

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**



СОГЛАСОВАНО

**И.о. генерального директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

А.Н. Пронин

М.п. «28» июля 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Зонды гидрологические OCEAN SEVEN

Методика поверки

МП 2450-0007-2021

**И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей**


_____ **М. В. Беднова**

**Инженер 1 кат. научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей**


_____ **Н. Б. Мкртычян**

**г. Санкт-Петербург
2021 г.**

Содержание

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки зонда	3
3. Требования к условиям поверки	4
4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку	4
5. Метрологические и технические требования к средствам поверки	4
6. Требования (условия) по обеспечении безопасности проведения поверки	5
7. Внешний осмотр зонда	5
8. Подготовка к поверке и опробование зонда	5
9. Проверка программного обеспечения.	5
10. Определение метрологических характеристик зонда	6
11. Подтверждение соответствия зонда метрологическим требованиям	6
12. Оформление результатов поверки	8
Приложение А	9
Приложение Б	10

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на зонды гидрологические модификаций 340Plus, 310, 316Plus, 320Plus (далее – зонды), состоящие из микропроцессорного блока и первичных преобразователей (датчиков).

При поверке зондов должна быть обеспечена прослеживаемость к следующим государственным первичным эталонам:

ГЭТ 132-2018 Государственный первичный эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей;

ГЭТ 34-2020 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3000 °С;

ГЭТ 23-2010 Государственный первичный эталон единицы давления в диапазоне от 0,02 до 10 МПа.

Реализация методики поверки производится непосредственным сличением поверяемого зонда с рабочим эталоном единицы температуры, рабочим эталоном единицы УЭП, рабочим эталоном единицы давления.

Допускается, в соответствии с заявлением владельца СИ, проведение поверки отдельных измерительных каналов зонда, на меньшем числе диапазонов измерений, установленных в описании типа СИ.

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2. Перечень операций поверки зонда

При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 7	Да	Да
2. Подготовка к поверке и опробование	п. 8	Да	Да
3. Проверка программного обеспечения	п. 9	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик	п. 10		
4.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры	п. 10.1	Да	Да
4.2 Определение абсолютной погрешности измерений УЭП	п. 10.2	Да	Да
4.3 Определение относительной погрешности измерений УЭП	п. 10.3	Да	Да
4.3 Определение приведенной погрешности канала измерений гидростатического давления	п. 10.4	Да	Да

При проведении поверки в полном объеме, если по одному из пунктов поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается. При проведении поверки отдельных измерительных каналов зонда, отдельный поддиапазонов дальнейшая проверка прекращается, если получен отрицательный результат по пп. 1-3 Таблицы 1.

3. Требования к условиям поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: 20±2;
- относительная влажность воздуха, не более, %: от 40 до 80;
- атмосферное давление, кПа: от 84 до 106,7;

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Специалисты, осуществляющие поверку зондов должны иметь документ о базовом образовании, либо документов о дополнительном образовании (повышении квалификации), подтверждающих право выполнять работы по поверке в соответствующей области измерений. Полномочия проводить поверку, подтверждаются соответствующей записью в документации службы качества аккредитованного лица, осуществляющего поверку.

К работе с СИ используемыми при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 Перечень средств поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки
Основные средства поверки	
10.1	Измеритель температуры многоканальный прецизионный серии МИТ 8 (рег. № 19736-11) с термометром сопротивления эталонным ЭТС-25 (рег. № 19484-09), пределы допускаемой абсолютной погрешности в диапазоне от -5 до +100 °С, ±0,004 °С
10.2, 10.3	Кондуктометрическая поверочная установка КПУ-1-0,06Э рабочий эталон 1 разряда единицы удельной электрической проводимости жидкостей, диапазон измерений УЭП жидкостей от 10 ⁻⁴ до 100 См/м, пределы допускаемой относительной погрешности измерений: ±0,1% Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Рег № 61806-15), пределы допускаемой абсолютной погрешности в диапазоне от -50 до 199,99 °С ±0,05 °С
10.4	Манометр грузопоршневой МП, модификации МП-600 (рег. № 52189-16), зав № 956 диапазон измерений избыточного давления от 0,2 до 60 МПа, приведенная (к поддиапазону) погрешность измерений в диапазоне от 0,2 до 6 МПа включ.: ± 0,005%, относительная погрешность измерений в диапазоне св. 6 до 60 МПа: ± 0,005%.
Вспомогательные средства поверки	
10	Термостат жидкостной «ТЕРМОТЕСТ-100» погрешность поддержания температуры ±0,1 °С в диапазоне температур от -30 до 90 °С;
10	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
10	Калий хлористый химически чистый
10	Термогигрометр ИВА-6, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне от 0 до + 60 °С ±0,3 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности в диапазоне от 0 до 98 % ± 2 %; в диапазоне св. 90 до 98 % ±3 %. Пределы абсолютной погрешности измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа ±2,5 гПа.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому зонду.

Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке и/или запись о положительных результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого зонда с требуемой точностью.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть. А также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

6.2 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности.

При работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности и ГОСТ 12.4.021-75 МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования.

При работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019 МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты и ГОСТ 12.2.007.0-75 МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

6.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

7 Внешний осмотр зонда

При проведении внешнего осмотра зонда проверяется соответствие следующим требованиям:

- соответствие внешнего зонда описанию типа зондов;
- наличия знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа зондов;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведение поверки и (или) на результат поверки зондов;
- устранение выявленных дефектов, до начала поверки зондов.

Зонд считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Зонды, не соответствующие указанным требованиям к поверке, не допускаются.

8 Подготовка к поверке и опробование зонда

8.1. Выдержать поверяемый зонд в помещении при температуре, соответствующей условиям поверки, не менее 8 ч. В случае, если поверяемый зонд находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 24 ч.

8.2. Подготовить средства поверки и поверяемый зонд к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией (далее – ЭД).

8.3. На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный зонд в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.4 При опробовании проверяется функционирование зонда согласно технической документации фирмы-изготовителя.

9 Проверка программного обеспечения.

При проведении поверки зонда выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) автономного программного обеспечения.

Автономное ПО устанавливается на ПК. Просмотр наименования автономного ПО и номер версии доступны в меню «Help» программы «Redas», вкладка «about Redas». Просмотр наименования встроенного ПО и номер версии пользователю недоступны.

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии автономного ПО совпадает с номером версии или имеет номер выше версии, указанной в описании типа зондов.

10 Определение метрологических характеристик зонда

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры.

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений температуры, полученных на зонде со значением температуры, измеренным с помощью измерителя температуры многоканального прецизионного МИТ-8 (далее – эталонным термометром).

Поместить эталонный термометр и зонд (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, установить последовательно температуру: 5°C, 20°C и 45°C; выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 1 минуту.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений УЭП

Определение погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных зондом со значениями, полученными на кондуктометрической поверочной установке. Измерения проводятся в термостате с установленной температурой 25°C, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. Контрольные растворы готовят в соответствии с приложением А к настоящей методике поверки. Контрольные растворы готовятся с номинальным значением УЭП: 0,01 См/м, 0,25 См/м, 0,4 См/м. В каждой точке проводить не менее трех измерений.

10.3 Определение относительной погрешности измерений УЭП

Определение погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных зондом со значениями, полученными на кондуктометрической поверочной установке. Измерения проводятся в термостате с установленной температурой 25°C, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. Контрольные растворы готовят в соответствии с приложением А к настоящей методике поверки. Контрольные растворы готовятся с номинальным значением УЭП: 1,0 См/м, 3 См/м, 6 См/м. В каждой точке проводить не менее трех измерений.

10.4 Определение приведенной погрешности измерений гидростатического давления

Для определения приведенной погрешности измерений гидростатического давления необходимо при помощи грузопоршневого манометра задать давление $P_{эт}$ в диапазоне значений от 0,2 до 10 МПа ступенями через 1,0 МПа. При каждом значении эталонного давления регистрировать значения давления $P_{изм}$, измеренные зондом.

После достижения верхнего предела измерений давление на рабочем эталоне начать постепенно снижать давление и сравнивать значения, полученные на зонде со значениями на рабочем эталоне (обратный ход).

11 Подтверждение соответствия зонда метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала температуры:

Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитать для каждого измеренного значения в каждой точке по формуле:

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт.}} \quad (1)$$

где $t_{\text{изм}}$ – температура, измеренная зондом, °С;

$t_{\text{эт}}$ – температура, измеренная эталонным термометром, °С.

11.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала УЭП.

Рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений УЭП, полученные при измерении поверяемым зондом и лабораторным кондуктометром для каждого раствора с номинальными значениями УЭП 0,15 См/м, 0,25 См/м, 0,4 См/м (для диапазона измерений от 0,1 до 0,5 См/м включ.), и с номинальными значениями УЭП: 1,0 См/м, 3 См/м, 6 См/м (для диапазона измерений св. 0,5 См/м)

Абсолютную погрешность измерений УЭП (от 0,005 до 0,5 включ. См/м) рассчитать для каждого значения УЭП, полученного при измерении поверяемым зондом каждого раствора по формуле:

$$\delta\chi = \chi_{\text{изм}} - \chi_0 \quad (2),$$

где $\chi_{\text{изм}}$ – значение УЭП, измеренное зондом, См/м;

χ_0 – значение УЭП, измеренное кондуктометрической поверочной установкой, См/м.

