

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Соби́на

2025 г.

«ГСИ. Анализаторы жидкости МП АВ.
Методика поверки»

МП 57-241-2025

Екатеринбург

2025

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лабораторией 241 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в мае 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	7
3	Перечень операций поверки	9
4	Требования к условиям проведения поверки	10
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	10
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	10
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	13
8	Внешний осмотр средства измерений	13
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	13
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	13
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	14
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	18
13	Оформление результатов поверки	20
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	21
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	27

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы жидкости МП АВ. Методика поверки	МП 57-241-2025
--	----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы жидкости МП АВ (далее – анализаторы) производства ООО «Метран Проект», Россия, г. Челябинск, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к:

ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761;

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы – килограмму» согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622;

ГЭТ 54-2019 «Государственному первичному эталону показателя рН активности ионов водорода в водных растворах» согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324;

ГЭТ 132-2018 «Государственному первичному эталону единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м» согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 27.03.2025 г. № 609;

ГЭТ 212-2023 «Государственному первичному эталону единиц массовой концентрации кислорода, водорода и углекислого газа в жидких средах» согласно государственной поверочной схемы, утвержденной приказом Росстандарта от 25.07.2023 г. № 1505.

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений стандартных образцов утвержденного типа и методом непосредственного сличения.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблицах 1-5.

Таблица 1 – Метрологические характеристики измерений pH, окислительно-восстановительного потенциала (ОВП)

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений pH для датчиков Д-pH-I(-II,-III), ед. pH	от 0,00 до 14,00
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений pH, ед. pH, для датчиков: Д-pH-I Д-pH-II Д-pH-III	$\pm 0,10$ $\pm 0,20$ $\pm 0,06$
Диапазон измерений ОВП для датчиков Д-ОВП-I(-II,-III), мВ	от -154 до 1300
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений ОВП, мВ, для датчиков: Д-ОВП-I Д-ОВП-II Д-ОВП-III	$\pm 20,0$ $\pm 25,0$ $\pm 5,0$

Таблица 2 – Метрологические характеристики измерений удельной электрической проводимости (УЭП)

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений ¹⁾ УЭП для датчиков Д-КП, мкСм/см, со значениями постоянной ячейки $k^{2)}$: $k=0,01 \text{ см}^{-1} \pm 25 \%$ $k=0,1 \text{ см}^{-1} \pm 25 \%$ $k=1,0 \text{ см}^{-1} \pm 25 \%$ $k=10 \text{ см}^{-1} \pm 25 \%$ $k=10 \text{ см}^{-1} \pm 25 \%$	от 0,055 до 200 от 0,5 до 200 от 4,0 до 2000 от 100,0 до 20000 от 1000,0 до 200000
Диапазон измерений ^{1),2)} УЭП для датчиков Д-ТП, мкСм/см	от 50 до 1000000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений УЭП для датчиков Д-КП, мкСм/см, в поддиапазоне от 0,055 до 1,0 мкСм/см включ.	$\pm 0,03$
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений УЭП для датчиков Д-КП, %, в поддиапазоне св. 1,0 до 200000 мкСм/см включ.	± 3
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений УЭП для датчиков Д-ТП, мкСм/см, в поддиапазоне от 50 до 500 мкСм/см включ.	± 30
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений УЭП для датчиков Д-ТП, %, в поддиапазонах: св. 500 до 200000 мкСм/см включ. св. 200000 до 1000000 мкСм/см включ.	$\pm 3,0$ $\pm 5,0$
¹⁾ Диапазоны измерений датчиков могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса. Фактические диапазоны измерений указываются в паспорте анализатора.	
²⁾ Константа ячейки и диапазон указываются в заказе датчика и в паспорте анализатора.	

Таблица 3 – Метрологические характеристики измерений мутности и массовой концентрации взвешенных веществ

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений ¹⁾ мутности, ЕМФ, для датчиков: Д-М Д-МВВ	от 15 до 4000 от 15 до 4000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности для датчиков Д-М, ЕМФ, в поддиапазонах: от 15 до 100 ЕМФ включ. св. 100 до 4000 ЕМФ включ.	± 10 $\pm(10,00+0,05 \cdot C)^2$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений мутности для датчиков Д-МВВ, ЕМФ, в поддиапазонах: от 15 до 100 ЕМФ включ. св. 100 до 4000 ЕМФ включ.	± 10 $\pm(5,00+0,05 \cdot C)^2$
Диапазон измерений ¹⁾ массовой концентрации взвешенных веществ, мг/дм ³ , для датчиков: Д-ВВ Д-МВВ	от 1 до 2000 от 1 до 2000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ для датчиков Д-ВВ и Д-МВВ, мг/дм ³ , в поддиапазонах: - от 1 до 10 мг/дм ³ , включ. - св. 10 до 500 мг/дм ³ включ. - св. 500 до 2000 мг/дм ³ включ.	$\pm(0,5+0,1 \cdot C)^2$ $\pm 0,1 \cdot C^2$ $\pm 0,06 \cdot C^2$
¹⁾ Диапазоны измерений датчиков могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса. Фактические диапазоны измерений указываются в паспорте анализатора. ²⁾ С – измеренное значение показателя.	

Таблица 4 – Метрологические характеристики измерений массовой концентрации растворенного кислорода

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений ¹⁾ массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм ³ , для датчиков Д-О2А и Д-О2Л:	от 0,018 до 20
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода для датчиков Д-О2А и Д-О2Л, мг/дм ³	$\pm(0,015+0,05 \cdot C)^2$
¹⁾ Диапазоны измерений датчиков могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса. Фактические диапазоны измерений указываются в паспорте анализатора. ²⁾ С – измеренное значение показателя.	

