ – i -тый результат измерений массовой доли вещества при температуре анализируемой среды $(25,0 \pm 0,2)$ °С, %;

5.9.3.6 Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 8.

Таблица 8

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений массовой доли вещества, %, в диапазоне от 0 до 0,2 % включ.	$\pm 0,008$
Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений массовой доли вещества, %, в диапазоне св. 0,2 до 30 %	± 4
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений удельной электропроводности, мСм/см, в диапазоне от 0,002 до 0,2 мСм/см включ.	$\pm 0,002$
Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений удельной электропроводности, %, в диапазоне св. 0,2 до 2000 мСм/см	± 1

5.10 Определение метрологических характеристик анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-АПК.

5.10.1 Определение метрологических характеристик при измерении водородного показателя, приведенного к 25 °С (рН25), в диапазоне от 5,5 до 8,5 рН в режиме без подщелачивания и рН25 в диапазоне от 7,0 до 11,0 рН и массовой концентрации аммиака в диапазоне от 0 до 2000 мкг/дм³ в режиме с подщелачиванием проводят с применением контрольных растворов (Приложение 8). Результаты измерений сравнивают с действительными значениями. При поверке используют два контрольных раствора в режиме без подщелачивания и не менее трех контрольных растворов в режиме с подщелачиванием, значение которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.10.2 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, ожидают окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку при измерении рН25 в режиме без подщелачивания проводят с применением контрольных растворов № 7 и № 8, при измерении рН25 и массовой концентрации аммиака в режиме с подщелачиванием – с применением контрольных растворов №№ 10-15.

Действительные значения рН25 в режиме без подщелачивания и номинальные значения массовой концентрации контрольных растворов приведены в Приложении 8.

Действительные значения рН25 и массовой концентрации аммиака измеряемой среды (контрольных растворов после дозирования) в режиме с подщелачиванием рассчитывают по формулам (10)-(11)

$$pH_{Д_i} = -\lg \frac{2,72 \cdot 10^{-9}}{K25_i}, \quad (10)$$

$$C_{Д_i} = 62,6 \times K25_i + 13,1 \times K25_i^2 \quad (11)$$

где $pH_{Д_i}$ – i -тое действительное значение водородного показателя, приведенное к 25 °С, рН;
 $K25_i$ – i -тый результат измерений эталонного кондуктометра, приведенный к 25°С, мкСм/см;
 $C_{Д_i}$ – i -тое действительное значение массовой концентрации аммиака, мкг/дм³.

Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Показания регистрируют с периодичностью 10 минут после подачи раствора, начиная с 20-й минуты. При поверке анализатора в режиме без подщелачивания регистрируют результаты измерений рН25, при поверке в режиме с подщелачиванием фиксируют результаты измерений рН25, мас-

совой концентрации аммиака и удельной электропроводности по эталонному кондуктометру, приведенной к 25 °С.

5.10.3 Определение погрешности измерений

5.10.3.1 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении рН25 в режиме без подщелачивания рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений водородного показателя, приведенный к 25 °С, рН;

$Cд(i)$ – действительное значение водородного показателя, приведенное к 25 °С, рН.

5.10.3.2 Значения абсолютной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации аммиака в диапазоне от 0 до 200 мкг/дм³ включ. рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений массовой концентрации аммиака, мкг/дм³,

$Cд(i)$ – действительное значение массовой концентрации аммиака, мкг/дм³.

5.10.3.3 Значения относительной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации аммиака в диапазоне св. 200 до 2000 мкг/дм³ рассчитывают по формуле (8),

где $K25(i)$ – i -тый результат измерений массовой концентрации аммиака, мкг/дм³,

$Kд(i)$ – действительное значение массовой концентрации аммиака, мкг/дм³.

5.10.3.4 Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 9.

Таблица 9

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений водородного показателя, приведенного к 25 °С, рН	± 0,05
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации аммиака в диапазоне от 0 до 200 мкг/дм ³ включ. , мкг/дм ³	± 10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации аммиака в диапазоне св. 200 до 2000 мкг/дм ³ , %	±5

5.11 Определение метрологических характеристик анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-dН.

5.11.1 Определение метрологических характеристик при измерении общей жесткости в диапазоне от 0 до 10000 мкг-экв/дм³ проводят с применением контрольных растворов (Приложение 2, табл. 3-5) и сравнивают результаты измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех контрольных растворов, общая жесткость которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

5.11.2 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, ожидают окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку анализатора с гидроблоком ЛИДЕР-dН-B проводят с применением контрольных растворов № 1-17, анализатора с гидроблоком ЛИДЕР-dН-A - с применением контрольных растворов № 1-14 в порядке возрастания общей жесткости.

Значения общей жесткости контрольных растворов приведены в таблицах 3-1 – 3-5 Приложения 2.

Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора. Число измерений (n) не менее 5.

