

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

СОГЛАСОВАНО



Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Н. Пронин

м.п. «02» марта 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Станции автономные измерительные

Методика поверки

МП 254-0144-2022

И.о. руководителя научно-исследовательского
отдела госэталонов в области
аэрогидрофизических параметров
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А.Ю. Левин

И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
Физико-химических свойств жидкостей
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
М.В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2022 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на станции автономные измерительные (далее – станции) предназначенные для измерений скорости водного потока, температуры воды, удельной электропроводности (далее – УЭП), гидростатического давления, массовой концентрации растворенного в воде кислорода, окислительно-восстановительного потенциала (далее – ОВП) и рН.

Методикой поверки должна обеспечиваться прослеживаемость станций к Государственному первичному эталону единицы температуры-кельвина в диапазоне от 0,3 К до 273,16 К (ГЭТ 35-2021) и Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С (ГЭТ 34-2020), Государственному первичному эталону единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м (ГЭТ 132-2018), Государственному первичному эталону единицы давления-паскаля (ГЭТ 23-2010), Государственному первичному специальному эталону единицы скорости водного потока (ГЭТ 137-83), Государственному первичному эталону единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых средах, Государственному первичному эталону показателя рН активности ионов водорода в водных растворах (ГЭТ 54-2019), Государственному первичному эталону единицы массовой концентрации кислорода и водорода в жидких средах (ГЭТ 212-2014).

Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки:

- непосредственное сличение - при проверке измерений скорости водного потока, температуры воды, гидростатического давления, УЭП, массовой концентрации растворенного в воде кислорода;

- прямые измерения - при проверке измерений ОВП и рН.

Станции подлежат первичной и периодической поверке. Методикой поверки предусмотрена, по заявке владельца СИ, поверка для меньшего числа измерительных каналов, с обязательным занесением данной информации в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

Таблица 1

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта документа о поверке
	Первичной поверке	Периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	7
Опробование	да	да	8.3
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
Определение метрологических характеристик при измерении:			
-температуры воды	да	да	10.1
-скорости водного потока	да	да	10.2
-УЭП	да	да	10.3
-гидростатического давления	да	да	10.4
- рН	да	да	10.5
- ОВП	да	да	10.6

Продолжение таблицы 1

- массовой концентрации растворенного в воде кислорода	да	да	10.7
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

2.1 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

При поверке должны быть соблюдены следующие условия:

-температура окружающего воздуха (жидкости), °С	от +20 до +30;
-относительная влажность воздуха, %	от 30 до 95;
-атмосферное давление, гПа	от 800 до 1100.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику и эксплуатационную документацию (далее – ЭД), прилагаемую к станциям.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 10.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры воды	Эталоны единицы температуры и средства измерений, соответствующие требованиям, предъявляемым к эталонам не ниже 2 разряда по ГОСТ 8.558-2009 в диапазоне значений от -4 °С до +35 °С; Вспомогательные технические средства: Термостат жидкостной, диапазон поддержания температур от -4 °С до +35 °С, Нестабильность поддержания заданной температуры, не более $\pm 0,1$ °С. Глубина рабочей камеры не менее 400 мм, диаметр рабочей камеры не менее 170 мм	Термометр сопротивления платиновый вибропрочный эталонный ПТСВ, модификации ПТСВ-2К-1, рег. № 23040-14; Измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.15, рег. № 19736-11; Термостат жидкостной серии 7000, модификации 7007, рег. № 40415-15
п. 10.2 Определение абсолютной погрешности измерений скорости водного потока	Средства измерений скорости водного потока в диапазоне измерений от 0,01 до 5,00 м/с с относительной погрешностью не более $\pm 0,5$ %	Система гидрометрическая эталонная автоматизированная ГЭАС, рег. № 46819-11

Продолжение таблицы 2

<p>п. 10.3 Определение относительной погрешности измерений УЭП</p>	<p>Эталоны единицы удельной электрической проводимости жидкостей и средства измерений, соответствующие требованиям, предъявляемым к эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной Приказом Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771 в диапазоне измерений от 0,1 до 7,0 См/м</p> <p>Вспомогательные средства: Калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77; Вода дистиллированная по Р 58144-2018</p>	<p>Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1, мод. КПУ-1-0,06Э, рег. № 31468-06</p>
<p>п. 10.4 Определение приведенной погрешности измерений гидростатического давления</p>	<p>Средства измерений избыточного давления с диапазоном измерений от 0 до 1 МПа с приведенной погрешностью (к ВПИ) не более $\pm 0,01$ %</p>	<p>Калибратор давления АГК, рег. № 83680-21</p>
<p>п. 10.5 Определение абсолютной погрешности измерений рН</p>	<p>Эталоны единицы рН, соответствующие требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам не ниже 2 разряда по ГОСТ 8.120-2014, воспроизводящие шкалу рН в диапазоне от 1 до 13 в интервале температуры от 0 °С до +95 °С</p>	<p>Стандарт-титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов 2-го разряда СТ-рН мод. СТ-рН-2-2, СТ-рН-2-4, СТ-рН-2-5, СТ-рН-2-8, СТ-рН-2-10, рег. № 45142-10</p>
<p>п. 10.6 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП</p>	<p>Растворы, воспроизводящие шкалу окислительных потенциалов в интервале от минус 133 до плюс 1236 мВ при температуре +25 °С по ГОСТ 8.450-81</p>	<p>Растворы №№ 1, 2, 8</p>
<p>п. 10.7 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода</p>	<p>Утвержденного типа стандартные образцы состава искусственных газовых смесей O_2+N_2 соответствующие требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам не ниже 1 разряда по ГОСТ 8.578-2014, диапазон значений молярной доли O_2 от 0,5 до 35 %</p>	<p>ГСО 10651-2015 состава O_2 0,5 %, N_2-остальное; ГСО 10650-2015 состава O_2 5,0 %, N_2-остальное; ГСО 10650-2015 O_2 35,0 %, N_2-остальное.</p>
<p><i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2</i></p>		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При поверке необходимо соблюдать требования:

- требования безопасности по ГОСТ 12.3.019, ГОСТ 12.3.006;
- требования безопасности, изложенные в эксплуатационной документации;
- «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей»;
- «Правила ТБ при эксплуатации электроустановок потребителей»;

- в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки достаточно одного специалиста.

7 Внешний осмотр средства измерений

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие станции следующим требованиям:

- соответствие внешнего вида СИ описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- комплектность должна соответствовать эксплуатационной документации на данную станцию;
- соединения в разъемах питания станции должны быть надежными;
- маркировка станции должна быть целой, четкой, хорошо читаемой;
- станция не должна иметь дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и на результаты поверки.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Проверить комплектность станции.

8.2 Подготовить к работе и включить станцию согласно ЭД.

8.3 Опробование

8.3.1 Включите станцию.

8.3.2 Убедитесь, что измерительная информация поступает и отображается на устройствах отображения, сообщения об ошибках – отсутствуют.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Идентификация встроенного и автономного ПО осуществляется путем проверки номера версии.

9.2 Идентификационные данные встроенного и автономного ПО отображаются на мониторе при просмотре информации о программе в «Control Panel» во второй вкладке «device configuration».

9.3 Результаты идентификации программного обеспечения считают положительными, если считанные данные о ПО соответствуют таблице 3.

Таблица 3

Идентификационные данные (признаки)	Значения	
	Встроенное	Автономное
Идентификационное наименование ПО	Seaguard Image	AADI Real-Time Collector
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.0.201	не ниже 6.0.90.0

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры воды выполняется в следующем порядке:

10.1.1 Поместить эталонный термометр и станцию (по возможности ближе к месту установки эталонного термометра) в термостат, выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут.

10.1.2 Задать термостатом значения температуры не менее чем в трех точках, равномерно распределенных по всему диапазону измерений. Выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 1 минуту и вычислить $t_{\text{изм}}$.

10.1.3 Фиксировать показания эталонного термометра $t_{\text{эт}}$ и станции $t_{\text{изм}}$.

10.1.4 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры воды для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт}}$$

10.1.5 Результаты считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры во всех выбранных точках не превышает $\pm 0,3$ °С.

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений скорости водного потока выполняется в следующем порядке:

10.2.1 Установить станцию на самодвижущуюся платформу ГЭАС (система гидрометрическая эталонная автоматизированная) в соответствии с ЭД.

10.2.2 Запустить процесс измерений станцией. Задать с помощью органов управления ГЭАС значения скорости перемещения самодвижущейся платформы не менее чем в пяти точках $V_{\text{эт}}$ равномерно распределенных по всему диапазону измерений.

10.2.3 Фиксировать показания станции $V_{\text{изм}}$.

10.2.4 Рассчитать абсолютную погрешность измерений скорости течения по формуле:

$$\Delta V = V_{\text{изм}} - V_{\text{эт}}$$

10.2.5 Результаты считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений скорости течения во всех выбранных точках не превышает $\pm(0,03 + 0,05 \cdot V_{\text{изм}})$ м/с.

10.3 Определение относительной погрешности измерений УЭП выполняется в следующем порядке:

10.3.1. Подготовить контрольные растворы с номинальными значениями УЭП: $(0,4 \pm 0,2)$ См/м, $(4,2 \pm 0,2)$ См/м и $(6,8 \pm 0,1)$ См/м при температуре анализируемой среды $+(25,0 \pm 0,5)$ °С. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений. Контрольные растворы готовят в соответствии с п. 6 Р 50.2.021 – 2002.

10.3.2. Погрузить станцию в диэлектрический сосуд, заполненный контрольным раствором.

10.3.3 Фиксировать показания $\chi_{\text{изм},i}$ станции и $\chi_{\text{эт},i}$ установки кондуктометрической поверочной КПУ-1.

