

**УТВЕРЖДАЮ**

**Заместитель директора  
по производственной метрологии  
ФГУП "ВНИИМС"**



**Н.В. Иванникова**

**2019 г.**

**Анализаторы жидкости**

**To Go CYM290, Liquiline To Go Ex CYM291,  
Liquiline Compact CM72, Liquiline Compact CM82**

**Методика поверки**

МП 205-11-2019

**Москва  
2019 г.**

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости Liquiline To Go CYM290, Liquiline To Go Ex CYM291, Liquiline Compact CM72, Liquiline Compact CM82 фирмы "Endress+Hauser Conducta GmbH+Co.KG", Германия, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта инструкции
1 Внешний осмотр	6.1
2 Опробование	6.2
3 Определение метрологических характеристик	6.3
- определение абсолютной погрешности измерений pH	ГОСТ Р 8.857-2013, п. 9.3
- определение приведенной и относительной погрешности измерений УЭП	ГОСТ Р 8.722-2010, эталонные растворы удельной электрической проводимости 2-го разряда, Приказ Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771
- определение абсолютной погрешности измерений ОВП	6.3.1
- определение приведенной и относительной погрешности измерений содержания растворенного кислорода	6.3.2
- определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации свободного хлора	6.3.3

При поверке анализаторов жидкости Liquiline To Go CYM290, Liquiline To Go Ex CYM291, Liquiline Compact CM72, Liquiline Compact CM82 имеющих несколько моделей и датчиков, входящих в комплект поставки, допускается проводить:

- первичную поверку анализаторов и датчиков, входящих в комплект поставки;
- периодическую поверку на основании письменного заявления владельца СИ тех анализаторов и датчиков, и в тех поддиапазонах измерений в которых поверяемый анализатор и датчики эксплуатируются.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют:

- буферные растворы – рабочие эталоны pH 2-го разряда по ГОСТ 8.120-2014 (готовят из стандарт-титров по ТУ 2642-001-42218836-96);
- буферные растворы - рабочие эталоны 2-го разряда (298,0 мВ, 605 мВ), приготавливаемые из стандарт-титров СТ-ОВП-01 (рег. № 61364-15);
- эталонные растворы удельной электрической проводимости 2-ого разряда (ГОСТ Р 8.722-2010) с относительной погрешностью не более  $\pm 1\%$ ;
- ГСО 10531-2014 состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1);
- калибратор многофункциональный и коммуникатор BEAMEX MC6 (-R) (рег. № 52489-13)
- гипохлорит натрия по ГОСТ 11086-76;
- колбы мерные 2-2000-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки с одной отметкой 1-2-10, 1- 2-20 по ГОСТ 29169-91;

- термометр ртутный стеклянный лабораторный типа ТЛ-4, класс 1, ТУ 25-2021.003-88;
- барометр-анероид БАММ-1, диапазон измерений от 80 до 160 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности  $\pm 0,2$  кПа;
- водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 0 до 100 °С, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды в пределах  $\pm 0,2$  °С;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- натрий сернистокислый, квалификация "ч.д.а." по ГОСТ 195-77;
- аргон, сорт высший по ГОСТ 10157-2016.

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

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы – действующие паспорта.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в технической документации на анализаторы.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- |                                       |                |
|---------------------------------------|----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 25    |
| - относительная влажность, %          | от 20 до 95    |
| - атмосферное давление, кПа           | от 85 до 106,7 |

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- 1) анализаторы подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации;
- 2) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией;
- 3) ГСО-ПГС в баллонах выдерживают в помещении, где проводят поверку, в течение 24 часов;
- 4) пригодность газовых смесей в баллонах под давлением и стандартных образцов состава растворов подтверждают паспортами на них;
- 5) посуду перед приготовлением растворов промывают хромовой смесью, дистиллированной водой и высушивают.
- 6) готовят контрольные растворы в соответствии с Приложением и соответствующими разделами настоящей методики.
- 7) для приготовления контрольных растворов используют свежeproкипяченную охлажденную дистиллированную воду или бидистиллированную воду по ГОСТ 4517-2016 (разд. 4.39). При необходимости воду подготавливают в соответствии с инструкцией по применению ГСО или стандарт-титров.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- четкость надписей на лицевой панели.

### 6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проверяют возможность задания режимных параметров анализатора в соответствии с инструкцией по его эксплуатации и прохождение процедуры диагностики состояния прибора.

