

**УТВЕРЖДАЮ**

Первый заместитель  
генерального директора -  
заместитель по научной работе  
ФГУН «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов

2018 г.



**ИНСТРУКЦИЯ  
СТЕНД АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ АХК ВХР  
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ  
651-18-056 МП**

р.п. Менделеево  
2018 г.

## **СОДЕРЖАНИЕ**

1 Операции поверки	3
2 Средства поверки	3
3 Требования безопасности	5
4 Условия поверки	5
5 Подготовка к поверке	5
6 Проведение поверки	6
7 Оформление результатов поверки	10

## **Введение**

Настоящая методика распространяется на стенд автоматизированный АХК ВХР (далее по тексту – стенд), изготовленный ФГУП «ВНИИФТРИ», р.п. Менделеево, и устанавливает процедуру, методы и средства его первичной и периодических поверок.

Интервал между поверками – 18 месяцев.

## **1 Операции поверки**

1.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики
1 Внешний осмотр	6.1
2 Опробование	6.2
3 Определение погрешности воспроизведения (измерения) удельной электропроводности	6.3
4 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного кислорода	6.4
5 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного водорода	6.5
6 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации ионов натрия	6.6
7 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации нитрат-ионов	6.7
8 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации гидразина	6.8
9 Определение погрешности воспроизведения (измерения) водородного показателя pH	6.9
10 Определение погрешности воспроизведения (измерения) солесодержания (по NaCl)	6.10
11 Определение показателей качества деионизованной воды	6.11

1.2 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов, которые используются при эксплуатации по соответствующим пунктам настоящей методики поверки. Соответствующая запись должна быть сделана в эксплуатационных документах и свидетельстве о поверке на основании решения эксплуатирующей организации.

1.3 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции, поверка прекращается и стенд бракуется.

## **2 Средства поверки**

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, реактивы и оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование	Номер нормативного документа, стандартного образца
6.3	Эталонные растворы удельной электрической проводимости - Рабочие эталоны 1-го разряда.	Р 50.2.021-2002
	Измеритель комбинированный Mettler Toledo SevenMulti	ГОСТ 27987
	Термометр цифровой малогабаритный ТЦМ 1520 с термопреобразователем ПТСВ-2-1	ГОСТ Р 52931-2008
	Весы неавтоматического действия Cubis MSA-2203S-000-DE класса точности специальный	ГОСТ Р 53228-2008
6.4 6.5	Государственный первичный эталон единиц массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах ГЭТ 212-2014. Диапазон значений массовой концентрации кислорода 1–100000 мкг/дм <sup>3</sup> . Неисключенная систематическая погрешность не превышает (0,5 – 130) мкг/дм <sup>3</sup> .	-
6.6 6.7	Государственный первичный эталон показателей рХ активности ионов в водных растворах ГЭТ 171-2011. Неисключенная систематическая погрешность не превышает 0,0016.	-
	Посуда мерная лабораторная	ГОСТ 1770-74
	Вода 1-й степени чистоты	ГОСТ Р 52501-2005
6.8	Термометр цифровой малогабаритный ТЦМ 1520 с термопреобразователем ПТСВ-2-1	ГОСТ Р 52931-2008
	Весы неавтоматического действия Cubis MSA-2203S-000-DE класса точности специальный	ГОСТ Р 53228-2008
	Блок автоматического титрования БАТ 15.2 Пределы установки конечной точки титрования $\pm 20$ рХ. Основная относительная погрешность титрования в комплекте с рХ-метром (иономером) и бюреткой не более 1 %	ТУ 25.05.2262-77
	Гидразин сернокислый N <sub>2</sub> H <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (ч.д.а., 99,9%)	ГОСТ 5841-74
	Посуда мерная лабораторная	ГОСТ 1770-74, ГОСТ 29169-91, ГОСТ 25336-82
	Вода 1-й степени чистоты	ГОСТ Р 52501-2005