Таблица 5 – Метрологические характеристики измерений массовой концентрации нефти, нефтепродуктов (НП), полиароматических углеводородов (ПАУ)

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений ¹⁾ массовой концентрации нефти и НП, мг/дм ³ , для датчиков: Д-НП-ФА1 Д-НП-ФА2 Д-НП-ФА7 Д-НП-СП	от 0,15 до 5,0 от 1,25 до 1000 от 0,04 до 5000 от 0,01 до 1000
Диапазон измерений ¹⁾ массовой концентрации ПАУ для датчиков Д-НП-ФА7, мг/дм ³	от 0,002 до 500

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефти и НП, для датчиков Д-НП-ФА1, мг/дм ³	$\pm(0,1+0,05 \cdot C)^{2)}$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефти и НП, для датчиков Д-НП-ФА2, мг/дм ³ , в поддиапазонах: от 1,25 до 50 мг/дм ³ включ. св. 50 до 1000 мг/дм ³ включ.	$\pm(1,0+0,15 \cdot C)^{2)}$ $\pm(10,0+0,15 \cdot C)^{2)}$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации нефти и НП, для датчиков Д-НП-ФА7, мг/дм ³ , в поддиапазонах: от 0,04 до 1,5 мг/дм ³ включ. св. 1,5 до 15 мг/дм ³ включ. св. 15 до 150 мг/дм ³ включ. св. 150 до 500 мг/дм ³ включ. св. 500 до 5000 мг/дм ³ включ.	$\pm(0,03+0,1 \cdot C)^{2)}$ $\pm(0,30+0,1 \cdot C)^{2)}$ $\pm(3,0+0,1 \cdot C)^{2)}$ $\pm(10,0+0,1 \cdot C)^{2)}$ $\pm(10,0+0,15 \cdot C)^{2)}$
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ПАУ для датчиков Д-НП-ФА7, мг/дм ³ , в поддиапазонах: от 0,002 до 0,05 мг/дм ³ включ. св. 0,05 до 0,5 мг/дм ³ включ. св. 0,5 до 1,5 мг/дм ³ включ. св. 1,5 до 5 мг/дм ³ включ. св. 5 до 500 мг/дм ³ включ.	$\pm(0,001+0,05 \cdot C)^{2)}$ $\pm(0,005+0,05 \cdot C)^{2)}$ $\pm(0,02+0,05 \cdot C)^{2)}$ $\pm(0,1+0,05 \cdot C)^{2)}$ $\pm(1,0+0,05 \cdot C)^{2)}$
Пределы допускаемой приведенной (к верхнему значению диапазона измерений ¹⁾) погрешности измерений массовой концентрации нефти и НП, для датчиков Д-НП-СП, %	± 10
¹⁾ Диапазоны измерений датчиков могут быть программно ограничены в соответствии с требованиями технологического процесса. Фактические диапазоны измерений указываются в паспорте анализатора. ²⁾ C – измеренное значение показателя.	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 19 февраля 2021 г. № 148»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 09.02.2022 г. № 324 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах»

Приказ Росстандарта от 27.03.2025 г. № 609 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей»

Приказ Росстандарта от 25.07.2023 г. № 1505 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой концентрации растворенных в жидких средах газов (кислорода, водорода и углекислого газа)»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 8.135-2004 ГСИ. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 8.450-81 ГСИ. Шкала окислительных потенциалов водных растворов

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 195-77 Реактивы. Натрий сернистоокислый. Технические условия

ГОСТ 1277-75 Реактивы. Серебро азотнокислородное. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4234-77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4525-77 Реактивы. Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 10455-80 Реактивы. 1,4-Диоксан. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19627-74 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 6.

Таблица 6 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик:			
- определение абсолютной погрешности измерений pH;	да	да	11.1
- определение абсолютной погрешности измерений ОВП;	да	да	11.2
- определение абсолютной и относительной погрешностей измерений УЭП;	да	да	11.3
- определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода;	да	да	11.4
- определение абсолютной и приведенной (к верхнему значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности);	да	да	11.5
- проверка диапазонов измерений pH, ОВП, УЭП, массовой концентрации растворенного кислорода, массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности);	да	да	11.6
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +20 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 7.

Таблица 7 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °C, относительной влажности $\pm 5,0$ %.	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Буферные растворы 2-го или 3-го разряда по ГОСТ 8.135, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения pH $\pm 0,03$	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH, рег. № 33545-12
	Буферные растворы 2-го разряда по ГОСТ 8.450-81, абсолютная погрешность воспроизведения ОВП ± 3 мВ	Стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег. № 61364-15
	Рабочий эталон единицы массовой концентрации растворенного кислорода в воде по Государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Росстандарта от 25.07.2023 г. № 1505 – анализатор кислорода, диапазон измерений от 0,1 до 20 мг/дм ³ , с пределами относительной погрешности измерений $\pm 2,0$ %	Анализатор жидкости многопараметрический inoLab рег. № 49093-12

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Диапазон измерений УЭП от $1 \cdot 10^{-6}$ до 100 См/м, пределы допускаемой относительной погрешности измерений УЭП $\pm 0,25 \%$	Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1-0,15Р, рег. № 31468-06
	Весы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1, с пределами допускаемых значений абсолютной погрешности $\pm 0,5$ мг	Весы неавтоматического действия МСА225S-2ORU-I, рег. № 79348-20
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 10,6 до 11,8 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25 \%$ ($P=0,95$)	Стандартный образец удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-1) ГСО 7374-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 1,23 до 1,32 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25 \%$ ($P=0,95$)	Стандартный образец удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-2) ГСО 7375-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,134 до 0,148 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25 \%$ ($P=0,95$)	Стандартный образец удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-3) ГСО 7376-97
	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости от 0,028 до 0,030 См/м, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 0,25 \%$ ($P=0,95$)	Стандартный образец удельной электрической проводимости водных сред (УЭП-4) ГСО 7377-97
	Мутность по формазиневой шкале от 3800 до 4200 ЕМФ, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0 \%$ ($P=0,95$)	Стандартный образец мутности воды (МФ) ГСО 11167-2018
	Интервал аттестованных значений массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе от 3,5 до 4,5 %, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 4,0 \%$ ($P=0,95$)	Стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Интервал допускаемых аттестованных значений содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице от 0,005 до 5,0 мг, границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 1,3\%$ ($P=0,95$)	Стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 7117-94
	Интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации бенз(а)пирена от 95 до 105 мкг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности $\pm 2,0\%$ ($P=0,95$)	Стандартный образец состава раствора бенз(а)пирена в гексане (ацетонитриле) ГСО 7515-98
	Диапазон измерений температуры от 0 до +100 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,1$ °С	Термометр сопротивления платиновый вибропрочный ТСПВ-1.1, рег. № 50256-12
	Диапазон измерений температуры от минус 200 °С до 962 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,1$ °С	Измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05, рег. № 29933-05
	Диапазон регулирования температуры от 0 до +100 °С, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды $\pm 0,1$ °С	Термостат водяной F25-МА
	Вспомогательные средства поверки: посуда мерная 2 класса точности по ГОСТ 1770; пипетки II класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227; вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144; кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204; хлористый калий, х.ч. по ГОСТ 4234; 1,4-диоксан стинцилляционный по ГОСТ 10455; сульфит натрия по ГОСТ 195; хлорид кобальта по ГОСТ 4525; серебро азотнокислое ГОСТ 1277-75; натрия гидроокись по ГОСТ 4328; гидрохинон по ГОСТ 19627; фильтровальная лабораторная бумага по ГОСТ 12026; электрическая бытовая плитка по ГОСТ 14919; магнитная мешалка.	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в эксплуатационной документации (далее – ЭД);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовка к проведению поверки

