

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

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
А. Н. Пронин
2023 г.
М.п.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы жидкости ЭКОСТАБ

Методика поверки

МП 2450-0033-2023

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

 М. В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2023 г.

Содержание

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки анализаторов	4
3. Требования к условиям проведения поверки	5
4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
5. Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	8
7. Внешний осмотр анализатора	8
8. Подготовка к поверке и опробование анализатора	8
9. Проверка программного обеспечения	10
10. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10
11. Оформление результатов поверки	14
Приложение А	15
Приложение Б	17
Приложение В	18
Приложение Г	19
Приложение Д	20

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости ЭКОСТАБ (далее – анализаторы).

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

ГЭТ 132-2018 единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.12.2018 № 2771;

ГЭТ 34-2020 единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23.12.2022 № 3253;

ГЭТ 54-2019 Государственный первичный эталон показателя рН активности ионов водорода в водных растворах в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений показателя рН активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 09.02.2022 № 324;

ГЭТ 176-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 № 148;

ГЭТ 13-2023 Государственный первичный эталон единицы электрического напряжения в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений постоянного электрического напряжения и электродвижущей силы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30.12.2019 № 3457;

ГЭТ 206-2016 Государственный первичный эталон единицы оптической плотности, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.09.2018 № 2085;

ГЭТ 156-2015 Государственный первичный эталон единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм, в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.11.2018 № 2517;

ГЭТ 212-2023 Государственный первичный эталон единиц массовой концентрации кислорода, водорода и углекислого газа в жидких средах в соответствии с ГОСТ 8.652-2016. ГСИ Государственная поверочная схема для средств измерений массовой концентрации растворенных в воде газов (кислорода, водорода);

Реализация методики поверки производится прямым измерением поверяемым анализатором величин, воспроизводимых контрольными растворами при поверке измерительного канала общей минерализации (условно по NaCl) и мутности и буферными растворами при поверке измерительных каналов рН и ОВП, а также непосредственным сличением поверяемого анализатора с эталонным термометром, рабочим эталоном единицы УЭП, рабочим эталоном единицы массовой концентрации растворенного кислорода, эталонным вольтметром-калибратором при поверке измерительных каналов температуры, УЭП, массовой концентрации растворенного кислорода и ЭДС.

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.

Допускается в соответствии с заявлением владельца СИ проведение поверки отдельных измерительных каналов анализатора, установленных в описании типа СИ.

2. Перечень операций поверки анализаторов

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

Таблица 1.

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	п. 7
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	п. 8
Проверка программного обеспечения анализатора	Да	Да	п. 9
Определение метрологических характеристик анализатора и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			п. 10
Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры	Да	Да	п. 10.1
Определение абсолютной погрешности измерительного канала pH	Да	Да	п. 10.2
Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП	Да	Да	п. 10.3
Определение абсолютной погрешности измерительного канала ЭДС	Да	Да	п. 10.4
Определение допускаемой приведенной ¹ погрешности измерительного канала УЭП	Да	Да	п. 10.5
Определение допускаемой приведенной ¹ погрешности измерительного канала общей минерализации (условно по NaCl)	Да	Да	п. 10.6

Продолжение таблицы 1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение допускаемой приведенной ¹ погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода	Да	Да	п. 10.7
Определение основной приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности и основной относительной погрешности измерительного канала мутности	Да	Да	п. 10.8
Оформление результатов поверки	Да	Да	п. 11
¹ Нормирующее значение приведенной погрешности - разность между максимальным и минимальным (верхним и нижним) значениями диапазона измерений			

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

3. Требования к условиям проведения поверки

- температура окружающего воздуха, °С: 20±5;
- относительная влажность воздуха, %: от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа: от 84 до 106;