6.9	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов рабочих эталонов рН 1 разряда СТ-рН Предел допускаемой абсолютной погрешности при T=25 °C $\pm 0,004$ рН.	ТУ 2642-006-02567567-2010
	Измеритель комбинированный Mettler Toledo SevenMulti	ГОСТ 27987
	Термометр цифровой малогабаритный ТЦМ 1520 с термопреобразователем ПТСВ-2-1	ГОСТ Р 52931-2008
	Компаратор рН «КрН-01»	ГОСТ 8.120-14, ГОСТ 8.027-2001
6.10	Государственный первичный эталон показателей рХ активности ионов в водных растворах ГЭТ 171-2011. Неисключенная систематическая погрешность не превышает 0,0016.	-
	Измеритель комбинированный Mettler Toledo SevenMulti	ГОСТ 27987
	Термометр цифровой малогабаритный ТЦМ 1520 с термопреобразователем ПТСВ-2-1	ГОСТ Р 52931-2008
6.11	Измеритель комбинированный Mettler Toledo SevenMulti	ГОСТ 27987
	Термометр цифровой малогабаритный ТЦМ 1520 с термопреобразователем ПТСВ-2-1	ГОСТ Р 52931-2008

2.2 Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в РФ, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого стенда с требуемой точностью.

2.3 Применяемые средства поверки должны быть исправны, поверены и иметь действующие свидетельства о поверке.

### 3 Требования безопасности

3.1 Требования безопасности при поверке должны соответствовать требованиям, изложенным в настоящей методике поверки, руководстве по эксплуатации (РЭ) на стенд, а также в эксплуатационной документации на поверочное оборудование и средства измерений.

### 4 Условия поверки

4.1 Поверка стенда должна проводиться при следующих условиях:

температура окружающей среды, °C	от 18 до 25;
относительная влажность воздуха, %	от 20 до 70
атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7;

### 5 Подготовка к поверке

5.1 При подготовке к проведению поверки должны быть выполнены операции соответствии с руководством по эксплуатации (РЭ) стенда.

## 6 Проведение поверки

### 6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие стенда следующим требованиям:

- комплектность должна соответствовать требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений и неисправностей;
- надписи и обозначения должны быть четкими и соответствовать эксплуатационной документации.

### 6.2 Опробование

6.2.1 Опробование стенда заключается в его включении и запуске программного обеспечения.

6.2.2 Результаты опробования считаются удовлетворительными, если на дисплее не появляется сообщений об ошибках.

6.2.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

6.2.4 Определение номера версии программного обеспечения.

6.2.5 Результаты поверки считать положительными, если версия ПО АПС – 1.0.0 и выше.

6.3 Определение погрешности воспроизведения (измерения) удельной электропроводности

Для определения погрешности воспроизведения (измерения) удельной электропроводности (УЭП) необходимо выполнить следующие операции.

6.3.1 Подготовить стенд согласно руководству по эксплуатации. Получить поверочные растворы со значениями УЭП 0,5 мкСм/см, 100 мкСм/см и 200 мкСм/см согласно руководству по эксплуатации.

6.3.2 Отобрать полученный поверочный раствор. Провести по три измерения содержания УЭП в поверочном растворе и в рабочем эталоне 1 разряда с помощью компаратора.

6.3.3 Поправочный коэффициент рассчитать по формуле (1):

$$k_{Cj} = C_{\text{измрз } j} - C_{\text{рз}}, \quad (1)$$

где  $C_{\text{измрз } j}$  – измеренное значение УЭП в рабочем эталоне, мкСм/см;  $C_{\text{рз}}$  – значение УЭП рабочего эталона, мкСм/см.

6.3.4 Относительную погрешность воспроизведения (измерения) УЭП для каждого измерения рассчитать по формуле (2):

$$\delta_{Cj} = \frac{C_{\text{рз}} - C_{\text{изм } j} + k_{Cj}}{C_{\text{рз}}} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $C_{\text{изм } j}$  – измеренное значение УЭП в поверочном растворе, мкСм/см.

6.3.5 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности воспроизведения (измерения) удельной электропроводности в диапазоне измерений от 0,5 до 200 мкСм/см не превышают  $\left[ \frac{36}{(9,3 \cdot C_2 + 1)^2} + 1 \right] \%$  (где  $C_2$  – безразмерная величина, численно равная воспроизведенному (измеренному) значению удельной электропроводности).

6.4 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного кислорода

Для определения погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного кислорода в воде необходимо выполнить следующие операции.