9.1.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 7.

9.1.2 Перед проведением поверки анализатор подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

9.1.3 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), а также стандарт-титры буферных растворов, предусмотренные в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению.

9.2 Опробование

9.2.1 Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения дистиллированной воды или рабочего водного раствора. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей анализатора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера). Номер версии ПО может быть выведен в окне ПО анализатора при обращении к соответствующему подпункту меню в ПО анализатора:

- для МП АВ 100, МП АВ 100Ex: войти в меню → нажать на кнопку «ESC» → ввести пароль «0000» → «Enter», на экране появится номер версии ПО (строка «SW Ver»);

- для МП АВ 200 с ЖК-дисплеем: войти в меню → выбрать пункт меню «Version» → нажать на кнопку «Enter» («Ввод»), на экране появится номер версии ПО (строка «System»);

- для МП АВ 200 с OLED-дисплеем, МП АВ 200Ex : войти в меню → выбрать пункт меню «Common» → «Information», на экране появится номер версии ПО (строка «System»).

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 8.

Таблица 8 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модели			
	МП АВ 100 МП АВ 100Ex	МП АВ 200		МП АВ 200Ex
Идентификационное наименование ПО	SMART METER-X ¹⁾	GDC-01/02 ²⁾	GDC-02 tool ³⁾	GDC-02 tool
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.121.x ⁴⁾	V1.0.x ⁴⁾	V2.P.x ⁴⁾	V2.P.x ⁴⁾
Цифровой идентификатор ПО	—	—	—	—

¹⁾ В зависимости от применяемых первичных преобразователей (датчиков) X может принимать значения -TSS, -EC, -DO, -TURB, -pH/ORP, -CONC, -ODO.
²⁾ Для вторичного преобразователя с ЖК-дисплеем.
³⁾ Для вторичного преобразователя с OLED-дисплеем.
⁴⁾ x относится к метрологически незначимой части ПО и принимает буквенные и цифровые значения от a до z и от 0 до 999. Формат номера может содержать от 1 до 3 значений x, разделенных точкой.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH

11.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений pH провести с использованием буферных растворов – рабочих эталонов pH, указанных в таблице 7. Провести измерения pH буферных растворов – рабочих эталонов pH, воспроизводящих значения pH=4,01, pH=6,86 и pH=9,18 (допускается также использовать вместо буферных растворов pH=6,86 и pH=9,18 буферные растворы pH=7,00 и pH=10,00) при температуре растворов (25±0,2) °C.

11.1.2 Провести не менее трех измерений pH в каждом буферном растворе.

11.2 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП

11.2.1 Определение абсолютной погрешности измерений ОВП провести с использованием буферных растворов, указанных в таблице 7. Провести измерения ОВП буферных растворов, воспроизводящих значения ОВП при температуре растворов (25±0,2) °C. Использовать не менее двух буферных растворов.

11.2.2 Провести не менее трех измерений ОВП в каждом буферном растворе.

11.3 Определение абсолютной и относительной погрешностей измерений УЭП

11.3.1 Определение абсолютной и относительной погрешностей измерений УЭП провести с использованием ГСО УЭП, указанных в таблице 7, и/или с использованием кондуктометрической поверочной установки КПУ-1-0,15Р, указанной в таблице 7, и рабочих проб, подготовленных в соответствии приложением А.

11.3.2 Для определения абсолютной и относительной погрешностей измерений УЭП для датчиков Д-КП необходимо обеспечить наличие не менее, чем одной точки измерений в поддиапазоне от 0,055 до 1,0 мкСм/см включ. (для датчиков, попадающих в данный поддиапазон) и не менее, чем трех точек в поддиапазоне св. 1 до 200000 мкСм/см (выбрать точки, соответствующие началу, середине и концу действительного диапазона измерений УЭП поверяемого датчика).

11.3.3 Для определения абсолютной и относительной погрешностей измерений УЭП для датчиков Д-ТП необходимо обеспечить наличие не менее, чем одной точки измерений в поддиапазоне от 50 до 500 мкСм/см включ. (для датчиков, попадающих в данный поддиапазон) и не менее, чем трех точек в поддиапазоне св. 500 до 1000000 мкСм/см (выбрать точки, соответствующие началу, середине и концу действительного диапазона измерений УЭП поверяемого датчика).

11.3.4 В части диапазона измерений УЭП, не закрываемой ГСО УЭП (диапазон воспроизводимых значений УЭП от 100 до 200000 мкСм/см) приготовить контрольные растворы в соответствии с приложением А. Проконтролировать значение УЭП приготовленных контрольных растворов при помощи кондуктометрической поверочной установки КПУ-1-0,15Р, указанной в таблице 7.

Примечание – В части диапазона измерений УЭП, закрываемой ГСО УЭП (диапазон воспроизводимых значений УЭП от 100 до 200000 мкСм/см) допускается использовать рабочие пробы, представляющие водный раствор хлористого калия и приготовленные согласно приложения А. Значение УЭП приготовленных контрольных растворов проконтролировать при помощи кондуктометрической поверочной установки КПУ-1-0,15Р, указанной в таблице 7.

11.3.5 Датчик измерения УЭП погрузить в первый подготовленный раствор. Провести не менее трех измерений УЭП.