5.11.3 Определение погрешности измерений

5.11.3.1 Значения абсолютной погрешности измерений общей жесткости в диапазоне от 0 до 1 мкг-экв/дм³ рассчитывают по формуле (4),

где $C(i)$ – i -тый результат измерений общей жесткости, мкг-экв/дм³;

$C_d(i)$ – значение общей жесткости контрольных растворов, мкг-экв/дм³.

5.11.3.2 Значения относительной погрешности измерений общей жесткости в диапазоне св. 1 до 10000 мкг-экв/дм³ рассчитывают по формуле (9),

где $C_d(i)$ – значение общей жесткости контрольных растворов, мкг-экв/дм³;

$C(i)$ – i -тый результат измерений общей жесткости, мкг-экв/дм³.

5.11.3.3 Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 10.

Таблица 10

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений общей жесткости в диапазоне от 0 до 1 мкг-экв/дм ³ включ., мкг-экв/дм ³	±0,1
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений общей жесткости, %, в диапазонах: - св. 1 до 5 мкг-экв/дм ³ включ. - св. 10 до 50 мкг-экв/дм ³ включ. - св. 100 до 500 мкг-экв/дм ³ включ. - св. 1000 до 5000 мкг-экв/дм ³ включ.	±10
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений общей жесткости, %, в диапазонах: - св. 5 до 10 мкг-экв/дм ³ включ. - св. 50 до 100 мкг-экв/дм ³ включ. - св. 500 до 1000 мкг-экв/дм ³ включ. - св. 5000 до 10000 мкг-экв/дм ³	±5

5.12 Определение абсолютной погрешности канала измерений температуры

5.12.1 Определение абсолютной погрешности канала измерений температуры проводится в жидкостных термостатах методом сравнения с эталонным термометром.

Погрешность определяют при пяти значениях температуры, лежащих внутри рабочего диапазона канала измерений температуры анализатора. Значение контрольных точек температуры определяются по формуле (12):

$$T_i = T_{\min} + \frac{T_{\max} - T_{\min}}{4} \cdot i, \quad (12)$$

где $i = \text{от } 0 \text{ до } 4$

5.12.2 Включают анализатор, ждут окончания загрузки программного обеспечения.

Зонд эталонного термометра и датчик температуры анализатора помещают в термостат. При использовании жидкостного термостата весь корпус датчика температуры анализатора погружают в термостат, за исключением разъема и кабеля.

5.12.3 В соответствии с эксплуатационной документацией на термостат устанавливают температурную точку.

5.12.4 После установления заданной температуры и установления теплового равновесия между эталонным термометром, датчиком температуры и термостатирующей средой (стабилизации показаний), снимают визуально не менее 3 показаний (в течение 5 минут) с дисплея прибора.

5.12.5 Обрабатывают полученные данные и рассчитывают абсолютную погрешность, согласно формуле (13)

$$\Delta = \pm(t_{\text{изм}} - t_3), \quad (13)$$

где Δ – значение абсолютной погрешности измерений температуры;
 $t_{\text{изм}}$ – измеренное среднее арифметическое значение температуры поверяемого датчика, °С;
 t_3 – среднее арифметическое значение показаний эталонного термометра, °С.

5.12.6 Выполняют операции по п. 5.12.3 - 5.12.5 для всех контрольных температурных точек.

5.12.7 Погрешность не должна превышать нормируемых значений пределов допускаемой абсолютной погрешности, приведенных в технической документации фирмы-изготовителя ($\pm 0,3^\circ\text{C}$).

5.12.8 Допускается проводить поверку в ограниченном диапазоне измерений, согласованном с пользователем, но лежащим внутри полного диапазона измерений. При этом делают соответствующую запись в паспорте и (или) в свидетельстве о поверке.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол (Приложение 9).

6.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержания свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России №1815 от 02.07.2015 г.).

6.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержания свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России №1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



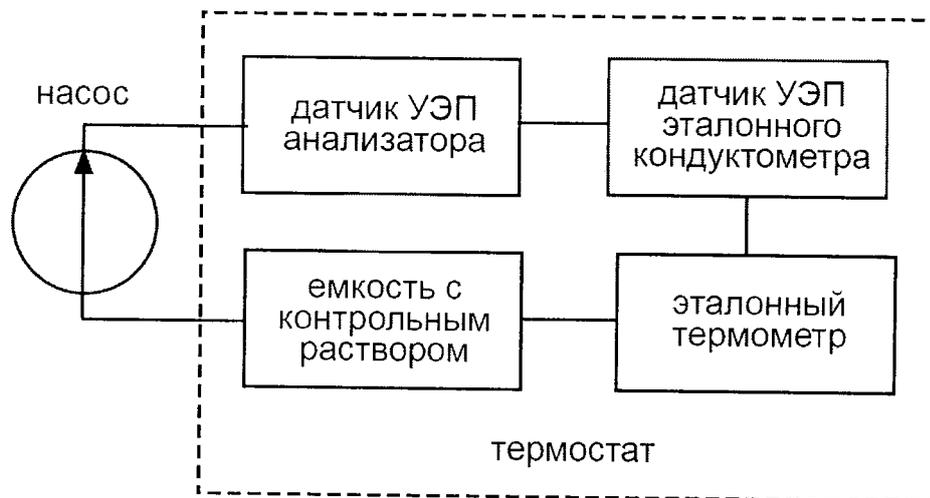
С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП «ВНИИМС», к.х.н.