10.3.4 Относительную погрешность измерений УЭП рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta\chi = \frac{\chi_{\text{изм},i} - \chi_{\text{эт},i}}{\chi_{\text{эт},i}} \cdot 100 \%$$

10.3.5 Результаты считать положительными, если значение относительной погрешности измерений УЭП во всех выбранных точках не превышает $\pm 0,2$ %.

10.4 Определение приведенной погрешности измерений гидростатического давления выполняется в следующем порядке:

10.4.1 Соединить датчик давления станции с калибратором АГК. Задавайте пять значений гидростатического давления равномерно распределенных в диапазоне измерений в прямом и обратном порядке следования. На каждом задаваемом значении произведите измерения гидростатического давления станцией, $P_{изм}$, и калибратора АГК, $P_{эт}$.

10.4.2 Фиксировать показания гидростатического давления станцией, $P_{изм}$.

10.4.3 Рассчитать приведенную погрешность для всех заданных значений гидростатического давления по формуле:

$$\gamma = \frac{P_{изм} - P_{эт}}{P_d} \cdot 100 \%$$

где P_d - диапазон измерений датчика гидростатического давления станции.

10.4.4 Результаты считать положительными, если значение приведенной погрешности измерений гидростатического давления во всех выбранных точках не превышает $\pm 0,02 \%$.

10.5 Определение абсолютной погрешности измерений рН выполняется в следующем порядке:

10.5.1 Определение абсолютной погрешности измерений рН проводить путем сравнения значений рН буферных растворов, измеренных станцией, с аттестованными значениями растворов ($pH_{эт}$) при температуре растворов $+25 \text{ }^\circ\text{C}$. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

10.5.2 Измерения проводить в трёх точках, равномерно распределенных по всему диапазону измерений при температуре анализируемой среды $+(25,0 \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$, со значением рН: 1,65, 6,86 и 9,18.

10.5.3 Фиксировать показания рН, измеренных станцией, $pH_{изм}$.

10.5.4 Рассчитать абсолютную погрешность измерений рН для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta pH = pH_{изм} - pH_{эт}$$

10.5.5 Результаты считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений рН во всех выбранных точках не превышает $\pm 0,1$.

10.6 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП выполняется в следующем порядке:

10.6.1 Приготовить буферные растворы по ГОСТ 8.450-81 (ОВП_{расч}).

10.6.2 Произвести измерения не менее чем в трех точках, равномерно распределенных по диапазону измерений при температуре растворов $+(25,0 \pm 0,5) \text{ }^\circ\text{C}$. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

10.6.3 Фиксировать показания ОВП, измеренных станцией, ОВП_{изм}.

10.6.4 Рассчитать абсолютную погрешность измерений ОВП для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta OVP = OVP_{изм} - OVP_{расч}$$

10.6.5 Результаты считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений ОВП во всех выбранных точках не превышает $\pm 10 \text{ мВ}$.

10.7 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода выполняется в следующем порядке:

10.7.1 Приготовить контрольные растворы массовой концентрации растворенного в воде кислорода в соответствии с приложением А (C_0).

10.7.2 Произвести измерения не менее чем в трех точках, равномерно распределенных по диапазону измерений при температуре растворов $+(25,0 \pm 0,5)$ °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

10.7.3 Фиксировать показания массовой концентрации растворенного в воде кислорода, измеренных станцией, $C_{\text{изм}}$.

10.7.4 Рассчитать относительную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_{\text{DO}} = \frac{C_{\text{изм}} - C_0}{C_0} \cdot 100 \%$$

10.7.5 Результаты считать положительными, если значение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода во всех выбранных точках не превышает ± 5 %.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие погрешностей средства измерений п. 10.1.5, 10.2.5, 10.3.5, 10.4.4, 10.5.5, 10.6.5, 10.7.5 настоящей методики поверки.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Сведения о результатах поверки станции передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в установленном порядке. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (в случае его оформления).

12.2 Протокол оформляется по запросу.

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

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО 10651-2015 – стандартный образец состава искусственной газовой смеси O₂ 0,5%, N₂ – остальное;
- ГСО 10650-2015 – стандартный образец состава искусственной газовой смеси O₂ 5,0%, N₂ – остальное;
- ГСО 10650-2015 – стандартный образец состава искусственной газовой смеси O₂ 35,0%, N₂ – остальное;
- Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Рег № 61806-15);
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Рег № 46434-11);
- магнитная мешалка;
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74;
- вода дистиллированная, Р 58144-18.

Контрольные растворы готовят с помощью ГСО 10651-2015, 10650-2015.

Стакан объемом 0,5 см³ промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по Р 58144-18.

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

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

Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 30 минут.

Расчетное значение концентрацией растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле А.1. Растворы были термостатированы при температуре +(25,0±0,5) °С, после чего проводились измерения растворенного в воде кислорода.

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

$$C = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{X_0 \cdot P_0} \cdot A \quad (\text{А.1})$$

где:

P_{атм} – атмосферной давление, кПа;

P₀ – нормальное давление, равное 101,3 кПа;

X – значение объемной доли O₂ в ГСО, %;

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(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