

**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. «_____» октября 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Измерители многоканальные М100

Методика поверки

МП 2450-0012-2021

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 измерителя | 3 |
| 3. Требования к условиям поверки | 4 |
| 4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку | 4 |
| 5. Метрологические и технические требования к средствам поверки | 5 |
| 6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки | 5 |
| 7. Внешний осмотр измерителя | 6 |
| 8. Подготовка к поверке и опробование измерителя | 6 |
| 9. Проверка программного обеспечения. | 7 |
| 10. Определение метрологических характеристик измерителя | 7 |
| 11. Подтверждение соответствия измерителя метрологическим требованиям | 8 |
| 12. Оформление результатов поверки | 10 |
| Приложение А | 11 |
| Приложение Б | 12 |
| Приложение В | 13 |
| Приложение Г | 14 |
| Приложение Д | 15 |

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на измерители многоканальные М100 (далее – измерители), состоящие из микропроцессорного блока и первичных преобразователей (датчиков).

При поверке измерителей 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 ГПЭ единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С;

ГЭТ 54-2019 Государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах;

ГЭТ 212-2014. Государственный первичный эталон единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах;

ГЭТ 154-2019. Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах.

Реализация методики поверки производится следующими методами:

при поверке измерительных каналов рН, ОВП, растворенного кислорода, растворенного диоксида углерода – прямым изменением поверяемым измерителем величины, воспроизводимой буферными растворами (для рН и ОВП) и контрольными растворами (для растворенного кислорода и растворенного диоксида углерода);

при поверке измерительных каналов температуры и УЭП – непосредственным сличением поверяемого измерителя и рабочим эталоном единицы температуры и рабочим эталоном единицы УЭП.

Допускается в соответствии с заявлением владельца СИ проведение поверки отдельных измерительных каналов измерителя, 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 измерителя

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 измерительного канала температуры | п. 10.1 | Да | Да |
| 4.2 Определение относительной погрешности измерений УЭП | п. 10.2 | Да | Да |

| Наименование операции | Номер пункта методики поверки | Проведение операции при | |
|---|-------------------------------|-------------------------|-----------------------|
| | | Первичной поверке | Периодической поверке |
| 4.3 Определение абсолютной погрешности канала измерений рН | п. 10.3 | Да | Да |
| 4.4 Определение абсолютной погрешности канала измерений ОВП | п. 10.4 | Да | Да |
| 4.5 Определение приведенной (к диапазону) погрешности канала измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода | п. 10.5 | Да | Да |
| 4.6 Определение относительной погрешности канала измерений массовой концентрации растворенного в воде диоксида углерода | п. 10.6 | 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 измерителя, на меньшем числе диапазонов измерений, 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: 25±5;
- относительная влажность воздуха, %, не более: 95;
- атмосферное давление, кПа: от 86 до 107.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Специалисты, осуществляющие поверку измерителей должны иметь квалификацию, соответствующую требованиям критериев аккредитации, установленным приказом Минэкономразвития № 707 от 26 октября 2020 г. « Об утверждении критериев аккредитации и перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации».

К работе с СИ, используемыми при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электроизмерительными 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 | Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, диапазон измерений температуры от -50°C до $199,99^{\circ}\text{C}$, предел допускаемой абсолютной погрешности измерений $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$ |
| 10.2 | Кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс», диапазон измерений УЭП от $1 \cdot 10^{-4}$ до 150 См/м , пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,25\%$ |
| 10.3 | Стандарт-титры для приготовления буферных растворов -рабочих эталонов рН 2-го разряда СТ-рН, диапазон воспроизведений рН при температуре 25°C от 1,48 до 12,43, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$ |
| 10.4 | Контрольные растворы, воспроизводящие шкалу окислительных потенциалов р по ГОСТ 8.450-81, №№ растворов: 1,3,14 |
| 10.5 | ГСО 10651-2015, состава $\text{O}_2 + \text{N}_2$, номинальное значение молярной доли кислорода: 0,5 %; ГСО 10650-2015, состава $\text{O}_2 + \text{N}_2$, номинальные значения молярной доли кислорода: 5 %; 35 % |
| 10.6 | ГСО 10532-2014, состава $\text{CO}_2 + \text{N}_2$, Номинальные значения объемной доли диоксида углерода 95 % Генератор газовых смесей ГГС-03-03, диапазон молярной (объемной) доли от $1,0 \cdot 10^{-6}$ до 99 %, относительная погрешность $\pm 5\%$ (отн.) |
| Вспомогательные средства поверки | |
| 10 | Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ в диапазоне температур от 20°C до 70°C |
| 10 | Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 |
| 10 | Калий хлористый химически чистый по ГОСТ 4234-77 |
| 10 | Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293-74, объемная доля азота не менее 99,999 % |
| 10 | Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне от 0 до $+60^{\circ}\text{C}$ $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности в диапазоне от 0 до 98 % $\pm 2\%$; в диапазоне св. 90 до 98 % $\pm 3\%$. Пределы абсолютной погрешности измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа $\pm 2,5$ гПа. |