О.Л. Рутенберг

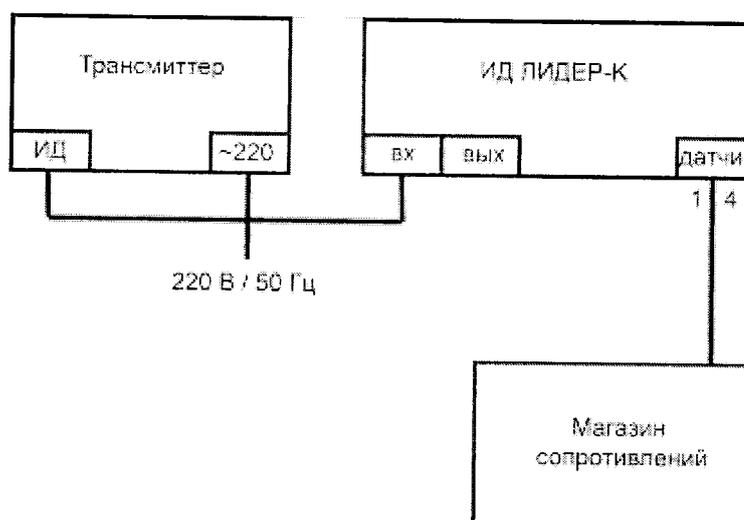
Схемы подключения оборудования для поверки анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-К



Состав гидравлической схемы:

- емкость объемом 1000 см³ или 2000 см³ с контрольным раствором;
- насос, обеспечивающий перекачивание раствора с расходом от 10 до 30 дм³/ч, не изменяющий его химический состав и температуру;
- датчик УЭП в комплекте эталонного кондуктометра типа КЛ-С-1;
- эталонный термометр (может быть установлен в емкость с раствором и входить в состав комплекта эталонного кондуктометра);
- термостат жидкостный КРИО-ВТ-06 или аналог.

Гидравлическая обвязка выполняется силиконовой, ПВХ или другой трубкой.



Состав испытательного оборудования:

- магазин сопротивлений типа Р4002 или аналог.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Методика приготовления контрольных растворов для поверки анализаторов ЛИДЕР с блоками ЛИДЕР-К, ЛИДЕР-На, ЛИДЕР-С и ЛИДЕР-dH

1 Для приготовления контрольных растворов применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания до 20 или до 200 г, погрешность взвешивания $\pm 0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 5200 г, погрешность взвешивания $\pm 0,3$ г, ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные 2-1000-1, 2-2000-1 по ГОСТ 1770-74;
- цилиндры градуированные 1-100-1 по ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-1-1-1, 1-1-1-10 по ГОСТ 29227-91;
- ГСО 4391-88 состава натрия хлористого, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли натрия хлористого от 99,900 до 100,000 %, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 0,030$ % при $P = 0,95\%$;
- ГСО 9969-2011 состава калия хлористого, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли калия хлористого от 99,500 до 100,000 %, абсолютная расширенная неопределенность $\pm 0,030$ % при $k = 2\%$;
- ГСО 7680-99 общей жесткости воды, аттестованное значение 100°Ж , относительная погрешность аттестованного значения $\pm 1,0$ % при $P=0,95$;
- шкаф сушильный лабораторный;
- мешалка магнитная с подогревом;
- стаканчик для взвешивания СН-60/14 по ГОСТ 25336-82;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- вода обессоленная с удельной электропроводностью при 25°C не более $1,5 \text{ мкСм/см}$, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм^3 , с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм^3 .

2 Общие указания

2.1 Перед приготовлением растворов реактив выдерживают в течение 3 часов в сушильном шкафу при температуре 105°C . Воду и химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить раствор, не менее 2 часов, посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, тщательно ополаскивают водой и высушивают.

2.2 Температура окружающего воздуха при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^\circ \text{C}$.

3 Приготовление контрольных растворов

3.1 Контрольные растворы для блока ЛИДЕР-К готовят в соответствии с таблицей 3-1 с применением дистиллированной воды и таблицей 3-2 с применением обессоленной воды, для блока ЛИДЕР-На – в соответствии с таблицей 3-3 с применением обессоленной воды, для блока ЛИДЕР-С – в соответствии с таблицей 3-4 с применением обессоленной воды, для блока ЛИДЕР-dH – в соответствии с таблицей 3-5 с применением обессоленной воды.

Растворы № 2-4 таблицы 3-1, растворы № 1-6 таблицы 3-2, растворы № 1, 2 таблицы 3-3, растворы № 1-6 таблицы 3-4, растворы № 1-2 таблицы 3-5 готовят согласно п.3.2.