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К работе с СИ используемыми при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электроизмерительными приборами и изучившие эксплуатационную документацию на анализаторы.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2. Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3 Требования к условиям поверки	Средства измерений температуры окружающей среды от +15 °С до +30 °С с абсолютной погрешностью не более 0,3 °С	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 % до 90 % с абсолютной погрешностью не более 2 %	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1100 гПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа;	
п. 8 Подготовка к поверке и опробование анализатора	Средства измерений температуры жидких сред от 0 °С до +50 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °С	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15
	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов, воспроизводящие значения ОВП водных растворов, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±3 мВ	Стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег. № 61364-15
	Вспомогательные средства: Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут ±0,2 °С в диапазоне температур от + 0 °С до +90 °С; Весы лабораторные неавтоматического действия не ниже II класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальной нагрузкой не менее 500 г; Калий хлористый химически чистый по ГОСТ 4234-77; Азот газообразный особой чистоты 1 сорт по ГОСТ 9293-74 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018; Посуда мерная лабораторная по ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 29227-91	
п. 10 Определение метрологических характеристик анализатора	Средства измерений температуры жидких сред от 0 °С до +50 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °С	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 рег. № 61806-15
	Стандартный образец состава натрия хлористого, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли натрия хлористого от 99,900 % до 100,00 %, абсолютная погрешность ±0,030 %	ГСО 4391-88
	Буферные растворы для воспроизведения pH водных растворов, соответствующие эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в	Буферные растворы – рабочие эталоны pH 2 разряда БР-pH, рег. № 45143-10

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	водных растворах, утвержденной Приказом Росстандарта от 09.02.2022 № 324	
	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов, воспроизводящие значения ОВП водных растворов, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 мВ	Стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег. № 61364-15
	Рабочие эталоны единицы удельной электрической проводимости жидкостей и средства измерений, соответствующие эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной Приказом Росстандарта от 27.12.2018 № 2771 в диапазоне измерений от $1 \cdot 10^{-6}$ до 1,0 См/м, с допускаемой относительной погрешностью $\pm 0,25$ %	Кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, рег. № 46635-11
	Стандартные образцы состава искусственной газовой смеси в баллонах под давлением 1-го или 2-го разряда по государственной поверочной схеме для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, номинальные значения объемной доли кислорода в азоте 5,0 %, 35 %	СО состава искусственной газовой смеси ГСО 10650-2015
	Рабочие эталоны единицы массовой концентрации растворенного в воде кислорода в соответствии с ГОСТ 8.652-2016. ГСИ Государственная поверочная схема для средств измерений массовой концентрации растворенных в воде газов (кислорода, водорода) в диапазоне измерений от 0 до 20 мг/дм ³	Рабочий эталон единицы массовой концентрации растворенного в воде кислорода, рег. № 3.7.АНЮ.0001.2023
	Стандартный образец мутности, номинальное значение мутности по формазиневой шкале, интервал допускаемых аттестованных значений мутности по формазиневой шкале от 3800 до 4200 включительно ЕМФ, относительная погрешность ± 2 % (при $P=0,95$)	СО мутности (формазиневая суспензия) ГСО 7271-96
	Средства измерений напряжения постоянного тока, диапазон воспроизведения напряжения постоянного тока от -1200 до 1200 мВ, с разрешением 0,001 мВ, диапазон измерений напряжения постоянного тока от -1200 до 1200 мВ, абсолютная погрешность $\pm (от 6 \cdot 10^{-6} до 6 \cdot 10^{-3})$ В	Вольтметр-калибратор постоянного тока В-1/18, рег. № 11187-88

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Вспомогательные средства: Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,2$ °С в диапазоне температур от 0 °С до +50 °С; Весы лабораторные неавтоматического действия не ниже II класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальной нагрузкой не менее 500 г; Калий хлористый химически чистый по ГОСТ 4234-77; Азот газообразный особой чистоты 1 сорт по ГОСТ 9293-74; Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018; Посуда мерная лабораторная по ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 29227-91	

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 Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора 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. Также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

6.2 При проведении поверки соблюдают следующие 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 с сосудами под давлением – в соответствии с Приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 № 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 анализатора

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида анализатора приведенным в описании типа, а также наличие логотипа «ЭКОСТАБ» на корпусе анализатора;
- наличие знака утверждения типа и соответствие места его нанесения на корпус анализатора приведенному в описании типа;
- целостность соединительных проводов датчиков (для анализаторов модификаций EC2112, EC2122, EC2132, EC2102, EC232, EC242, PH231, PC2113, PC2133, PC2123, PC243, PH2101, PH2121, PH2131, PH2111, PH241, PC233, DO244, DO234), и адаптеров (для анализаторов модификаций PH2101, PH2111, PH2121, PH2131, EC2102, EC2112, EC2122, EC2132, PC2113, PC2123, PC2133), а также отсутствие других дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения проверки и (или) на результат поверки анализатора.