11.3.6 Провести аналогичные измерения для всех подготовленных растворов ГСО или рабочих проб УЭП.

11.4 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода

11.4.1 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода провести с помощью рабочих растворов, путем сличений показаний

поверяемого анализатора и рабочего эталона единицы массовой концентрации растворенного кислорода, указанного в таблице 7.

11.4.2 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода в растворе с нулевым содержанием растворенного кислорода.

11.4.2.1 Приготовить раствор с нулевым содержанием растворенного кислорода одним из двух способов.

11.4.2.1.1 В мерную колбу 250 см³ поместить навеску 12,5 г сульфита натрия по ГОСТ 195, взвешенную с точностью до 0,01 г, и растворить в небольшом количестве дистиллированной воды. Затем довести объем в колбе до метки дистиллированной водой и перемешать. Готовый раствор сульфита натрия по ГОСТ 195 с массовой концентрацией 50 г/дм³ отстоять в закрытой колбе не менее 1 часа при температуре 20 °С. Для ускорения процесса деоксирования раствора рекомендуется добавить в колбу 10 мг хлорида кобальта по ГОСТ 4525 или серебра азотнокислого по ГОСТ 1277. Раствор можно использовать в течение суток с момента приготовления.

11.4.2.1.2 В коническую колбу вместимостью 500 см³ налить 250 см³ дистиллированной воды, добавить $(3,0 \pm 0,1)$ г гидроксида натрия по ГОСТ 4328, перемешать раствор и добавить $(1,5 \pm 0,1)$ г гидрохинона по ГОСТ 19627. Раствор тщательно перемешать. Срок годности раствора в плотно закрытой посуде до одного месяца.

11.4.2.2 Датчик измерения массовой концентрации растворенного кислорода погрузить в подготовленный раствор с нулевым содержанием растворенного кислорода. Провести не менее трех измерений массовой концентрации растворенного кислорода.

11.4.3 Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода в воде, насыщенной атмосферным воздухом.

11.4.3.1 Датчики поверяемого анализатора и рабочего эталона вынуть из раствора с нулевым содержанием растворенного кислорода, тщательно промыть их чувствительную часть сначала водопроводной водой, а затем дистиллированной водой. С помощью фильтровальной бумаги удалить оставшиеся капли воды.

11.4.3.2 В чистый стакан налить 100 см³ дистиллированной воды и выдержать в течение 1 часа, непрерывно перемешивая с помощью магнитной мешалки. Датчики поверяемого анализатора и рабочего эталона поместить в стакан так, чтобы они находились на расстоянии (20 ± 10) мм ниже поверхности воды и выдержать в течение 15 минут, постоянно перемешивая. Затем снять показания рабочего эталона и поверяемого анализатора.

11.4.3.3 Провести не менее трех измерений массовой концентрации растворенного кислорода в растворе, насыщенном атмосферным воздухом, с помощью поверяемого анализатора и рабочего эталона единицы массовой концентрации растворенного кислорода.

11.5 Определение абсолютной и приведенной (к верхнему значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности)

11.5.1 Определение абсолютной и приведенной (к верхнему значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) провести с использованием:

- стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 7117-94 для определения абсолютной и приведенной (к верхнему значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации нефти и НП;

- стандартный образец состава раствора бенз(а)пирена в гексане (ацетонитриле) ГСО 7515-98 для определения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ПАУ;

- стандартный образец мутности воды (МФ) ГСО 11167-2018 для определения абсолютной погрешности измерений мутности;

- стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92 для определения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации взвешенных веществ.

11.5.2 Для каждого компонента (показателя) приготовить не менее двух контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации компонента (показателя), соответствующими началу и концу диапазона (при наличии поддиапазонов измерений необходимо обеспечить по одной точке в каждом поддиапазоне измерений).

11.5.3 Последовательность приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации компонента (показателя) приведена в приложении Б.

11.5.4 Провести не менее трех измерений массовой концентрации компонента (показателя) в каждом контрольном растворе.

11.6 Проверка диапазонов измерений pH, ОВП, УЭП, массовой концентрации растворенного кислорода, массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности)

11.6.1 Проверку диапазонов измерений pH, ОВП, УЭП, массовой концентрации растворенного кислорода, массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) провести одновременно с определением абсолютной погрешности измерений pH по 11.1, абсолютной погрешности измерений ОВП по 11.2, абсолютной и относительной погрешностей измерений УЭП по 11.3, абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода по 11.4, абсолютной и приведенной (к верхнему значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации

компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) по 11.5, (проводят измерения рН, ОВП, УЭП, массовой концентрации растворенного кислорода, массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) в начале, середине и в конце диапазона измерений).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, рассчитать абсолютную погрешность измерений рН для каждого j -ого измерения i -ого буферного раствора (ΔpH_{ij}) по формуле

$$\Delta pH_{ij} = pH_{ij} - pH_{izm} \quad (1)$$

где pH_{ij} – j -ый результат измерений рН i -ого буферного раствора;

pH_{izm} – значение рН, воспроизводимое i -ым буферным раствором при температуре 25 °С.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений рН не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать абсолютную погрешность измерений ОВП для каждого j -ого измерения i -ого буферного раствора (ΔX_{ij} , мВ) по формуле

$$\Delta X_{ij} = X_{ij} - X_{izm} \quad (2)$$

где X_{ij} – j -ый результат измерений ОВП i -ого буферного раствора, мВ;

X_{izm} – значение ОВП, воспроизводимое i -ым буферным раствором при температуре 25 °С, мВ.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений ОВП не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

12.3 Для результатов измерений, полученных по 11.3, в поддиапазоне от 0,055 до 1,0 мкСм/см включ. (для датчиков Д-КП) и в поддиапазоне от 50 до 500 мкСм/см включ. (для датчиков Д-ТП) рассчитать абсолютную (ΔY_{ij} , мкСм/см) погрешность измерений УЭП для каждого j -ого измерения i -ого раствора по формуле

$$\Delta Y_{ij} = Y_{ij} - Y_{izm} \quad (3)$$

где Y_{ij} – j -ый результат измерений УЭП в i -ом растворе, мкСм/см;

Y_{izm} – аттестованное значение УЭП в i -ом ГСО в соответствии с паспортом или измеренное с помощью установки поверочной кондуктометрической, мкСм/см.