6.4.1 Подготовить стенд к работе согласно руководству по эксплуатации. Получить поверочные растворы с заданными концентрациями кислорода 0,005 мг/дм<sup>3</sup>, 10 мг/дм<sup>3</sup> и 20 мг/дм<sup>3</sup> согласно руководству по эксплуатации.

6.4.2 Подготовить первичный эталон к работе согласно правилам содержания и применения первичного эталона. Провести измерения концентрации кислорода с помощью аппаратуры первичного эталона в точках соответствующих началу, середине и конца диапазона воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного кислорода стендом.

6.4.3 Рассчитать относительную погрешность по формуле (3):

$$\delta = \frac{C_{\text{изм}} - C_z}{C_z} \cdot 100\%, \quad (3)$$

где  $C_{\text{изм}}$  – измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;  $C_z$  – заданное значение массовой концентрации растворенного кислорода стендом в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

6.4.4 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного кислорода в воде в диапазоне измерений от 0,005 до 20 мг/дм<sup>3</sup> не превышают  $\left[ \frac{0,055}{C_1 - 0,001} + 1 \right] \%$  (где  $C_1$  – безразмерная величина, численно равная воспроизведенному (измеренному) значению массовой концентрации растворенного кислорода).

6.5 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного водорода

Для определения диапазона и погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного водорода необходимо выполнить следующие операции.

6.5.1 Подготовить стенд к работе согласно руководству по эксплуатации. Получить поверочные растворы с концентрациями 0,005 мг/дм<sup>3</sup>, 0,8 мг/дм<sup>3</sup> и 1,6 мг/дм<sup>3</sup> согласно руководству по эксплуатации.

6.5.2 Подготовить первичный эталон к работе согласно правилам содержания и применения первичного эталона. Провести по три измерения массовой концентрации растворенного водорода с помощью аппаратуры первичного эталона в точках соответствующих началу, середине и конца диапазона воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного водорода стендом. Рассчитать среднее значение показаний в каждом поверочном растворе.

6.5.3 Рассчитать абсолютную погрешность по формуле (4):

$$\Delta = C_{\text{изм}} - C_z, \quad (4)$$

где  $C_{\text{изм}}$  – измеренное значение массовой концентрации растворенного водорода в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;  $C_z$  – заданное значение массовой концентрации растворенного водорода стендом в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

6.5.4 Результаты поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации растворенного водорода в диапазоне измерений от 0,005 до 1,6 мг/дм<sup>3</sup> не превышают  $0,018 \cdot C$ , где  $C$  – воспроизведенное (измеренное) значение массовой концентрации растворенного водорода, мг/дм<sup>3</sup>.

6.6 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации ионов натрия

Для определения погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации ионов натрия в поверочном растворе необходимо выполнить следующие операции.

6.6.1 Подготовить стенд к работе согласно руководству по эксплуатации. Получить поверочные растворы с концентрациями 0,002 мг/дм<sup>3</sup>, 5 мг/дм<sup>3</sup> и 10 мг/дм<sup>3</sup> согласно руководству по эксплуатации.

6.6.2 Подготовить первичный эталон к работе согласно правилам содержания и применения первичного эталона. Провести измерения массовой концентрации ионов натрия с помощью аппаратуры первичного эталона в точках соответствующих началу, середине и концу диапазона воспроизведения (измерения) массовой концентрации ионов натрия стендом. Провести по 5 измерений в каждой точке и рассчитать среднее значение

показаний.

6.6.3 Рассчитать относительную погрешность по формуле (5):

$$\delta = \frac{C_{\text{изм}} - C_3}{C_3} \cdot 100\%, \quad (5)$$

где  $C_{\text{изм}}$  – измеренное значение массовой концентрации ионов натрия в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;  $C_3$  – заданное значение массовой концентрации ионов натрия стендом в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

6.6.4 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации ионов натрия в диапазоне измерений от 0,002 до 10 мг/дм<sup>3</sup> не превышают  $\left[ \frac{0,014}{(C_3 - 0,001)} + 2,2 \right] \%$  (где  $C_3$  – безразмерная величина, численно равная воспроизведенному (измеренному) значению массовой концентрации ионов натрия).