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

8. Подготовка к поверке и опробование анализатора

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

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

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

8.4 Приготовить для проверки измерительного канала общей минерализации (условно по NaCl) контрольные растворы массовой концентрации хлористого натрия в соответствии с инструкцией по эксплуатации стандартного образца с расчетными значениями массовой концентрации NaCl:

- для анализатора модификаций TDS206:

50 мг/дм³, 95 мг/дм³ для диапазона измерений от 0 до 100 мг/дм³ включ.;

150 мг/дм³, 500 мг/дм³, 950 мг/дм³ для диапазона измерений св. 100 до 1000 мг/дм³ включ.;

1500 мг/дм³, 5000 мг/дм³, 9500 мг/дм³ для диапазона измерений св. 1000 до 10000 мг/дм³

-для анализаторов модификаций SLT207: 4500 мг/дм³, 9500 мг/дм³ для диапазона измерений от 0 до 10000 мг/дм³.

Для поверки нулевой точки анализаторов модификации TDS206 анализаторов в диапазоне измерений от 0 до 100 мг/дм³ включ. и анализаторов модификации SLT207 в диапазоне измерений от 0 до 10000 мг/дм³ используется дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018.

8.5 Подготовить для поверки измерительного канала удельной электрической проводимости контрольные растворы удельной электрической проводимости. Контрольные растворы готовят в соответствии с методикой, приведенной в Приложении А со следующими номинальными значениями УЭП:

-для анализаторов модификаций EC232, EC242, EC2102, EC2112, EC2122, PC233, PC243, PC2113, PC2123:

2 мкСм/см, 10 мкСм/см, 18 мкСм/см для диапазона измерений от 0,8 до 20 мкСм/см включ.;

40 мкСм/см, 90 мкСм/см, 180 мкСм/см для диапазона измерений св. 20 до 200 мкСм/см включ.;

0,03 См/м, 0,1 См/м, 0,19 См/м -для диапазона измерений св. 0,02 до 0,2 См/м включ.;

0,2 См/м, 1 См/м, 1,9 См/м - для диапазона измерений св. 0,2 до 2 См/м включ.;

3 См/м, 10 См/м, 19 См/м – для диапазона измерений св. 2 до 20 См/м;

- для анализаторов модификаций ЕС2132, РС2133:
2 мкСм/см, 10 мкСм/см, 18 мкСм/см для диапазона измерений от 0,8 до 20 мкСм/см включ.;

40 мкСм/см, 90 мкСм/см, 180 мкСм/см для диапазона измерений св. 20 до 200 мкСм/см включ.;

0,03 См/м, 0,1 См/м, 0,19 См/м - для диапазона измерений св. 0,02 до 0,2 См/м включ.;

0,2 См/м, 1 См/м, 1,9 См/м - для диапазона измерений св. 0,2 до 2 См/м включ.;

3 См/м, 10 См/м, 19 См/м – для диапазона измерений св. 2 до 20 См/м,

для проверки диапазона измерений св. 20 См/м до 100 См/м приготовить раствор 15% NaCl, термостатированный при температуре +45 °С (номинальное значение УЭП 26,9 См/м), 40% раствор HCl, термостатированный при температуре +30 °С (номинальное значение УЭП 53,7 См/м), 40% раствор HCl, термостатированный при температуре +50 °С (номинальное значение УЭП 99,2 См/м).

- для анализаторов модификаций ЕС202, ЕС212, ЕС222, РС213, РС223:

2 мкСм/см, 90 мкСм/см, 180 мкСм/см для диапазона измерений от 0,8 до 200 мкСм/см включ.;

0,03 См/м, 0,1 См/м, 0,19 См/м - для диапазона измерений св. 0,02 до 0,2 См/м включ.;

0,3 См/м, 1 См/м, 1,9 См/м - для диапазона измерений св. 0,2 до 2 См/м.

Допускаемое отклонение от номинального значения УЭП контрольного раствора не должно превышать 10 % отн. (для значений УЭП менее 200 мкСм/см) и 5 % отн. (для значений УЭП более 200 мкСм/см).