Для результатов измерений, полученных по 11.3, в поддиапазоне св. 1 до 200000 мкСм/см (для датчиков Д-КП) и в поддиапазоне св. 500 до 1000000 мкСм/см (для датчиков Д-ТП) рассчитать относительную (δY_{ij} , %) погрешность измерений УЭП для каждого j -ого измерения i -ого раствора по формуле

$$\delta Y_{ij} = \frac{Y_{ij} - Y_{izm}}{Y_{izm}} \cdot 100 \quad (4)$$

Полученные значения абсолютной и относительной погрешностей измерений УЭП не должны превышать пределов, приведенных в таблице 2.

12.4 Для результатов измерений, полученных по 11.4, рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации растворенного кислорода для каждого j -ого измерения i -ого раствора ($\Delta(O_2)_{ij}$, мг/дм³) по формуле

$$\Delta(O_2)_{ij} = (O_2)_{ij} - (O_2)_{izm} \quad (5)$$

где $(O_2)_{ij}$ – j -ый результат измерений массовой концентрации растворенного кислорода в i -ом растворе, мг/дм³;

$(O_2)_{izm}$ – значение массовой концентрации растворенного кислорода, измеренное рабочим эталоном единицы растворенного кислорода в i -ом растворе, мг/дм³.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода не должны превышать пределов, приведенных в таблице 4.

12.5 Для результатов измерений, полученных по 11.5, рассчитать абсолютную погрешность измерений массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) для каждого j -ого измерения i -ого раствора (ΔC_{ij} , мг/дм³, (ЕМФ)) по формуле

$$\Delta C_{ij} = C_{ij} - C_{izm} \quad (6)$$

где C_{ij} – j -ый результат измерений массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i -ом растворе, мг/дм³, (ЕМФ);

C_{izm} – расчетное значение массовой концентрации определяемого компонента (показателя) в i -ом растворе, мг/дм³, (ЕМФ), приготовленном согласно приложения Б.

Для датчиков Д-НП-СП рассчитать приведенную (к верхнему значению диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации нефти и НП для каждого j -ого измерения i -ого раствора (γC_{ij} , %) по формуле

$$\gamma C_{ij} = \frac{C_{ij} - C_{izm}}{C_{пред.}} \cdot 100 \quad (7)$$

где $C_{гид}$ – верхний предел диапазона измерений массовой концентрации нефти и НП, установленный для поверяемого датчика, мг/дм³.

Полученные значения абсолютной и приведенной (к верхнему значению диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) не должны превышать пределов, приведенных в таблицах 3 и 5.

12.6 Полученные значения диапазонов измерений рН, ОВП, УЭП, массовой концентрации растворенного кислорода, массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) должны удовлетворять требованиям таблиц 1-5.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

13.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов, предназначенных для воспроизведения значений УЭП для поверки в диапазоне от $1 \cdot 10^{-2}$ до 1000000 мкСм/см

А.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- установка кондуктометрическая поверочная или лабораторный кондуктометр с погрешностью измерения не более 1,0 %;
- весы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абсолютной погрешностью $\pm 0,5 \text{ мг}$;
- лабораторные весы общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г;
- термометр ртутный стеклянный лабораторный, диапазон температур от 0 до $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$, цена деления не более $0,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- серная кислота х.ч. по ГОСТ 4204;
- хлористый калий, х.ч. по ГОСТ 4234;
- 1,4-диоксан стинцилляционный по ГОСТ 10455;
- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144;
- колбы мерные 2-го класса точности, ГОСТ 1770;
- пипетки с одной меткой 2-го класса точности, ГОСТ 29169;
- пипетки градуированные 2-го класса точности, ГОСТ 29227;
- цилиндры исполнения 1, ГОСТ 1770;
- стакан лабораторный, ГОСТ 25336;
- фильтровальная лабораторная бумага, ГОСТ 12026;
- термостат водяной F25-МА, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне от $+15$ до $+35 \text{ }^{\circ}\text{C}$, погрешность поддержания температуры $\pm 0,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- универсальный сушильный шкаф UN30 с погрешностью поддержания температуры $\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- мешалка магнитная;
- электрическая бытовая плитка по ГОСТ 14919;

Примечание – Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

А.2 Условия приготовления растворов

- | | |
|---|---------------------|
| - температура окружающего воздуха, $^{\circ}\text{C}$ | от $+15$ до $+25$; |
| - относительная влажность воздуха, %, не более | 80 |

А.3 Подготовка к приготовлению контрольных растворов

А.3.1 Перекристаллизация хлористого калия

А.3.1.1 Навеску хлористого калия массой 500 г растворяют в 900 см^3 дистиллированной воды при температуре $90-100 \text{ }^{\circ}\text{C}$ в стакане вместимостью 2000 см^3 . После полного растворения соли раствор фильтруют. Фильтрат переносят в чистый стакан и выпаривают на водяной бане до образования на поверхности раствора кристаллической пленки. Раствор охлаждают до температуры окружающей среды: выпавшие кристаллы отделяют от раствора декантацией, отфильтровывают под вакуумом, переносят в фарфоровую чашку и сушат в сушильном шкафу при температуре $(100 \pm 5) \text{ }^{\circ}\text{C}$ до постоянной массы.

А.3.2 Приготовление хлористого калия молярной концентрации 0,005 моль/дм³

А.3.2.1 На лабораторных весах, указанных в п. А.1, взвешивают в бюксе навеску перекристаллизованного хлористого калия массой 745,5 мг, растворяют его в 15-20 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см³ и заливают дистиллированной водой, не доводя уровень воды до отметки 2-3 см.

Колбу с раствором помещают в термостат и выдерживают в течение 30 мин при температуре (20,0±0,1) °С и затем доливают дистиллированной водой, термостатированной при той же температуре. Содержимое колбы тщательно перемешивают и используют для приготовления контрольных растворов

А.4 Приготовление контрольных растворов

А.4.1 Приготовление контрольных растворов УЭП в поддиапазоне от 1·10⁻² до 100 мкСм/см

А.4.1.1 Контрольные растворы УЭП в поддиапазоне от 1·10⁻² до 100 мкСм/см представляют собой смесь водного раствора 1,4-диоксана и хлористого калия молярной концентрации 0,005 моль/дм³. Номера контрольных растворов, их УЭП и другие характеристики, необходимые для приготовления растворов, приведены в таблице А.1. Контрольные растворы готовят массой 300 г при температуре растворов (20,0±0,1) °С.