### 6.3 Определение метрологических характеристик

Приведенную  $\delta_{np}$ , относительную  $\delta$  и абсолютную  $\Delta$  погрешности измерений массовой концентрации анализируемых веществ в контрольных растворах рассчитывают по следующим формулам

$$\delta_{np} = \frac{C - C_0}{C_n - C_в} \cdot 100, \quad (1)$$

или

$$\delta_{np} = \frac{C - C_0}{C_в} \cdot 100 \quad (2)$$

$$\delta = \frac{C - C_0}{C_0} \cdot 100 \quad (3)$$

$$\Delta = C - C_0, \quad (4)$$

где  $C, C_0$  – показание анализатора и действительное значение массовой концентрации, анализируемого вещества, соответственно, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_n, C_в$  – значения массовой концентрации анализируемого вещества, соответствующие началу и концу диапазона (поддиапазона измерений), мг/дм<sup>3</sup>.

Для анализаторов Liquiline Compact CM72, Liquiline Compact CM82, имеющих аналоговый выходной сигнал от 4 до 20 мА, показания регистрируют при помощи калибратора:

- значение массовой концентрации  $C$  рассчитывают по формуле (5)

$$C_{расч.} = \frac{I_{мА} - 4}{16} \cdot (C_n - C_в), \quad (5)$$

где  $I_{мА}$  – показания анализатора, регистрируемые при помощи калибратора, мА;

показания анализатора также могут отображаться на мобильном устройстве с установленным приложением Smart Blue в соответствии с руководством по эксплуатации.

(6) - значение pH, удельной электрической проводимости и ОВП рассчитывают по формуле

$$A_{расч.} = \frac{I_{МА} - 4}{16} \cdot (A_n - A_g), \quad (6)$$

где  $A_{расч.}$  – измеряемая величина (pH, мВ, См/м.)

### 6.3.1 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП

6.3.1.1 Абсолютную погрешность измерений ОВП определяют в 2-х точках диапазона измерений. Для измерений используют буферные растворы - рабочие эталоны 2-го разряда по ГОСТ 8.639-2014 с номинальным значением 298,0 мВ, 605 мВ. Буферные растворы готовят по инструкции, входящей в комплект документации на стандарт-титры ОВП.

Помещают чувствительную часть сенсора поочередно в буферные растворы, приготовленные на основе стандарт-титров. Перед каждым погружением сенсор промывают в дистиллированной воде и высушивают. Измерения повторяют не менее трех раз для каждого буферного раствора.

6.3.1.2 Рассчитывают значения абсолютной погрешности ( $\Delta Eh$ , мВ) по формуле

$$\Delta Eh = Eh_{изм.} - Eh,$$

где  $Eh_{изм.}$  – среднее арифметическое измеренных значений ОВП  $i$ -того буферного раствора, мВ;

$Eh$  – номинальное значение ОВП буферного раствора, мВ.

Полученные значения абсолютной погрешности не должны превышать  $\pm 5$  мВ.

### 6.3.2 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода.

6.3.2.1 Погрешность анализатора определяют сравнением измеренного значения массовой концентрации ( $\text{мг/дм}^3$ ) кислорода в поверочном растворе и её действительного значения.

6.3.2.2 Готовят раствор с "нулевым" содержанием кислорода барботированием аргона через дистиллированную воду в течение 30 минут или растворением 125 мг натрия сернистокислого в 1000 мл дистиллированной воды при температуре 20 °С, бутылку с приготовленным раствором закрывают пробкой и выдерживают не менее 1 часа.

6.3.2.3 Извлекают осторожно датчик из проточной камеры или другого внутреннего устройства анализатора, помещают его в раствор с нулевым содержанием кислорода и выдерживают 20 мин. Регистрируют показания. Сенсор оставляют в "нулевом" растворе до следующей операции поверки.

6.3.2.4 Проводят измерения массовой концентрации ( $\text{мг/дм}^3$ ) кислорода в поверочных растворах. Схема установки приведена в приложении 1.

Поверочные растворы приготавливают непосредственно перед измерениями, начиная с меньшей концентрации. Перечень ГСО-ПГС кислорода в азоте, используемых для приготовления поверочных растворов, приведен в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации кислорода, мг/дм <sup>3</sup>	Номинальное значение и допускаемое отклонение от номинального значения объемной доли кислорода в ГСО-ПГС, применяемых для приготовления поверочных растворов, %				ГСО
	"Нулевой" раствор	Раствор № 1	Раствор № 2	Раствор № 3	
0 – 20	раствор Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> или аргон	5,0 ± 0,25	20,0 ± 2,0	40,0 ± 2,0	ГСО 10531-2014 ГОСТ 10157-2016

Сосуд вместимостью не менее 1 л, заполненный дистиллированной водой, помещают в термостат с установленной температурой (20,0 ± 0,2) °С.