Допускается применение средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому анализатору.

Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральный информационном фонд по обеспечению единства измерений. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью. Стандартные образцы

указанные в таблице 2, должны иметь паспорт установленного образца. Запрещается использовать СО с истекшим сроком годности.

6 Требования (условия) по обеспечении 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. 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.

При работе со стандартными образцами состава газовых смесей в баллонах под давлением : в соответствии с приказом ФС по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 года N 536 Об утверждении федеральных норм и правил в области промышленной безопасности "Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением"

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 измерителя

При проведении внешнего осмотра измерителя проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида микропроцессорного блока и датчиков измерителя приведенным в описании типа;
- наличие знака утверждения типа в соответствии с описанием типа;
- надежность крепления датчиков к микропроцессорному блоку;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведение проверки и (или) на результат поверки измерителя;
- устранение выявленных дефектов до начала поверки измерителя.

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

8 Подготовка к поверке и опробование измерителя

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

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

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

8.5 Приготовить буферные растворы рН в соответствии с разделом «Подготовка к работе» паспорта на стандарт-титры, а также контрольные растворы удельной электрической проводимости и массовой концентрации растворенного кислорода и

растворенного диоксида углерода в соответствии с Приложениями А, Б и В настоящей методики поверки соответственно.

8.4 При опробовании проверяется функционирование составных частей измерителя согласно технической документации фирмы-изготовителя.

9 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии автономного ПО возможен при его запуске на экране ПК или ноутбука. Просмотр версии встроенного ПО доступен в меню «Info» пункта меню прибора «Model/Software Revision».

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

10 Определение метрологических характеристик измерителя

10.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры.

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений температуры, полученных на измерителе со значением температуры, измеренным лабораторным электронным термометром ЛТ-300 (далее – эталонным термометром).

Поместить эталонный термометр и измеритель (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, установить последовательно температуру: 5 °С, 25 °С и 45 °С; 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 относительной погрешности измерительного канала УЭП.

Определение погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных измерителем со значениями, полученными на кондуктометре лабораторном автоматизированном. Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой 25 °С, 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: 0,010 См/м, 12 См/м, 30 См/м. В каждой точке проводить не менее трех измерений.

10.3 Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН

Определение абсолютной погрешности измерений рН проводить путем сравнения значений рН буферных растворов, измеренные измерителем с действительными значениями рН буферных растворов. Проводят измерения для буферных растворов с действительными значениями рН 1,65, 6,86, 9,18 Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой 25°С, при выдержке буферного раствора в течение 30 минут.

В каждой точке проводят не менее трех измерений.

10.4 Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП

Определение абсолютной погрешности измерений ОВП проводить путем сравнения показаний измерителя в контрольных растворах №№ 1,3,14 согласно ГОСТ 8.450-81. Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой 25 °С, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут.

В каждой точке проводят не менее трех измерений.

10.5 Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода

Определение приведенной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольных растворах, приготовленных в соответствии с приложением Б к настоящей методике, с расчетными значениями массовой концентрации растворенного кислорода.

Измерения проводят для растворов с номинальным расчетным значением массовой концентрацией растворенного кислорода 0,2 мг/дм³, 2 мг/дм³, 14 мг/дм³. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

10.6 Определение относительной погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде диоксида углерода

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации измерителем значений массовой концентрации растворенного в воде диоксида углерода в контрольных растворах, приготовленных в соответствии с приложением Г к настоящей методике, с расчетными значениями массовой концентрации растворенного диоксида углерода.