Растворы № 5-8 таблицы 3-1, растворы № 3-7 таблицы 3-3, растворы № 7-9 таблицы 3-4, растворы № 3-17 таблицы 3-5 готовят согласно п.3.3.

Таблица 3-1

Индекс раствора	Диапазон УЭП, мкСм/см	Диапазон УЭС, кОм·см	Исходное вещество, раствор для разбавления	Навеска исходного вещества/ Объем раствора для разбавления	Объем готового раствора, см ³
1	1-5	200-1000	Вода дистиллированная	-	1000
2	20000-25000	-	ГСО 4391-88 состава натрия хлористого	(13,4±0,6) г	1000
3	10000-20000	-		(9,4±3,4) г	1000
4	2500-10000	0,1-0,4		(3,7±2,3) г	1000
5	2000-2500	-	Раствор 2	100 см ³	1000
6	1000-2000	-	Раствор 3	100 см ³	1000
7	250-1000	1-4	Раствор 4	100 см ³	1000
8	25-100	10-40	Раствор 4	10 см ³	1000

Таблица 3-2

Индекс раствора	Солесодержание, млн ⁻¹	Исходное вещество	Навеска исходного вещества, г	Навеска воды/ Объем воды для разбавления	Масса готового раствора, г
1	14000	ГСО 4391-88 состава натрия хлористого	14,00±0,01	(986±2) г	1000
2	8000		8,000±0,001	(992±2) г	1000
3	2000		2,000±0,001	1000 см ³	1000
4	1200		1,200±0,001	1000 см ³	1000
5	600		0,600±0,001	1000 см ³	1000
6	300		0,300±0,001	1000 см ³	1000

Таблица 3-3

Индекс раствора	Массовая концентрация ионов натрия, мкг/дм ³	Исходное вещество, раствор для разбавления	Навеска исходного вещества/ Объем раствора для разбавления	Объем готового раствора, см ³
1	69000000	ГСО 4391-88 состава натрия хлористого	(175,32±0,01) г	1000
2	11500000		(29,22±0,01) г	1000
3	1150000	Раствор 2	100 см ³	1000
4	115000	Раствор 2	10 см ³	1000
5	11500	Раствор 2	1 см ³	1000
6	1150	Раствор 5	100 см ³	1000
7	115	Раствор 5	10 см ³	1000

Таблица 3-4

Индекс раствора	Массовая доля вещества, %	Исходное вещество/раствор для разбавления	Навеска исходного вещества/Объем раствора для разбавления	Навеска воды/Объем воды для разбавления	Масса / Объем готового раствора
1	20,00	ГСО 9969-2011 состава калия хлористого	(400,0±0,1) г	(1600±5) г	2000 г
2	10,00		(200,0±0,1) г	(1800±5) г	2000 г
3	0,800		(16,00±0,01) г	(1984±5) г	2000 г
4	0,160		(3,200±0,001) г	2000 см ³	2000 г
5	0,100		(2,000±0,001) г	2000 см ³	2000 г
6	0,040		(0,800±0,001) г	2000 см ³	2000 г
7	0,008	Раствор 3	20 см ³	-	2000 см ³
8	0,005	Раствор 5	100 см ³	-	2000 см ³
9	0,001	Раствор 6	50 см ³	-	2000 см ³

Таблица 3-5

Индекс раствора	Общая жесткость, мкг-экв/дм ³	Исходное вещество/Раствор для разбавления	Объем исходного вещества, см ³ /Объем раствора для разбавления, см ³	Объем готового раствора, см ³
1	8000	ГСО 7680-99, 100 мг-экв/л	80	1000
2	4000		40	1000
3	5000	Раствор 1	625	1000
4	2000	Раствор 2	500	1000
5	1000	Раствор 2	250	1000
6	800	Раствор 2	200	1000
7	500	Раствор 2	125	1000
8	200	Раствор 2	50	1000
9	80	Раствор 8	400	1000
10	50	Раствор 8	200	1000
11	20	Раствор 8	100	1000
12	8,0	Раствор 8	40	1000
13	5,0	Раствор 8	25	1000
14	2,0	Раствор 8	10	1000
15	0,8	Раствор 8	4,0	1000
16	0,5	Раствор 8	2,5	1000
17	0,2	Раствор 8	1,0	1000

3.2 Приготовление исходных растворов из навески вещества.

Навеску, указанную в столбце «навеска исходного вещества», предварительно высушенного реактива, указанного в столбце «исходное вещество», переносят в мерную колбу вместимостью, которая указана в соответствующем столбце «объем готового раствора» или «вес готового раствора».

При приготовлении растворов по таблицам 3-2 и 3-4 отдельно производится навеска воды или ее объем в соответствии со столбцом «Навеска воды/объем воды для разбавления». Затем навеску/объем воды добавляют в колбу с навеской реактива, раствор тщательно перемешивают.

При разбавлении раствора сначала вливают в колбу с навеской реактива воду до ¼ объема колбы, раствор тщательно перемешивают, затем доводят объем раствора водой до метки.