Таблица А.1 – Пример приготовления контрольных растворов с известным значением УЭП

Номер раствора	Удельная электрическая проводимость при 25 °С, мкСм/см	Состав или наименование контрольных растворов, г		Предварительные объемы, см ³	
		водный раствор КСl 0,005 моль/дм ³ (электролит)	1,4-диоксан (растворитель)	хлористого калия 0,005 моль/дм ³	1,4-диоксана
1	0,014	15,00	285,0	13,0	-
2	0,14	22,50	277,5	20,5	266
3	2,16	36,00	264,0	36,0	253
4	18,2	60,00	240,0	58,0	230
5	87	120,00	180,0	118,0	172

Примечание – Предварительный объем 1,4-диоксана рассчитан для плотности, равной 1,0338 г/см³.

А.4.1.2 В высушенную и взвешенную колбу с притертой пробкой при помощи цилиндра заливают предварительный объем хлористого калия молярной концентрации 0,005 моль/дм³, затем ставят на весы и осторожным прибавлением раствора пипеткой восполняют остальную массу до получения требуемой массы хлористого калия. В эту же колбу другим цилиндром наливают соответствующий предварительный объем 1,4-диоксана. Остальную массу восполняют осторожным прибавлением пипеткой до получения требуемой массы. При взвешивании пробка должна находиться на весах рядом с колбой. После взвешивания колбу, в которой находится смесь, закрывают пробкой и хорошо перемешивают.

А.4.1.3 УЭП каждого приготовленного рабочего раствора проверяют с помощью кондуктометрической поверочной установки или с помощью лабораторного кондуктометра с погрешностью измерения не более 1,0 %.

А.4.2 Приготовление контрольных растворов УЭП в поддиапазоне от 100 до 200000 мкСм/см

А.4.2.1 Контрольные растворы УЭП в поддиапазоне от 100 до 200000 мкСм/см представляют собой водный раствор хлористого калия. Концентрацию водного раствора

хлористого калия с требуемым значением УЭП определяют с помощью линейной интерполяции по формуле

$$C_N = \frac{k_2 - k}{k_2 - k_1} \cdot C_{N_1} + \frac{k - k_1}{k_2 - k_1} \cdot C_{N_2} \quad (A.1)$$

$$k_1 < k < k_2$$

где C_N – концентрация хлористого калия в растворе с требуемой УЭП, моль/дм³;
 C_{N_1}, C_{N_2} – концентрации хлористого калия из таблицы А.2 ($C_{N_2} > C_{N_1}$), моль/дм³;
 k_1, k_2 – соответствующие вышеуказанным концентрациям УЭП (таблица А.2), мкСм/см;
 k – УЭП получаемого раствора, мкСм/см.

Таблица А.2 – Зависимость УЭП водных растворов хлористого калия от его концентрации при температуре 25 °С (Молярная масса KCl: $M=74,552$ г/моль)

C_N , моль/л	0,0005	0,001	0,005	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0
k , мкСм/см	74	147	720	1413	2770	6700	12880	24300	58600	111800	205000

А.4.2.2 Количество хлористого калия, необходимое для приготовления раствора заданной концентрации, рассчитывают по формуле

$$m = C_N \cdot M \cdot V \quad (A.2)$$

где m – количество хлористого калия, г;
 M – молярная масса, г/моль;
 V – объем изготавливаемого раствора, дм³.

А.4.2.3 Взвешивают на лабораторных весах не ниже 2-го класса точности рассчитанное количество хлорида калия. Бюксу, в которой проводят взвешивание, заполняют не более чем на 0,3 объема. Растворяют хлористый калий дистиллированной водой, переносят в мерный цилиндр, не доводя на 2-3 см уровень воды в мерном цилиндре до отметки, указывающей объем изготавливаемого раствора. Помещают мерный цилиндр в термостат и выдерживают в течение 30 мин при температуре $(20,0 \pm 0,1)$ °С, затем доливают мерный цилиндр дистиллированной водой при той же температуре до отметки, указывающей объем изготавливаемого раствора. Переливают полученный раствор в коническую плоскодонную колбу с притертой пробкой, выдерживают его не менее 12 ч.

А.4.2.4 УЭП каждого приготовленного рабочего раствора проверяют с помощью кондуктометрической поверочной установки или с помощью лабораторного кондуктометра с погрешностью измерения не более 1,0 %, а затем разливают в емкости, предназначенные для хранения.

А.4.2.5 Для поддиапазона от 10 до 100 мкСм/см допускается рассчитывать значение УЭП приготовленного раствора как сумму рассчитанного по таблице А.2 и предварительно измеренного значения УЭП дистиллированной воды, примененной для приготовления раствора.

А.4.3 Приготовление контрольных растворов УЭП в поддиапазоне от 200000 до 1000000 мкСм/см

А.4.3.1 Контрольные растворы УЭП в поддиапазоне от 200000 до 1000000 мкСм/см представляют собой водный раствор серной кислоты. Номера контрольных растворов, их УЭП и другие характеристики, необходимые для приготовления растворов, приведены в таблице А.3. Контрольные растворы готовят при температуре растворов $(25,0 \pm 0,1)^\circ\text{C}$.

Таблица А.3 – Пример приготовления контрольных растворов с известным значением УЭП

№ раствора	Массовая доля серной кислоты, %	Плотность серной кислоты, г/см ³	УЭП раствора, мкСм/см
1	5	1,030	230000
2	10	1,064	430000
3	15	1,099	590000
4	20	1,137	710000
5	25	1,175	790000
6	30	1,215	820000
7	35	1,256	810000
8	40	1,299	770000

А.4.3.2 Растворы кислоты с определенной массовой долей готовят разбавлением кислот большей концентрации. Объем концентрированной кислоты ($V_{H_2SO_4}$, см³), необходимый для приготовления 1 дм³ раствора, рассчитывают по формуле

$$V_{H_2SO_4} = \frac{\omega \cdot \rho \cdot V_{\text{колб.}}}{\omega_{\text{исх.}} \cdot \rho_{\text{исх.}}} \quad (\text{А.3})$$

где ω – требуемая массовая доля кислоты в растворе, %;

ρ – требуемая плотность раствора кислоты (при 25 °С), г/см³;

$\omega_{\text{исх.}}$ – массовая доля исходной кислоты, %;

$\rho_{\text{исх.}}$ – плотность исходной кислоты (при 25 °С), г/см³;

V – объем мерной колбы (равен 1000 см³), см³.