6.7 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации нитрат-ионов в воде

6.7.1 Подготовить стенд к работе согласно руководству по эксплуатации. Получить поверочные растворы с концентрациями 0,002 мг/дм<sup>3</sup>, 5 мг/дм<sup>3</sup> и 10 мг/дм<sup>3</sup> согласно руководству по эксплуатации.

6.7.2 Подготовить первичный эталон к работе согласно правилам содержания и применения первичного эталона. Провести измерения массовой концентрации нитрат-ионов с помощью аппаратуры первичного эталона в точках соответствующих началу, середине и концу диапазона воспроизведения (измерения) массовой концентрации нитрат-ионов стендом. Провести по 5 измерений в каждой точке и рассчитать среднее значение показаний.

6.7.3 Рассчитать относительную погрешность по формуле (6):

$$\delta = \frac{C_{\text{изм}} - C_3}{C_3} \cdot 100\%, \quad (6)$$

где  $C_{\text{изм}}$  – измеренное значение массовой концентрации нитрат-ионов в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;  $C_3$  – заданное значение массовой концентрации нитрат-ионов стендом в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>. Для определения погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации нитрат-ионов необходимо выполнить следующие операции.

6.7.4 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации нитрат-ионов в диапазоне измерений от 0,002 до 10 мг/дм<sup>3</sup> не превышают  $\left[ \frac{0,014}{(C_4 - 0,001)} + 2,2 \right] \%$  (где  $C_4$  – безразмерная величина, численно равная воспроизведенному (измеренному) значению массовой концентрации нитрат-ионов).

6.8 Определение погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации гидразина

Для определения погрешности воспроизведения (измерения) массовой концентрации гидразина в воде необходимо выполнить следующие операции.

6.8.1 Подготовить стенд к работе согласно руководству по эксплуатации. Получить поверочные растворы с концентрациями 0,01 мг/дм<sup>3</sup>, 0,5 мг/дм<sup>3</sup> и 1 мг/дм<sup>3</sup> согласно руководству по эксплуатации.

6.8.2 Отобрать полученный поверочный раствор. Провести по три измерения содержания гидразина в поверочном растворе и в растворе, приготовленном из гидразина сернокислого, согласно методике, приведенной в руководстве по эксплуатации на стенд, с помощью компаратора.

6.8.3 Поправочный коэффициент рассчитать по формуле (7):



$$k_{Cj} = C_{\text{измрз } j} - C_{\text{рз}}, \quad (7)$$

где  $C_{\text{измрз } j}$  – измеренное значение массовой концентрации гидразина в растворе, приготовленном из гидразина сернокислого, мг/дм<sup>3</sup>;  $C_{\text{рз}}$  – значение массовой концентрации гидразина в растворе, приготовленном из гидразина сернокислого, мг/дм<sup>3</sup>.

6.8.4 Абсолютную погрешность воспроизведения (измерения) массовой концентрации гидразина для каждого измерения рассчитать по формуле (8):

$$\delta_{Cj} = C_{\text{рз}} - C_{\text{изм } j} + k_{Cj}, \quad (8)$$

где  $C_{\text{изм } j}$  – измеренное значение массовой концентрации гидразина в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

6.8.5 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений массовой концентрации гидразина в диапазоне измерений от 0,01 до 1,0 мг/дм<sup>3</sup> не превышают  $0,017 \cdot C_5$  (где  $C_5$  – воспроизведенное (измеренное) значение массовой концентрации гидразина, мг/дм<sup>3</sup>).

6.9 Определение погрешности воспроизведения (измерения) водородного показателя рН

Для определения погрешности воспроизведения (измерения) водородного показателя рН в воде необходимо выполнить следующие операции.

6.9.1 Подготовить стенд к работе согласно руководству по эксплуатации. Получить поверочные растворы с рН=1,48, рН=6,86 и рН=12,43 согласно руководству по эксплуатации.

6.9.2 Отобрать полученный поверочный раствор. Провести по три измерения рН в поверочном растворе и в растворе, приготовленном из стандарт-титра, согласно методике, приведенной в руководстве по эксплуатации на стенд, с помощью компаратора.