Измерения проводят для растворов с номинальным значением расчетной массовой концентрацией растворенного диоксида углерода 0,03 мг/дм³, 0,3 мг/дм³, 12 мг/дм³. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

11 Подтверждение соответствия измерителя 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 $t(\text{изм})$ – значение температуры, измеренной измерителем, °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 измерителем и лабораторным кондуктометром для каждого раствора с номинальными значениями УЭП 0,010 См/м, 12 См/м, 30 См/м.

Относительную погрешность измерений УЭП рассчитать для каждого раствора с номинальными значениями УЭП: 0,010 См/м, 12 См/м, 30 См/м, по формуле:

$$\delta\chi = \frac{\chi_{\text{изм}} - \chi_0}{\chi_0} (-) \cdot 100\%, \quad (2)$$

где $\chi_{\text{изм}}$ – значение УЭП, измеренное измерителем, См/м;
 χ_0 – значение УЭП, измеренное лабораторным кондуктометром, См/м.

11.3 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала рН

Абсолютную погрешность измерений рассчитать для каждого измеренного значения рН поверяемым измерителем по формуле:

$$\Delta_{\text{рН}} = \text{рН}_{\text{изм}} - \text{рН}_{\text{эт.}}, \quad (3)$$

где $\text{рН}_{\text{изм}}$ - измеренное значение рН буферного раствора;

$pH_{эт}$ – аттестованное значение pH буферного раствора, приготовленного из соответствующего стандарт-титра.

11.4 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала pH

Абсолютную погрешность измерений ОВП рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta OBP = R_{изм} - R_{эт}, \quad (4)$$

где $R_{изм}$ – измеренное значение ОВП контрольного раствора, мВ;

$R_{эт}$ – значение ОВП контрольного раствора по ГОСТ 8.450-81 (с учетом температуры контрольного раствора), мВ.

11.5 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода.

Приведенную (к диапазону) погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать по формуле:

$$\gamma = \frac{C_1 - C_0}{C_d} \cdot 100 \%, \quad (5)$$

где C_1 – значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода, измеренное измерителем, мг/дм³;

C_0 – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольном растворе, мг/дм³;

C_d – значение верхнего предела диапазона измерений, мг/дм³.

11.6 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала массовой концентрации растворенного диоксида углерода.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде диоксида углерода рассчитать по формуле:

$$\delta C = \frac{C_{изм} - C_0}{C_0} \cdot 100\%, \quad (6)$$

Где $C_{изм}$ – значение массовой концентрации растворенного в воде диоксида углерода, измеренное измерителем, мг/дм³;

C_0 – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде диоксида углерода в контрольном растворе, мг/дм³.

11.7 Подтверждение соответствия измерителя метрологическим требованиям, установленным при утверждении типа.

Соответствие поверяемого измерителя метрологическим требованиям, указанным в описании типа, устанавливается при выполнении всех (при поверке в полном объеме) или одного и более (при поверке в сокращенном объеме) условий:

- значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,5$ °С;
- значение относительной погрешности измерений УЭП во всех диапазонах измерений не превышает ± 5 %;
- значение абсолютной погрешности измеренного измерителем значения pH не превышает $\pm 0,05$;
- значение абсолютной погрешности измеренного измерителем ОВП не превышает ± 5 мВ;
- значение приведенной (к диапазону) погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода измерителя не превышает значения ± 2 %;

- значение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде диоксида углерода измерителя не превышает значения $\pm 10\%$.

12 Оформление результатов поверки

12.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Д, в котором указывается о соответствии/несоответствии измерителя 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 контрольных растворов (УЭП) жидкостей

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018;
- – 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 ($C_{N1} > C_{N2}$), моль/дм³;
 χ_2, χ_1 – соответствующие вышеуказанным концентрациям УЭП (таблица А.1), 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/дм ³ |
|------------|---------------|---------------------------|
| 1. | 0,01469 | 0,074 |
| 2. | 11,17 | 74,50 |
| 3. | 30,15 | 191,7 |

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

**Методика приготовления контрольных растворов
массовой концентрацией растворенного в воде кислорода**

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО-ПГС состава (O₂+N₂) ГСО 10531-2014
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Рег № 61806-15)
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Рег № 46434-11)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74
- натрий сернистокислый по ГОСТ 195-77
- вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018;
- магнитная мешалка

С помощью ГСО-ПГС готовят контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного в воде кислорода. Требуемые ГСО-ПГС указаны в таблице Б.1.