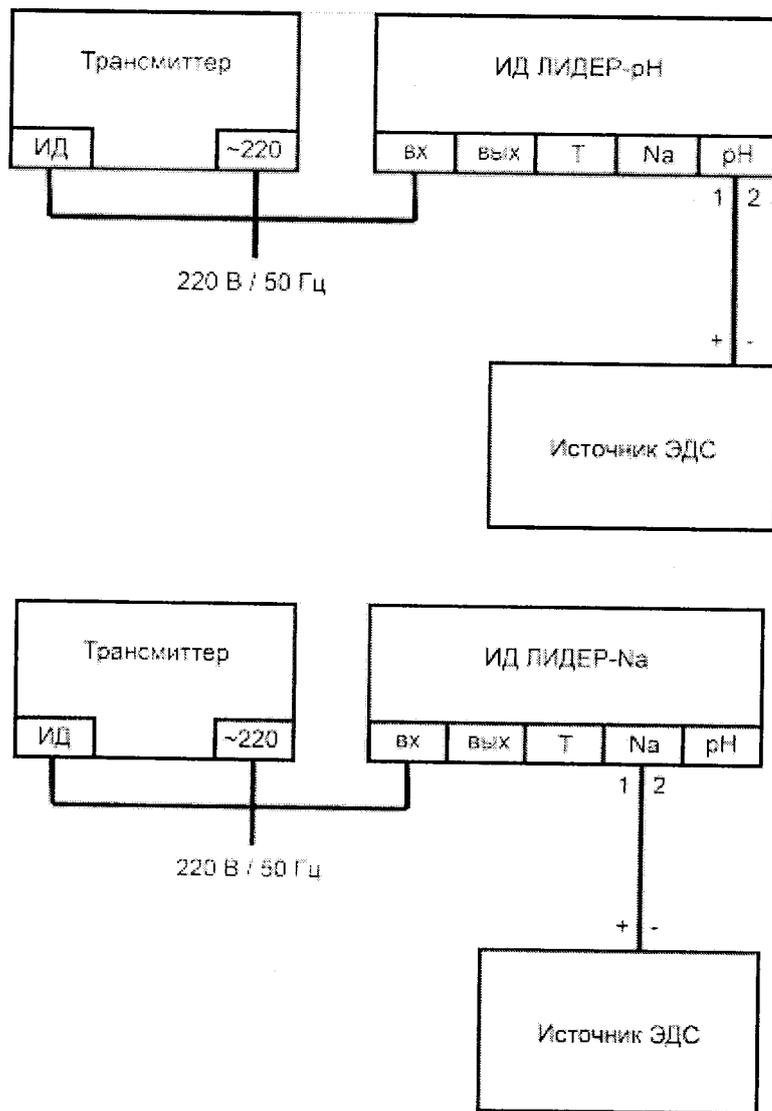
Раствор переносят в емкость из стекла или полиэтилена с герметичной крышкой.

3.3 Приготовление контрольных растворов методом разбавления.

Отбирают с помощью пипетки или в цилиндр соответствующей вместимости объем исходного раствора, указанного в столбце «исходное вещество/раствор для разбавления» (таблицы 3-1, 3-3 и 3-5), переносят в мерную колбу вместимостью, указанную в столбце «объем готового раствора», и доводят объем раствора до метки водой. Раствор тщательно перемешивают.