8.6 Подготовить для проверки измерительного канала мутности контрольные растворы в соответствии с паспортом и инструкцией по применению СО мутности (формазиновая суспензия), ГСО 7271-96, с номинальными значениями мутности: 4 ЕМФ, 40 ЕМФ, 400 ЕМФ и 1000 ЕМФ (допускаемое отклонение от номинальных значений $\pm 5\%$).

8.7 Подготовить для проверки измерительных каналов рН и ОВП буферные растворы в соответствии с паспортами на соответствующие стандарт-титры.

8.8 Для проверки измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода в воде контрольные растворы готовить в соответствии с Приложением В непосредственно перед проведением проверки измерительного канала

8.9 Провести опробование анализатора. При опробовании анализатора проверяется

- исправность работы жидкокристаллического дисплея анализатора,
- исправность органов управления анализатора,
- общее функционирование анализатора.

9. Проверка программного обеспечения

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в проверке номера версии программного обеспечения анализатора, проявляющегося на экране анализатора при его включении.

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если для при включении анализатора на его экране отображается номер версии ПО не ниже 1.0.

10. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры. Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры проводить путем сравнения показаний анализатора с результатами измерений температуры лабораторным электронным термометром (далее – эталонным термометром).

Проверку диапазона и определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений, полученных на анализаторе со значением эталонного термометра. Измерения проводить при следующих значениях температур дистиллированной воды, заданных с помощью термостата:

+5 °C, +50 °C и +90 °C – для анализаторов модификаций PH231, PH241, PH2111, PH2121, PH2131, PC243, PC233, PC2113, PC2123, PC2133;

+5 °C, +25 °C и +45 °C - для анализаторов модификаций PH2101, PH201, PH211, PH211F, PH211S, PH221, PH221F, PH221S, EC212, EC202, EC222, EC232, EC242, EC2102, EC2112, EC2122, EC2132, SLT207, TDS206, PC223, PC213, ORP215, ORP225, DO234, DO244.

Поместить колбу с дистиллированной водой в термостат, установить необходимую температуру, выдержать воду в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 минут. Поместить эталонный термометр в колбу с термостатированной водой, дождаться стабилизации показаний эталонного термометра, подать термостатированную воду из колбы в анализатор с помощью системы подачи и начать измерения. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 5 минут.

Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитать для каждого измеренного значения в каждой точке по формуле 1:

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

где $t_{\text{изм}}$ – значение температуры, измеренной анализатором, °C;

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

Результаты определения считают положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры для анализаторов всех модификаций не превышает ± 1 °C.

10.2 Определение абсолютной погрешности в режиме измерений pH.

Определение абсолютной погрешности измерений pH (для анализаторов модификаций PH231, PH241, PH2101, PH211F, PH211S, PH2111, PH2121, PH2131, PC233, PC243, PC2113, PC2123, PC2133, PH201, PH211, PH221, PH221F, PH221S, PC213, PC223) проводить путем сравнения значений pH буферных растворов, измеренных анализатором с их действительными значениями. Проводить не менее трех измерений для каждого буферного раствора с действительными значениями pH 1,65, 4,01, и 9,18. Измерения проводятся при температуре буферных растворов +25 °C.

Абсолютную погрешность измерений pH рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 2:

$$\Delta pH = pH_{\text{изм}} - pH_{\text{эт}}. \quad (2)$$

где $pH_{\text{изм}}$ – измеренное анализатором значение pH буферного раствора;

$pH_{\text{эт}}$ – действительное значение pH буферного раствора.

Результаты определения считают положительными, если значение абсолютной погрешности измерений pH не превышает:

- для анализаторов модификаций PH231, PH241, PH2101, PH2111, PH2121, PH2131, PC243, PC2113, PC2123, PC2133, PC233: $\pm 0,03$;
- для анализаторов модификации PH201: $\pm 0,2$;
- для анализаторов модификаций PH211, PH211F, PH211S, PH221, PH221F, PH221S, PC213, PC223: $\pm 0,1$ %.

10.3 Определение абсолютной погрешности в режиме измерений ОВП.