А.4.3.3 В таблице А.4 приведены примеры приготовления растворов серной кислоты различной концентрации объемом 1000 см³, а в таблице А.5 приведена зависимость плотности серной кислоты различной концентрации от температуры

Таблица А.4 – Пример приготовления растворов объемом 1000 см³

№ раствора	Требуемая массовая доля серной кислоты, %	Объем серной кислоты с массовой долей 40 %, см ³	Объем воды, необходимый для приготовления раствора, см ³
1	5	99	901
2	10	205	795
3	15	317	683
4	20	437	563
5	25	565	435
6	30	701	299
7	35	846	154

Таблица А.5 – Зависимость плотности серной кислоты различной концентрации от температуры

Массовая доля серной кислоты, %	Значение плотности серной кислоты для температуры										
	0 °C	10 °C	15 °C	20 °C	25 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	80 °C	100 °C
1	1,0074	1,0068	1,0060	1,0051	1,0038	1,0022	0,9986	0,9944	0,9895	0,9779	0,9645
2	1,0147	1,0138	1,0129	1,0118	1,0104	1,0087	1,0050	1,0006	0,9956	0,9839	0,9705
3	1,0219	1,0206	1,0197	1,0184	1,0169	1,0152	1,0113	1,0067	1,0017	0,9900	0,9766
4	1,0291	1,0275	1,0264	1,0250	1,0234	1,0216	1,0176	1,0129	1,0078	0,9961	0,9827
5	1,0364	1,0344	1,0332	1,0317	1,0300	1,0281	1,0240	1,0192	1,0140	1,0022	0,9888
6	1,0437	1,0414	1,0400	1,0385	1,0367	1,0347	1,0305	1,0256	1,0203	1,0084	0,9950
7	1,0511	1,0485	1,0469	1,0453	1,0434	1,0414	1,0371	1,0321	1,0266	1,0146	1,0013
8	1,0585	1,0556	1,0539	1,0522	1,0502	1,0481	1,0437	1,0386	1,0330	1,0209	1,0076
9	1,0660	1,0628	1,0610	1,0591	1,0571	1,0549	1,0503	1,0451	1,0395	1,0273	1,0140
10	1,0735	1,0700	1,0681	1,0661	1,0640	1,0617	1,0570	1,0517	1,0460	1,0338	1,0204
11	1,0810	1,0773	1,0753	1,0731	1,0710	1,0686	1,0637	1,0584	1,0526	1,0403	1,0269
12	1,0886	1,0846	1,0825	1,0802	1,0780	1,0756	1,0705	1,0651	1,0593	1,0469	1,0335
13	1,0962	1,0920	1,0898	1,0874	1,0851	1,0826	1,0774	1,0719	1,0661	1,0536	1,0402
14	1,1039	1,0994	1,0971	1,0947	1,0922	1,0897	1,0844	1,0788	1,0729	1,0603	1,0469
15	1,1116	1,1069	1,1045	1,1020	1,0994	1,0968	1,0914	1,0857	1,0798	1,0671	1,0537
16	1,1194	1,1145	1,1120	1,1094	1,1067	1,1040	1,0985	1,0927	1,0868	1,0740	1,0605
17	1,1272	1,1221	1,1195	1,1168	1,1141	1,1113	1,1057	1,0998	1,0938	1,0809	1,0674
18	1,1351	1,1298	1,1271	1,1243	1,1215	1,1187	1,1129	1,1070	1,1009	1,0879	1,0744
19	1,1430	1,1375	1,1347	1,1318	1,1290	1,1261	1,1202	1,1142	1,1081	1,0950	1,0814
20	1,1510	1,1453	1,1424	1,1394	1,1365	1,1335	1,1275	1,1215	1,1153	1,1021	1,0885
21	1,1590	1,1531	1,1501	1,1471	1,1441	1,1410	1,1349	1,1288	1,1226	1,1093	1,0957
22	1,1670	1,1609	1,1579	1,1548	1,1517	1,1486	1,1424	1,1362	1,1299	1,1166	1,1029
23	1,1751	1,1688	1,1657	1,1626	1,1594	1,1563	1,1500	1,1437	1,1373	1,1239	1,1102
24	1,1832	1,1768	1,1736	1,1704	1,1672	1,1640	1,1576	1,1512	1,1448	1,1313	1,1176
25	1,1914	1,1848	1,1816	1,1783	1,1750	1,1718	1,1653	1,1588	1,1523	1,1388	1,1250
26	1,1996	1,1929	1,1896	1,1862	1,1829	1,1796	1,1730	1,1665	1,1599	1,1463	1,1325
27	1,2078	1,2010	1,1976	1,1942	1,1909	1,1875	1,1808	1,1742	1,1676	1,1539	1,1400
28	1,2160	1,2091	1,2057	1,2023	1,1989	1,1955	1,1887	1,1820	1,1753	1,1616	1,1476
29	1,2243	1,2173	1,2138	1,2104	1,2069	1,2035	1,1966	1,1898	1,1831	1,1693	1,1553
30	1,2326	1,2255	1,2220	1,2185	1,2150	1,2115	1,2046	1,1977	1,1909	1,1771	1,1630
31	1,2409	1,2338	1,2302	1,2267	1,2232	1,2196	1,2126	1,2057	1,1988	1,1849	1,1708
32	1,2493	1,2421	1,2385	1,2349	1,2314	1,2278	1,2207	1,2137	1,2068	1,1928	1,1787
33	1,2577	1,2504	1,2468	1,2432	1,2396	1,2360	1,2289	1,2218	1,2148	1,2008	1,1866
34	1,2661	1,2588	1,2552	1,2515	1,2479	1,2443	1,2371	1,2300	1,2229	1,2088	1,1946
35	1,2746	1,2672	1,2636	1,2599	1,2563	1,2526	1,2454	1,2383	1,2311	1,2169	1,2027
36	1,2831	1,2757	1,2720	1,2684	1,2647	1,2610	1,2538	1,2466	1,2394	1,2251	1,2109
37	1,2917	1,2843	1,2805	1,2769	1,2732	1,2695	1,2622	1,2550	1,2477	1,2334	1,2192
38	1,3004	1,2929	1,2891	1,2855	1,2818	1,2780	1,2707	1,2635	1,2561	1,2418	1,2276
39	1,3091	1,3016	1,2978	1,2941	1,2904	1,2866	1,2793	1,2720	1,2646	1,2503	1,2361
40	1,3179	1,3103	1,3065	1,3028	1,2991	1,2953	1,2880	1,2806	1,2732	1,2589	1,2446
41	1,3268	1,3191	1,3153	1,3116	1,3079	1,3041	1,2967	1,2893	1,2819	1,2675	1,2532
42	1,3357	1,3280	1,3242	1,3205	1,3167	1,3129	1,3055	1,2981	1,2907	1,2762	1,2619
43	1,3447	1,3370	1,3332	1,3294	1,3256	1,3218	1,3144	1,3070	1,2996	1,2850	1,2707
44	1,3538	1,3461	1,3423	1,3384	1,3346	1,3308	1,3234	1,3160	1,3086	1,2939	1,2796
45	1,3630	1,3553	1,3515	1,3476	1,3437	1,3399	1,3325	1,3251	1,3177	1,3029	1,2886
46	1,3724	1,3646	1,3608	1,3569	1,3530	1,3492	1,3417	1,3343	1,3269	1,3120	1,2976
47	1,3819	1,3740	1,3702	1,3663	1,3624	1,3586	1,3510	1,3435	1,3362	1,3212	1,3067
48	1,3915	1,3835	1,3797	1,3758	1,3719	1,3680	1,3604	1,3528	1,3455	1,3305	1,3159