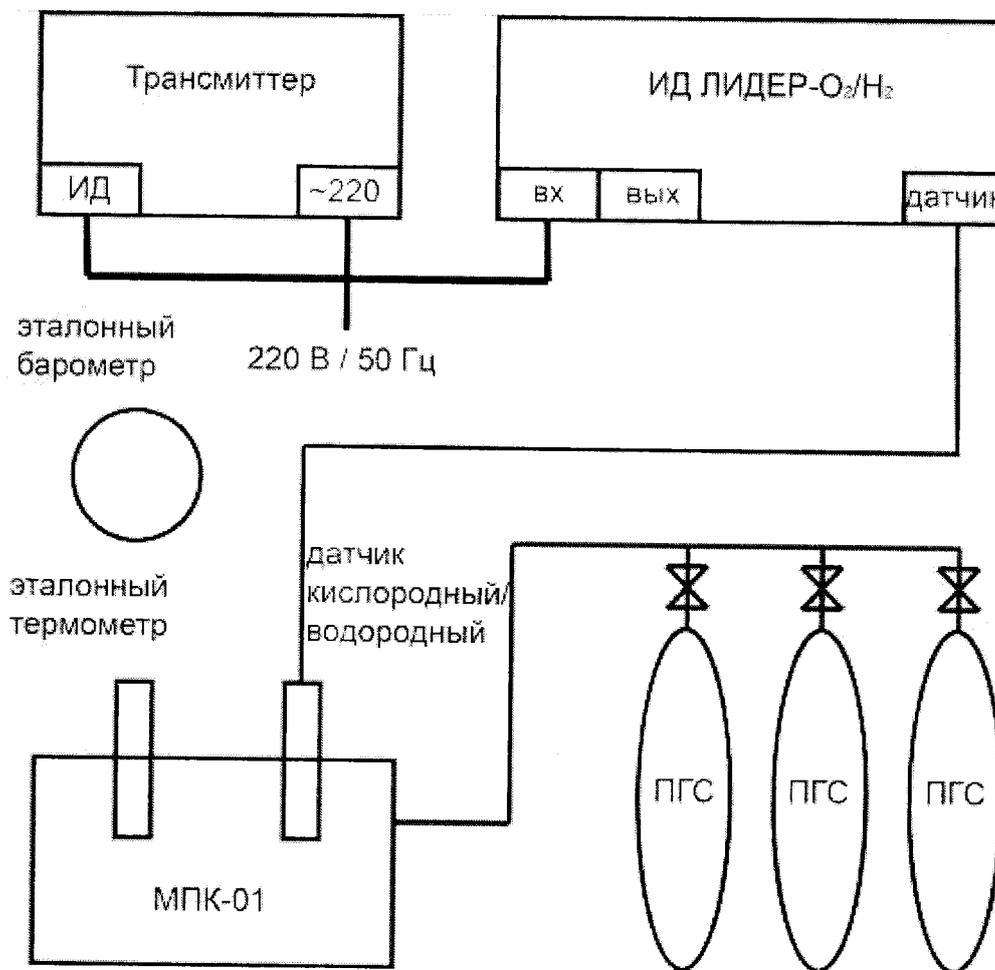
3.4 Срок хранения растворов №№ 1, 2 таблицы 3-4 – 6 месяцев, №№ 1, 2 таблиц 3-1, 3-2, 3-3 – 1 месяц, остальных растворов – 7 суток.

**Схемы подключения оборудования
для поверки анализатора ЛИДЕР с блоками ЛИДЕР-рН и ЛИДЕР-Na**



Состав вспомогательного оборудования и СИ:
- источник ЭДС типа В1-13 или аналог.

**Схема подключения оборудования
для поверки анализатора ЛИДЕР с блоками ЛИДЕР-О₂ и ЛИДЕР-Н₂**



Состав вспомогательного оборудования и СИ:

- МПК-01 – модуль для калибровки и поверки кислородо/водородомеров.
- ПГС – ГСО состава газовой смеси: О₂/N₂ (5%, 20%, 35%) для ЛИДЕР-О₂, Н₂/N₂ (20%, 50%, 80%) для ЛИДЕР-Н₂.
- термометр лабораторный электронный ЛТА/2-450НТ-450П или аналог.
- эталонный барометр типа ИВТМ-7М или аналог.

**Методика приготовления раствора с нулевым содержанием кислорода
для поверки анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-О₂**

1 Для приготовления контрольных растворов применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

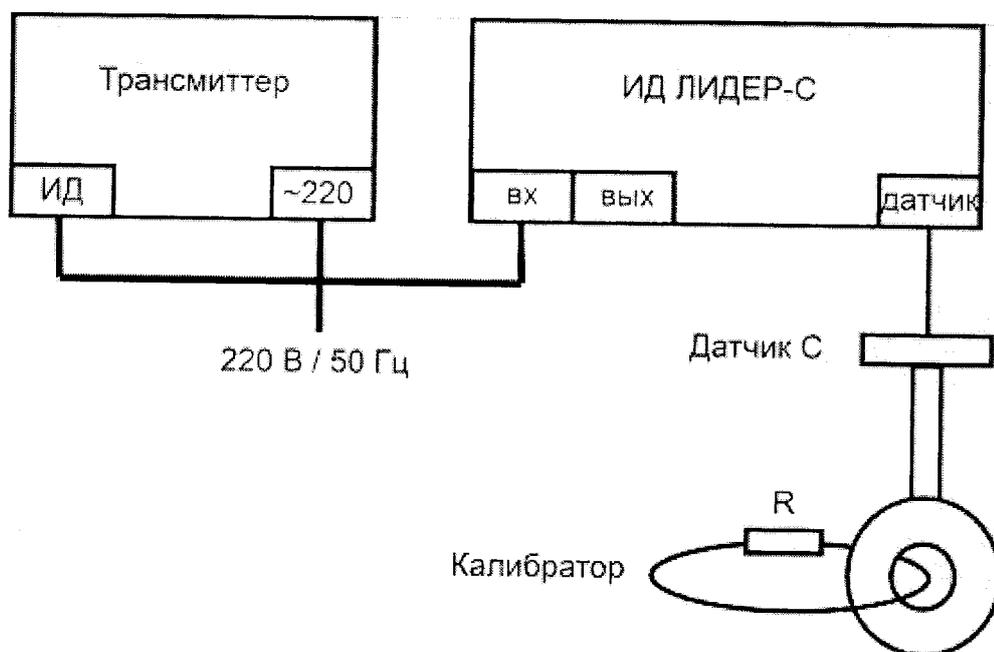
- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания до 20 или до 200 г, погрешность взвешивания $\pm 0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные 2-1000-1 по ГОСТ 1770-74;
- стаканчик для взвешивания СН-60/14 по ГОСТ 25336;
- натрий сернистокислый «ч.д.а.» по ГОСТ 195-77;
- кобальт хлористый 6-водный «ч» по ГОСТ 4525-77;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

2. Навеску (10 ± 1) мг кобальта хлористого переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, вливают в колбу примерно $\frac{1}{4}$ объема дистиллированной воды, тщательно перемешивают раствор.