Определение абсолютной погрешности измерений ОВП (для анализаторов модификаций PH241, PH2101, PH211F, PH211S, PH2111, PH2121, PH2131, PC243, PC2113, PC2123, PC2133, PH211, PH221, PH221F, PH221S, PH231, PC213, PC233, PC223, ORP215, ORP225) проводить путем

сравнения действительного значения ОВП буферных растворов и значений ОВП, измеренных анализатором. Буферные растворы готовят с действительными значениями

ОВП при +25 °С: 298 мВ и 605 мВ в соответствии с паспортом на стандарт-титры СТ-ОВП-01.

Измерения проводят при температуре буферных растворов +25°С для каждого буферного раствора не менее трех раз.

Абсолютную погрешность измерений ОВП рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 3:

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

где $\text{ОВП}_{\text{изм}}$ – значение ОВП контрольного раствора, измеренное анализатором, мВ;
 $\text{ОВП}_{\text{эт.}}$ – действительное значение ОВП контрольного раствора, мВ.

Результаты определения считают положительными, если значение абсолютной погрешности измерений ОВП для анализаторов всех модификаций не превышает: ± 10 мВ.

10. 4 Определение допускаемой приведенной погрешности в режиме измерений УЭП.

Определение допускаемой приведенной погрешности измерений УЭП проводить для анализаторов модификаций EC232, EC242, EC2102, EC2112, EC2122, PC233, PC243, PC2113, PC2123, EC2132, PC2133, EC222, EC212, EC202, PC213, PC223 путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных анализатором со значениями УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренными на кондуктометре.

Измерения проводят при температуре контрольных растворов +25 °С. В каждой точке проводят по три измерения.

Допускаемую приведенную погрешность измерений УЭП рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 4:

$$\delta = \frac{X_1 - X_0}{X_{\text{в}} - X_{\text{н}}} \cdot 100\% \quad (4)$$

где X_1 – значение УЭП контрольного раствора, измеренное анализатором, мкСм/см (См/м);

X_0 – значение УЭП контрольного раствора, измеренное кондуктометром, мкСм/см (См/м);

$X_{\text{в}}, X_{\text{н}}$ – значение верхнего предела и нижнего предела диапазона измерений анализатора соответственно, мкСм/см (См/м).

Результаты определения считают положительными, если значение допускаемой приведенной погрешности измерений УЭП не превышает:

- для анализаторов модификаций EC232, EC242, EC2102, EC2112, EC2122, PC233, PC243, PC2113, PC2123: ± 1 %;
- для анализаторов модификаций EC2132, PC2133: $\pm 0,5$ %;
- для анализаторов модификаций EC222, EC212, EC202, PC213, PC223: ± 2 %.

10.5 Определение допускаемой приведенной погрешности анализаторов в режиме измерений общей минерализации (условно по NaCl).

Определение допускаемой приведенной погрешности анализаторов в режиме измерений общей минерализации (условно по NaCl) проводить для анализаторов модификаций TDS206 и SLT207 путем сравнения показаний анализатора в режиме измерений общей минерализации (условно по NaCl) при измерениях контрольных растворов с их расчетным значением массовой концентрации NaCl.

Измерения проводят при температуре контрольных растворов +25 °С. В каждой точке проводят по три измерения.

Допускаемую приведенную погрешность измерений рассчитать для каждого измеренного значения общей минерализации (условно по NaCl) по формуле 5:

$$\delta = \frac{C_1 - C_0}{X_B - X_H} \cdot 100\% \quad (5)$$

где C_1 – показания анализатора при измерении массовой концентрации контрольного раствора NaCl, мг/дм³,

C_0 – расчетное значение массовой концентрации NaCl в контрольном растворе, мг/дм³,

X_B, X_H – значение верхнего предела и нижнего предела диапазона измерений общей минерализации анализатора соответственно, мг/дм³.

Результаты определения считают положительными, если значение допускаемой приведенной погрешности измерений общей минерализации (условно по NaCl) для анализаторов модификаций TDS206 и SLT207 не превышает $\pm 2\%$.

10.6 Определение абсолютной погрешности в режиме измерений ЭДС электродных систем.

Определение абсолютной погрешности анализаторов модификаций PH241, PH231, PH2101, PH2111, PH2121, PH2131, PC243, PC2113, PC2123, PC2133, PC233 в режиме измерения ЭДС проводить путем сравнения значений ЭДС, заданного на вольтметре-калибраторе, с показаниями анализатора.

Для проведения измерений вольтметр-калибратор и анализатор подключают по схеме, указанной в Приложении Б.