Электрохимический датчик погружают в сосуд с термостатированной дистиллированной водой, туда же помещают капиллярную трубку, соединенную с редуктором баллона с ГСО-ПГС. Открывают вентиль баллона с ГСО-ПГС при закрытом редукторе. Плавно открывая вентиль редуктора, подают ПГС при помощи капилляра к мембране датчика. Барботируют ГСО-ПГС не менее 30 мин. Насыщение раствора контролируют по стабилизации показаний анализатора в процессе измерений. Приготавливают не менее трех поверочных растворов с различным содержанием растворенного кислорода.

6.3.2.5 Действительное значение массовой концентрации кислорода ( $C_0$ ) в дистиллированной воде, насыщенной ГСО-ПГС при температуре  $t$  (°С), в (мг/дм<sup>3</sup>), рассчитывают по формуле

$$C_0 = S_t \cdot C_n \cdot \frac{P}{20,90 \cdot 760},$$

где  $S_t$  – массовая концентрация кислорода растворенного в дистиллированной воде, насыщенной атмосферным воздухом при температуре  $t$  (°С) и давлении 760 мм рт. ст., мг/дм<sup>3</sup>, (Приложение 2);

$C_n$  – объемная доля кислорода в соответствии с паспортом ГСО-ПГС, %;

$P$  – атмосферное давление, мм рт. ст.

6.3.2.6 Приведенную погрешность анализатора,  $\delta_{пр}$ , %, рассчитывают по формуле (1).

6.3.2.7 Относительную погрешность измерений анализатора,  $\delta$ , %, рассчитывают по формуле (3).

6.3.2.8 Анализаторы считаются выдержавшими поверку, если полученные значения приведенной и относительной погрешности не превышают ±3 % в диапазонах, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой приведенной погрешности, %: - датчики COS22D, COS22E, COS51D, COS51E, COS81D, COS81E	±3 в диапазоне измерений от 0,01 до 2 мг/дм <sup>3</sup>
Пределы допускаемой относительной погрешности, %: - датчики COS22D, COS22E, COS51D, COS51E, COS81D, COS81E	±3 в диапазоне измерений от 2 до 20 мг/дм <sup>3</sup>

6.3.3 Определение погрешности измерений массовой концентрации свободного хлора анализаторами жидкости Liquiline Compact CM72, Liquiline Compact CM82 с датчиками CCS51D, CCS142D

6.3.3.1 Приведенную и относительную погрешность измерений массовой концентрации свободного хлора определяют с использованием контрольных растворов гипохлорита натрия, приготовленных по методике, приведенной в Приложении 3, методом сравнения значения массовой концентрации контрольного раствора по показаниям анализатора и его действительного значения. Измерения выполняют не менее, чем в двух точках, соответствующих началу и концу поддиапазона измерений.

6.3.3.2 Проводят измерение массовой концентрации свободного хлора в контрольных растворах (Приложение 3) в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

В ёмкость с контрольным раствором погружают датчик. Измерения выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Приведенную и относительную погрешность рассчитывают по формулам (1) и (3).

Анализаторы считаются выдержавшими поверку, если полученные значения приведенной и относительной погрешности не превышают значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений содержания свободного хлора, %: - датчик CCS142D-A	$\pm 10$ в диапазоне от 0,02 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup>
- датчик CCS142D-G	$\pm 10$ в диапазоне от 0,05 до 0,5 мг/дм <sup>3</sup>
- датчик CCS51D 11 AD - датчик CCS51D 11 BF - датчик CCS51D 11 CJ	$\pm 10$ в диапазоне от 0 до 0,2 мг/дм <sup>3</sup>
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений содержания свободного хлора, % - датчик CCS142D-A	$\pm 10$ в диапазоне св. 0,2 до 5 мг/дм <sup>3</sup> включ.
- датчик CCS142D-G	$\pm 10$ в диапазоне св. 0,5 до 5 мг/дм <sup>3</sup> включ. $\pm 5$ в диапазоне св. 5 до 20 мг/дм <sup>3</sup> включ.
- датчик CCS51D 11 AD	$\pm 10$ в диапазоне св. 0,2 до 5 мг/дм <sup>3</sup> включ.
- датчик CCS51D 11 BF	$\pm 5$ в диапазоне св. 5 до 20 мг/дм <sup>3</sup> включ.
- датчик CCS51D 11 CJ	$\pm 5$ в диапазоне св. 5 до 200 мг/дм <sup>3</sup> включ.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 По результатам поверки оформляют протокол произвольной формы.