Навеску (10 ± 1) г натрия сернистокислого переносят в колбу с раствором, тщательно перемешивают, затем доводят объем раствора водой до метки.

Раствор переносят в емкость из стекла или полиэтилена с герметичной крышкой. Срок хранения раствора в закрытом сосуде 24 часа.

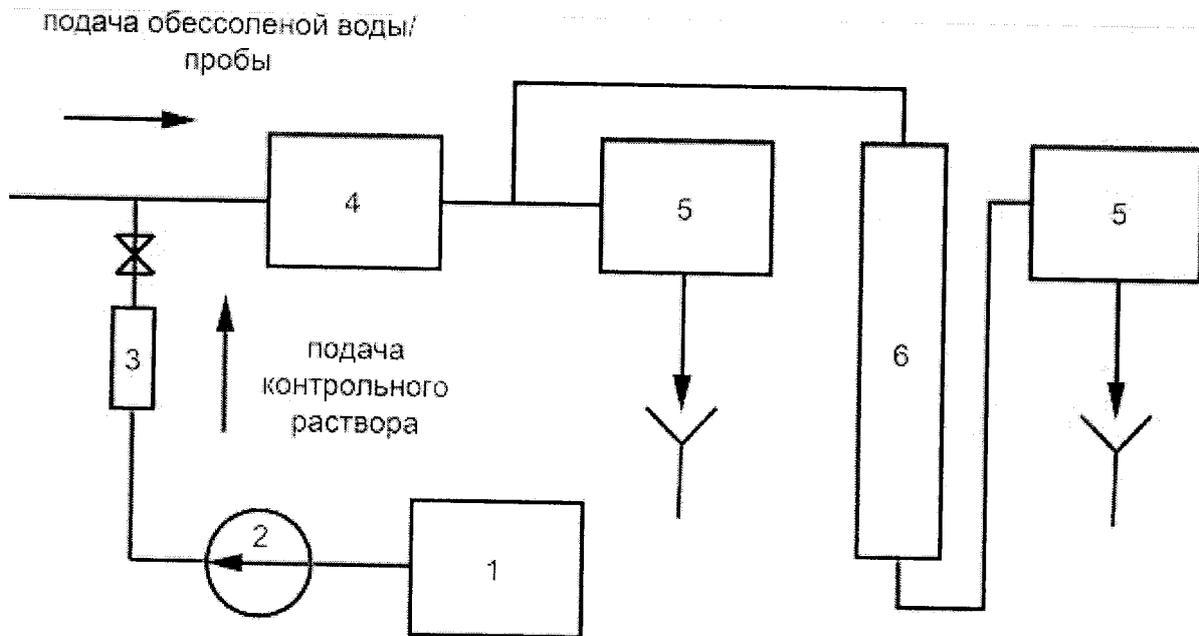
Схема подключения оборудования
для поверки анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-С



Состав вспомогательного оборудования и СИ:

R = магазин сопротивлений М630А, диапазон сопротивлений от 2 до 4 Ом, класс точности 0,1. Сопротивление соединительного провода не более 0,005 Ом.

**Схема подключения оборудования
для поверки анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-АПК**



Состав вспомогательного оборудования и СИ:

- 1 – емкость для контрольных растворов вместимостью 1000 см³;
- 2 – насос, обеспечивающий перекачивание раствора с расходом от 1 дм³/ч, не изменяющий его химический состав и температуру;
- 3 – ротаметр на диапазон от 0 до 20-25 см³/мин;
- 4 – датчики УЭП и температуры в комплекте эталонного кондуктометра типа КЛ-С-1;
- 5 – блоки датчиков ДК-5;
- 6 – Н-катионитовый фильтр.

Контрольные растворы подают с расходом от $(1,0 \pm 0,1)$ дм³/ч, обессоленную воду/пробу – с расходом (30 ± 5) дм³/ч.

Подаваемая в анализатор обессоленная вода/ проба должна иметь УЭП при 25 °С не более 0,5 мкСм/см.

Позиции 5 и 6 схемы входят в состав гидроблока поверяемого анализатора.