На компараторе задают следующие значения:

- для анализатора модификаций PC233, PH231: -990 мВ, -500 мВ, +500 мВ, +990 мВ;
- для анализатора модификаций PH241, PH2101, PH2111, PH2121, PH2131, PC243, PC2113, PC2123, PC2133: -1990 мВ, -800 мВ; +800 мВ; +1990.

В каждой точке проводят не менее трех измерений.

Абсолютную погрешность измерений ЭДС рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 6:

$$\Delta \text{ЭДС} = \text{ЭДС}_{\text{изм}} - \text{ЭДС}_{\text{к.}}, \quad (6)$$

где $\text{ЭДС}_{\text{изм}}$ – значение ЭДС, измеренное анализатором, мВ;

$\text{ЭДС}_{\text{к}}$ – значение ЭДС, заданное на вольтметре-калибраторе, мВ.

Результаты определения считают положительными, если значение абсолютной погрешности измерений ЭДС не превышает:

- для анализаторов модификаций PH241, PH2101, PH2111, PH2121, PH2131, PC243, PC2113, PC2123, PC2133: ± 4 мВ,
- для анализаторов модификации PC233, PH231: ± 2 мВ.

10.7 Определение допускаемой приведенной погрешности в режиме измерений массовой концентрации растворенного кислорода.

Определение допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода анализаторов DO234, DO244 проводить путем сравнения значений массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольных растворах, измеренных анализатором с результатами измерений, полученными на рабочем эталоне единицы массовой концентрации растворенного в воде кислорода. Измерения проводить при температуре растворов $+25\text{ }^{\circ}\text{C}$. В каждой точке проводить не менее трех измерений.

Допускаемую приведенную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 7:

$$\delta = \frac{C_1 - C_0}{X_B - X_H} \cdot 100\% \quad (7)$$

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

C_0 – значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода, измеренное рабочим эталоном, мг/дм³.

X_B, X_H – значение верхнего предела и нижнего предела диапазона измерений растворенного в воде кислорода анализатора соответственно, мг/дм³.

Результаты определения считают положительными, если значение допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода для анализаторов всех модификаций не превышает $\pm 2\%$.

10.8 Определение основной приведенной (к верхней границе диапазона измерений) и основной относительной погрешности измерительного канала мутности.

Определение основной относительной и основной приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешности анализаторов модификаций ТВ250, ТВ251, ТВ260, ТВ261 проводить путем сравнения результатов измерений анализаторов мутности контрольных растворов, с их расчетными значениями.

Измерения проводят для контрольных растворов со значением 4 ЕМФ, 40 ЕМФ, 400 ЕМФ и 1000 ЕМФ.

Основную приведенную (к верхней границе диапазона измерений) погрешность измерений мутности поверяемого анализатора в диапазоне от 0,2 до 50 включ. ЕМФ рассчитать для каждого контрольного раствора по формуле 8:

$$\gamma = \frac{X_C - X_{pi}}{C_B} \cdot 100\% \quad (8)$$

где X_C – значение мутности, измеренное анализатором, ЕМФ,

X_{pi} – значение мутности в контрольном растворе, ЕМФ,

C_B – верхнее значение диапазона измерений мутности.

Основную относительную погрешность измерений мутности поверяемого анализатора в диапазоне св. 50 до 1000 ЕМФ рассчитать для каждого контрольного раствора по формуле 9:

$$\delta_0 = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100\%, \quad (9)$$

где X_1 – значение мутности, измеренное анализатором, ЕМФ;

X_0 – значение мутности в контрольном растворе, ЕМФ.

Результаты определения считают положительными, если значение приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешности измерений мутности для анализаторов всех модификаций в диапазоне от 0,2 до 50 включ. ЕМФ не превышает $\pm 6\%$; значение относительной погрешности измерений мутности в диапазоне св. 50 до 1000 ЕМФ для анализаторов всех модификаций не превышает $\pm 6\%$.

11. Оформление результатов поверки

11.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Д, в котором указывается о соответствии/несоответствии анализатора предъявляемым требованиям.

11.2. Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего средство измерений на поверку, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном результате поверке) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

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

Приготовление контрольных растворов удельной электропроводности

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- этиленгликоль ч.д.а., ГОСТ 10164-75;
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018;
- установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1 (рег.№ 31468-06)
- весы лабораторные электронные МВ210-А (рег.№ 26554-04)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74.