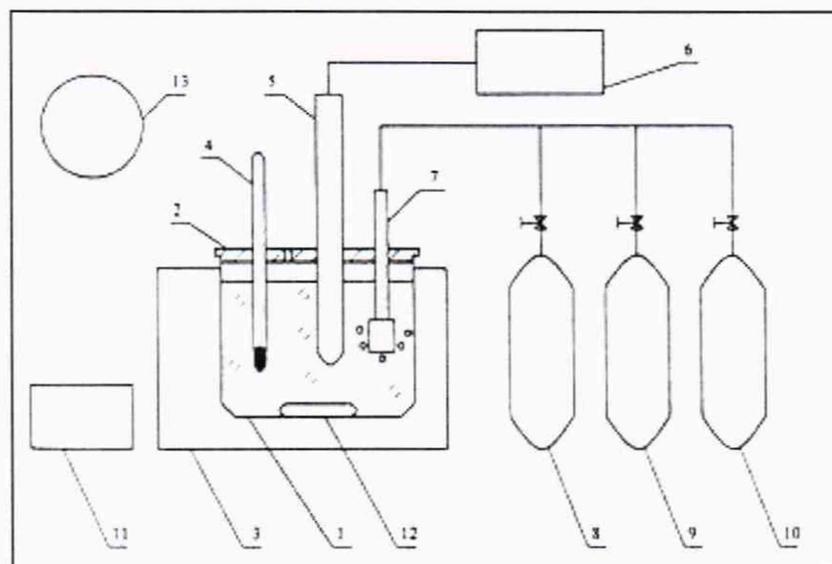
7.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в паспорте (при первичной поверке) и/или выдают свидетельство о поверке в соответствии с "Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке", утвержденном Приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

7.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с "Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке" (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС, к.х.н.



О.Л. Рутенберг



- 1 - стакан;
- 2 - крышка;
- 3 - термостат;
- 4 - термометр;
- 5 - первичный преобразователь поверяемого анализатора;
- 6 - измерительный преобразователь анализатора;
- 7 - барботер;
- 8, 9, 10 - баллоны с ГСО-ПГС;
- 11 - магнитная мешалка;
- 12 - стержень магнитной мешалки; 13 барометр.

Рисунок 1. Схема подключения анализатора к установке

## Приложение 2

Растворимость кислорода при насыщении воды атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении 101,325 кПа (760 мм рт.ст.) в зависимости от температуры, мг/дм<sup>3</sup>

Таблица 2.1

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

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

### 1 Приготовление контрольных растворов гипохлорита натрия

#### 1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- гипохлорит натрия по ГОСТ 11086-76;
- колбы мерные 2-2000-2, 2-250-2, 2-200-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74;
- пипетки с одной отметкой 1-2-10, 1-2-20 по ГОСТ 29169 -91;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29927-91;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- бюретка вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251-91;
- калий йодистый по ГОСТ 4232-74;
- кислота серная по ГОСТ 4234-77;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76;
- раствор стандарт-титра натрий серноватистокислый (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O) с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н) по ГОСТ 27068-86;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), стандарт-титр раствор концентрации С (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н) по ТУ6-09-2540-87;
- деионизированная вода.

#### 1.2 Приготовление раствора А гипохлорита натрия

Раствор А гипохлорита натрия готовят и анализируют в соответствии с 3.4.2. ГОСТ 11086-76 "Гипохлорит натрия. Технические условия".

10 см<sup>3</sup> раствора А переносят пипеткой в коническую колбу, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора иодида калия, перемешивают, добавляют 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, вновь перемешивают, закрывают колбу крышкой и помещают в темное место.

Через 5 мин титруют выделившийся йод раствором сернистокислового натрия до получения светло-желтой окраски, затем прибавляют 2-3 см<sup>3</sup> крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания раствора.

Массовую концентрацию свободного активного хлора в растворе А гипохлорита натрия ( $X_A$ , г/дм<sup>3</sup>) вычисляют по формуле

$$X_A = \frac{V_{cp} \cdot 0,003546 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10}, \quad (1-3)$$

где  $V_{cp}$  – среднее значение объемов раствора серноватистокислового натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованных на титрование, см<sup>3</sup>,  
0,003546 – масса свободного хлора, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислового натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.