Колбу вместимостью 250 см³ промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018.

При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с ПГС. Расход газовой смеси визуально устанавливают 2...10 пузырьков в секунду.

В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания.

Насыщение воды газовой смесью производят не менее 20 минут.

Расчетное значение концентрацией растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле А.1. Растворы были термостатированы при температуре 25 °С, после чего проводились измерения растворенного в воде кислорода.

Таблица Б.1.

| № | Номинальное значение объемной доли O ₂ в азоте, C _н , % | Погрешность аттестованного значения ПГС, %, Δ, не более | Массовая концентрация растворенного кислорода в растворе, С, мг/дм ³ * |
|---|---|--|---|
| 1 | 0,5 | 0,008 | 0,2 |
| 2 | 5,0 | 0,05 | 2 |
| 3 | 35 | 0,08 | 14 |

* – при давлении 766 мм рт.ст. (101,3кПа) и температуре раствора 25 °С

Расчетное значение концентрацией растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле А.1

$$C = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{X_0 \cdot P_{\text{н}}} \cdot A, \quad (\text{Б.1})$$

где P_{атм} – атмосферной давление, кПа;

P_н – нормальное давление, равное 101,3 кПа

X – значение объемной доли O₂ в ГСО-ПГС, %

X₀ – относительное объемное содержание кислорода в атмосфере, равное 20,94

%

A – растворимость (равновесная концентрация) кислорода (приложение В).

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Значения равновесных концентраций А кислорода при насыщении воды
атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении 101,325
кПа (760 мм рт.ст.) в зависимости от температуры, мг/дм³

| A \ t | 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 | 10,52 | 10,49 | 10,47 | 10,45 | 10,42 | 10,40 | 10,38 | 10,36 | 10,33 |
| 14,0 | 10,31 | 10,29 | 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 |

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(обязательное)

**Методика приготовления контрольных растворов
массовой концентрацией растворенного в воде диоксида углерода**

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО-ПГС состава (CO₂+N₂) ГСО 10532-2014;
- генератор газовых смесей ГГС-03-03, рег. № 46598-11;
- Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9298-74;
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Рег № 61806-15)
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Рег № 46434-11)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74
- вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018;
- магнитная мешалка

С помощью ГСО и генератора газовых смесей готовят контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного в воде диоксида углерода.

Колбу вместимостью 250 см³ промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018.

При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют к выходу генератора газовых смесей, к которому подсоединены баллоны с ГСО и чистым газом. В соответствии с эксплуатационной документацией на генератор газовых смесей последовательно получают газовые смеси с заданными значениями молярной доли диоксида углерода: 0,001%, 0,01%, 0,4%. Расход газовой смеси визуальным образом устанавливают 2...10 пузырьков в секунду.

В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания.

Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 20 минут.

Расчетное значение концентрации растворенного диоксида углерода в растворе рассчитывается по формуле Д.1. Растворы были термостатированы при температуре 25 °С, после чего проводились измерения растворенного в воде диоксида углерода.

Проверка нуля осуществляется с помощью инертного газа азота. Для чего необходимо подать азот из баллона с азотом на вход датчика. Подавать азот на вход датчика до установления нулевых показаний измерителя. Типовое время установления нулевых показаний измерителя составляет 10-20 минут.

Расчетное значение концентрации растворенного диоксида углерода в растворе рассчитывается по формуле Г.1

$$C = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{X_0 \cdot P_{\text{н}}} \cdot A, \quad (\text{Г.1})$$

где $P_{\text{атм}}$ – атмосферное давление, кПа;

$P_{\text{н}}$ – нормальное давление, равное 101,3 кПа

X – значение объемной доли CO₂ в газовой смеси, полученной при помощи генератора, %;

X_0 – относительное объемное содержание диоксида углерода в атмосфере, равное 0,03 %

A – растворимость диоксида углерода ($A = 0,879$).

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