Приготовление растворов УЭП в диапазоне от 10^{-3} до 20 См/м

Контрольные растворы с требуемой удельной электрической проводимостью готовят с помощью хлористого калия по ГОСТ 4234-77.

Для приготовления контрольных растворов хлористого калия № 1-3 расчетную навеску соли (таблица А.1) взвешивают в стакане вместимостью 100 мл, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой, перемешивают, затем помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре +25 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой +25 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Для приготовления контрольных растворов хлористого калия № 4-6 расчетную навеску соли (таблица А.1) взвешивают в стакане вместимостью 25 мл.

Контрольный раствор № 7 приготавливают методом объемного разбавления из раствора № 4, для чего отбирают пипеткой 50 мл раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают и 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.

Контрольные растворы № 8 и 9 готовят аналогичным образом из растворов 5 и 6 соответственно.

Таблица А.1

Номер раствора	Масса навески хлористого калия, г	УЭП контрольного раствора, См/м
1	68,5572	19
2	33,1661	10
3	15,7537	5
4	5,7250	1,9
5	2,8637	1,0
6	0,8123	0,3
7	-	0,19
8	-	0,10
9	-	0,03

Приготовление растворов УЭП в диапазоне св. 10^{-5} до 10^{-3} См/м

Приготовление контрольных растворов хлористого калия в этиленгликоле № 10, 11, 12 проводят аналогично с п.1 настоящего приложения в мерной колбе вместимостью 500 мл. Расчетные навески для приготовления растворов приведены в таблице А.2.

Контрольные растворы № 13-16 готовят методом объемного разбавления из исходных растворов № 10-13 аналогично с п.1 приложения Б.

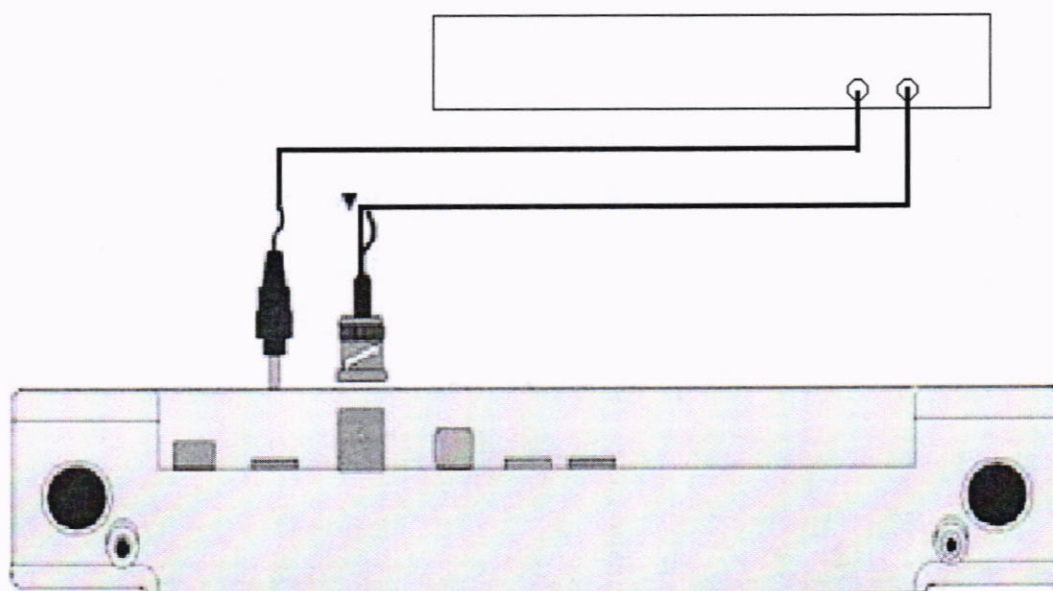
Таблица А.2

Номер раствора	Масса навески хлористого калия, г	УЭП контрольного раствора, См/м
10	1,86375	0,03991
11	0,7455	0,01675
12	0,37275	0,00872
13	—	0,00444
14	—	0,00182
15	—	0,00093
16	—	0,0002