Относительную погрешность измерений УЭП (для диапазона измерений св. 0,5 См/м) рассчитать для каждого значения УЭП, полученного при измерении поверяемым зондом каждого раствора по формуле:

$$\delta\chi = \frac{\chi_{\text{изм}} - \chi_0}{\chi_0} \cdot 100\% \quad (3),$$

где $\chi_{\text{изм}}$ – значение УЭП, измеренное зондом, См/м;

χ_0 – значение УЭП, измеренное лабораторным кондуктометром, См/м.

11.3 Обработка результатов измерений, полученных при поверке канала гидростатического давления

Приведенную погрешность измерений гидростатического давления рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma_P = \frac{P_{\text{изм}} - P_{\text{эт.}}}{P_n} \cdot 100\% \quad (4) \quad \text{где}$$

$P_{\text{изм}}$ – значение давления, измеренное зондом, МПа;

$P_{\text{эт}}$ – значение давления, заданное грузопоршневым манометром, МПа;

P_n – верхний предел диапазона измерений, МПа;

11.4 Подтверждение соответствия зонда метрологическим требованиям, установленным при утверждении типа.

Соответствие поверяемого зонда метрологическим требованиям, установленным в описании типа устанавливается при выполнении всех (при поверке в полном объеме) или одного и более (при поверке не в полном объеме) условий :

- значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,01$ °С;
- значение абсолютной погрешности измерений УЭП в диапазоне измерений от 0,005 до 0,5 включ. См/м, не превышает $\pm 0,001$ См/м;
- значение относительной погрешности измерений УЭП в диапазоне измерений св. 0,5 См/м не превышает $\pm 0,2\%$;

- значение приведенной погрешности измерений гидростатического давления зонда не превышает значения $\pm 0,5\%$.

12 Оформление результатов поверки

12.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Б, в котором указывается о соответствии/несоответствии зонда предъявляемым требованиям.

12.2. Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии соответствующего запроса заказчика, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном результате поверке) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

12.3. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке (при его оформлении).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Методика приготовления растворов хлористого калия (УЭП)

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- весы электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ504 (рег. № 60903-15);
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74;
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15);
- термостат жидкостной ТW-2, диапазон задания температур: 20,0 до 70,0 °С, нестабильность поддержания температуры ±0,1 °С

Контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией готовят с помощью хлористого калия по ГОСТ 4234-77.

Для приготовления контрольных растворов хлористого калия расчетную навеску соли взвешивают в стакане вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой, перемешивают, затем помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Относительная погрешность приготовленных растворов не превышает ±0,5 %.

По таблице А.1 с помощью формулы А.1 определяют молярную концентрацию хлористого калия (C_N , моль/дм³) контрольного раствора.

$$C_N = \frac{\chi_2 - \chi}{\chi_2 - \chi_1} \cdot C_{N1} + \frac{\chi - \chi_1}{\chi_2 - \chi_1} \cdot C_{N2} \quad (\text{А.1}),$$

где C_{N1} , C_{N2} – концентрации хлористого калия из таблицы. А.1 ($C_{N2} > C_{N1}$), моль/дм³;
 χ_2 , χ_1 – соответствующие вышеуказанным концентрациям УЭП (таблица А1), См/м;
 χ – УЭП контрольного раствора, См/м.

Навеску калия (m), необходимую для приготовления раствора молярную концентрации (C_N), рассчитывают по формуле А.2

$$m = C_N \cdot M \cdot V \quad (\text{А.2}),$$

где C_N – молярная концентрация контрольного раствора, полученная по формуле А.1., моль/дм³;

M – молярная масса хлористого калия (74,55), г/моль;

V – объем контрольного раствора, дм³

Таблица А.1.

№ раствора	χ , См/м	C_M , г/см ³
1.	0,15	0,758535
2.	2,5	1,34421
3.	0,4	2,19826
4.	1	5,72742
5.	3	18,4452
6.	6	38,1906

Растворы следует хранить при нормальных условиях в герметически закрытой посуде из стекла. Срок годности не более трех месяцев с момента приготовления.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер (если имеется информация)	
Изготовитель (если имеется информация)	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на СО	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Результаты идентификации ПО _____
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

5. Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) _____

На основании результатов поверки внесена запись в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений № _____

выдано:

Свидетельство о поверке № _____ от _____

Извещение о непригодности № _____ от _____

Поверитель _____ от _____

ФИО

Подпись

Дата