**Методика приготовления контрольных растворов
для поверки анализатора ЛИДЕР с блоком ЛИДЕР-АПК**

1 Для приготовления контрольных растворов применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания до 20 или до 200 г, погрешность взвешивания $\pm 0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные 2-1000-2, 2-200-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- цилиндры градуированные 1-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227-91;
- стаканчик для взвешивания СН-60/14 по ГОСТ 25336;
- натрий двууглекислый, стандарт-титр 0,1 моль/дм³ по ТУ 2642-001-33813273-97;
- кислота соляная, стандарт-титр 0,1 моль/дм³ по ТУ 2642-001-33813273-97;
- аммиак водный особой чистоты «ос.ч.23-5» ГОСТ 24147-80;
- вода обессоленная с удельной электропроводностью при 25 °С не более 0,5 мкСм/см, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм³, с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм³.

2. Общие указания

2.1 Обессоленную воду и химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить растворы, не менее 2 часов, посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, тщательно ополаскивают обессоленной водой и высушивают.

Обессоленную воду хранят в герметичных емкостях, обеспечивающих защиту от подкисления при контакте с воздухом.

2.2 Температура окружающего воздуха при приготовлении контрольных растворов (20±5) °С.

3. Приготовление исходных растворов.

3.1 Содержимое стандарт-титров натрия двууглекислого и кислоты соляной переносят в отдельные колбы вместимостью 1000 см³, вливают в колбу примерно ¼ объема обессоленной воды, тщательно перемешивают, затем доводят объем растворов обессоленной водой до метки.

Растворы переносят в емкость из стекла или полиэтилена с герметичной крышкой. Срок хранения растворов 1 месяц.

3.2 Отбирают с помощью пипетки 1 см³ аммиака водного 25%, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки водой. Раствор тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора 7 суток.

4. Приготовление контрольных растворов.

4.1 Отбирают с помощью пипетки или в цилиндр соответствующей вместимости объем исходного раствора, указанный в столбце «исходное вещество/ раствор для разбавления» (см. таблицу 4-1), переносят в мерную колбу вместимостью, указанной в столбце «объем готового раствора», и доводят объем раствора до метки водой. Раствор тщательно перемешивают.

Растворы № 4 и 5 готовят непосредственно в мерных цилиндрах, после чего смешивают их, переливая в колбу.

Таблица 4-1.

Индекс раствора	Концентрация вещества в растворе	Номинальное значение концентрации аммиака после дозирования / действительное значение водородного показателя, приведенного к 25 °С	Исходное вещество, раствор для разбавления	Навеска исходного вещества/ Объем раствора для разбавления	Объем готового раствора, см ³
1	0,1 моль/дм ³	-	натрий двууглекислый, стандарт-титр 0,1 моль/дм ³	1 шт	1000
2	0,1 моль/дм ³	-	кислота соляная, стандарт-титр 0,1 моль/дм ³	1 шт	1000
3	2500 мг/дм ³	-	аммиак водный особой чистоты «ос.ч.23-5» по ГОСТ 24147-80	1 см ³	100
4	0,04 моль/дм ³	-	Раствор 1	40 см ³	100
5	0,02 моль/дм ³	-	Раствор 2	20 см ³	100
6	0,01 моль/дм ³	-	Раствор 4 + Раствор 5	100 см ³ + 100 см ³	200
7	2,0·10 ⁻⁴ моль/дм ³	6,35 pH	Раствор 6	20 см ³	1000
8	1,0·10 ⁻⁴ моль/дм ³	8,34 pH	Раствор 1	1 см ³	1000
9	1000 мг/дм ³	-	Раствор 3	40 см ³	100
10	50000 мкг/дм ³	1667 мкг/дм ³	Раствор 9	50 см ³	1000
11	25000 мкг/дм ³	833 мкг/дм ³	Раствор 9	25 см ³	1000
12	10000 мкг/дм ³	333 мкг/дм ³	Раствор 9	10 см ³	1000
13	5000 мкг/дм ³	167 мкг/дм ³	Раствор 9	5 см ³	1000
14	2500 мкг/дм ³	83 мкг/дм ³	Раствор 10	50 см ³	1000
15	1250 мкг/дм ³	42 мкг/дм ³	Раствор 11	50 см ³	1000

ПРИЛОЖЕНИЕ 9
(рекомендуемое)

Протокол поверки

1 Наименование: _____

Зав. номер _____

Тип _____

Год выпуска _____

2 Производитель: _____

3 Принадлежит _____ ИНН _____

4 Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- атмосферное давление, кПа _____

- относительная влажность, % _____

5 Средства измерений, применяемые при поверке:

Таблица 1

Наименование СИ	Тип СИ	Заводской №	Диапазон измерений	Класс, разряд, погрешность	Дата очередной поверки

6 Наименование документа, в соответствии с которым проводится поверка: _____

7 Операции поверки:

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

7.2 Опробование

7.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

7.4 Определение метрологических характеристик

Результат определения погрешности анализатора заносится в таблицу 2.

Таблица 2

Номер и наименование контрольного раствора	Действительное значение определяемой величины	Результат измерений	Абсолютная погрешность	Относительная погрешность	Пределы допускаемой погрешности
1					
2					
3					

Погрешность измерений не превышает _____ в диапазоне от _____ до _____.

Вывод: _____

Подпись поверителя _____

Дата _____