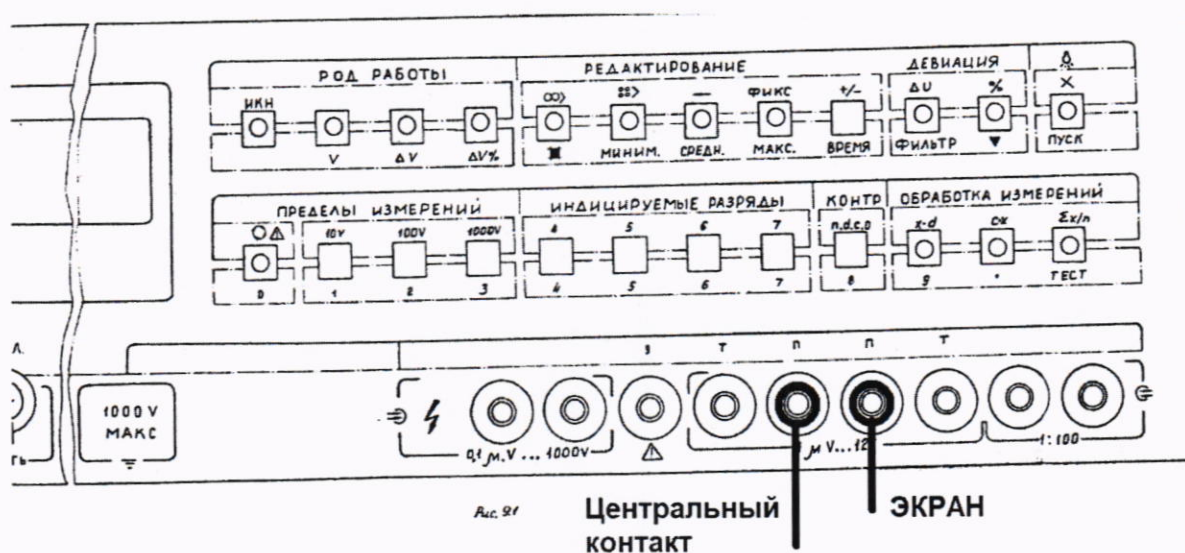
Хранение

Стандартные растворы должны храниться в герметически закрытой посуде из стекла. Допускается хранение водных растворов хлористого калия в посуде из полиэтилена.

Стандартные растворы следует хранить при нормальных условиях. Срок годности не более трех месяцев с момента приготовления.



1а).



1б)

Рисунок 1 – Схема подключения вольтметра-калибратора постоянного тока В-1/18 к анализатору жидкости ЭКОСТАБ

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

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО состава (O₂+N₂): 10768-2016
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Per № 61806-15)
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Per № 46434-11)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74
- натрий сернистоокислый по ГОСТ 195-77
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018;
- магнитная мешалка

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

Колбу вместимостью 250 см³ промывают и наполняют ее примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ 6709-72.

При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с СО. Расход газовой смеси визуально устанавливают от 2 до 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 массовой концентрации растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле В.1. Растворы должны быть термостатированы при температуре +25 °С, после чего проводятся измерения растворенного в воде кислорода.

Проверка нуля осуществляется либо на контрольном растворе насыщенном азотом, для чего необходимо подключить баллон с инертным газом (N₂) на вход. Продувать азотом через ячейку до установления показаний анализатора. Типовое время установления нулевых показаний датчика анализатора составляет от 10 до 20 минут.

Таблица В.1.

№	Номинальное значение молярной доли O ₂ в азоте, С _н , %	Погрешность аттестованного значения ГСО, %, Δ, не более	Номинальное значение массовой концентрации растворенного кислорода в контрольном растворе, С, мг/дм ³ *
1	5,0	0,20	2,04
2	35,0	0,20	14,09

* – при давлении 760 мм рт.ст. (101,3 кПа) и температуре раствора +25 °С

Номинальное значение массовой концентрации растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле В.1

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

где P_{атм} – атмосферное давление, кПа;

P_н – нормальное давление, равное 101,3 кПа

X – значение молярной доли O₂ в СО, %

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Г (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 Д
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер	
Изготовитель	
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		
Температура жидкости при термостатировании, °С		

Результаты поверки:

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Результаты идентификации ПО _____

Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Наименование измерительного канала	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

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