6.9.3 Поправочный коэффициент рассчитать по формуле (9):

$$k_{\text{рН } j} = \text{рН}_{\text{измрз } j} - \text{рН}_{\text{рз}}, \quad (9)$$

где  $\text{рН}_{\text{измрз } j}$  – измеренное значение рН в растворе, приготовленном из стандарт-титра, ед. рН;  $\text{рН}_{\text{рз}}$  – значение рН в растворе, приготовленном из стандарт-титра, ед. рН.

6.9.4 Относительную погрешность воспроизведения (измерения) массовой концентрации гидразина для каждого измерения рассчитать по формуле (10):

$$\Delta = \text{рН}_{\text{рз}} - \text{рН}_{\text{изм } j} + k_{\text{рН } j}, \quad (10)$$

где  $\text{рН}_{\text{изм } j}$  – измеренное значение рН в поверочном растворе, ед. рН.

6.9.5 Результаты поверки считать положительными, если значения абсолютной погрешности измерений рН в диапазоне измерений от 1,48 до 12,43 ед. рН не превышает 0,02.

6.10 Определение погрешности воспроизведения (измерения) солесодержания (по NaCl)

Для определения погрешности воспроизведения (измерения) солесодержания в воде необходимо выполнить следующие операции.

6.10.1 Подготовить стенд к работе согласно руководству по эксплуатации. Получить поверочные растворы с концентрациями 0,2 мг/дм<sup>3</sup>, 50 мг/дм<sup>3</sup> и 100 мг/дм<sup>3</sup> согласно руководству по эксплуатации.

6.10.2 Подготовить первичный эталон к работе согласно правилам содержания и применения первичного эталона. Провести измерения солесодержания с помощью аппаратуры первичного эталона в точках соответствующих началу, середине и конца диапазона воспроизведения (измерения) солесодержания стендом.

6.10.3 Относительную погрешность воспроизведения (измерения) солесодержания для каждого измерения рассчитать по формуле (11):

$$\delta_{Cj} = \frac{C_{\text{изм } j} - C_{\text{зад}}}{C_{\text{изм } j}} \cdot 100, \quad (11)$$

где  $C_{\text{изм}}$  - измеренное значение солесодержания в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.  $C_{\text{зад}}$  - заданное значение солесодержания стендом в поверочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>

6.10.4 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности воспроизведения (измерения) солесодержания в диапазоне от 0,2 до 100 мг/дм<sup>3</sup> не превышают  $\left[ \frac{0,31}{(C_6 + 0,1)^2} + 1,5 \right] \%$  (где  $C_6$  – безразмерная величина, численно равная воспроизведенному (измеренному) значению солесодержания (по NaCl)).

#### 6.11 Определение показателей качества деионизованной воды

Для определения показателей качества деионизованной воды необходимо выполнить следующие операции.

6.11.1 Подготовить стенд к работе согласно руководству по эксплуатации. Получить деионизованную воду согласно руководству по эксплуатации.

6.11.2 Отобрать пробу воды и провести измерения УЭП с помощью кондуктометра.

6.11.3 Результаты поверки считать положительными, если значения УЭП для деионизованной воды при 25 °С не превышают 0,1 мкСм/см.

### 7 Оформление результатов поверки

7.1 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленного образца в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.06.2015. При этом знак поверки в виде наклейки наносится на свидетельство о поверке.

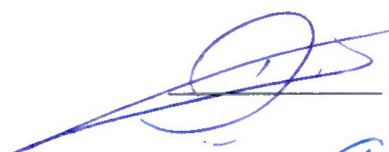
7.2 При отрицательных результатах поверки стенд к применению не допускается, свидетельство о поверке аннулируется и на него выдается извещение о непригодности к применению в соответствии с приказом Минпромторга России № 1815 от 02.06.2015 г.


7.3 Протокол записи результатов измерений при поверке допускается вести в произвольной форме.


Начальник НИО-6  
ФГУП «ВНИИФТРИ»

Зам. начальника лаборатории 680  
ФГУП «ВНИИФТРИ»

Начальник лаборатории 630  
ФГУП «ВНИИФТРИ»

 В. И. Добровольский

 А.А. Стахеев

 С.В. Прокунин