Массовая доля серной кислоты, %	Значение плотности серной кислоты для температуры										
	0 °C	10 °C	15 °C	20 °C	25 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	80 °C	100 °C
49	1,4012	1,3931	1,3893	1,3854	1,3814	1,3775	1,3699	1,3623	1,3549	1,3399	1,3253
50	1,4110	1,4029	1,3990	1,3951	1,3911	1,3872	1,3795	1,3719	1,3644	1,3494	1,3348
51	1,4209	1,4128	1,4088	1,4049	1,4009	1,3970	1,3893	1,3816	1,3740	1,3590	1,3444
52	1,6310	1,6228	1,4188	1,4148	1,4109	1,4069	1,3991	1,3914	1,3837	1,3687	1,3540
53	1,4412	1,4329	1,4289	1,4248	1,4209	1,4169	1,4091	1,4013	1,3936	1,3785	1,3637
54	1,4515	1,4431	1,4391	1,4350	1,4310	1,4270	1,4191	1,4113	1,4036	1,3884	1,3735
55	1,4619	1,4535	1,4494	1,4453	1,4412	1,4372	1,4293	1,4214	1,4137	1,3984	1,3834
56	1,4724	1,4640	1,4598	1,4557	1,4516	1,4475	1,4396	1,4317	1,4239	1,4085	1,3934
57	1,4830	1,4746	1,4703	1,4662	1,4621	1,4580	1,4500	1,4420	1,4342	1,4187	1,4035
58	1,4937	1,4852	1,4809	1,4768	1,4726	1,4685	1,4604	1,4524	1,4446	1,4290	1,4137
59	1,5046	1,4959	1,4916	1,4875	1,4832	1,4791	1,4709	1,4629	1,4551	1,4393	1,4240
60	1,5154	1,5067	1,5024	1,4983	1,4940	1,4898	1,4816	1,4735	1,4656	1,4497	1,4344
61	1,5264	1,5177	1,5133	1,5091	1,5048	1,5006	1,4923	1,4842	1,4762	1,4602	1,4449

А.4.3.4 Для приготовления растворов кислот необходимо налить немного (исходя из добавляемого количества кислоты) воды в мерную колбу, после чего рассчитанное количество кислоты приливать в воду небольшими порциями при помешивании, не доводя до метки 2-3 см. Для этого используют термостойкую посуду, так как процесс растворения сопровождается разогреванием. После охлаждения доводят объем раствора водой до 1 дм³ и перемешивают.

А.4.3.5 Контрольные растворы для других точек проверяемого диапазона измерений готовят путем объемного разбавления или укрепления исходных растворов. Если УЭП рабочего раствора проверяемой точки диапазона измерений превышает значение УЭП, данное в таблице, его надо разбавить раствором, имеющим следующее за ним меньшее значение УЭП. Если значение УЭП, ниже приведенного в таблице, то укрепить раствором, имеющим более высокую УЭП. Разбавленные или укрепленные растворы тщательно перемешать, измерить УЭП.

А.4.3.6 УЭП каждого приготовленного рабочего раствора проверяют с помощью кондуктометрической поверочной установки или с помощью лабораторного кондуктометра с погрешностью измерения не более 1,0 %.

А.5 Применение и хранение контрольных растворов

А.5.1 Контрольные растворы, состоящие из водного раствора хлористого калия и 1,4-диоксана, хранят в посуде из темного стекла, закрытой герметично, при температуре (25±10) °C с момента приготовления в течение не более:

- 8 ч. – раствор №1;
- 1 сут. – раствор №2;
- 3 сут. – раствор №3;
- 1 мес. – растворы №4 и №5.

А.5.2 Контрольные водные растворы хлористого калия и серной кислоты хранят в герметично закрытой посуде из стекла не более 1 мес. с момента приготовления.

А.5.3 Приготовленные контрольные растворы могут быть использованы в течение срока годности многократно при сохранении их чистоты и периодическом контроле их УЭП.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов путем последовательного разбавления ГСО

Б.1 Средства измерений, стандартные образцы, вспомогательное оборудование и реактивы:

- стандартный образец мутности воды (МФ) ГСО 11167-2018;
- стандартный образец массовой доли нерастворимых веществ каолина в твердой основе МНВ-20 ГСО 6541-92;
- стандартный образец содержания нефтепродуктов в водорастворимой матрице ГСО 7117-94;
- стандартный образец состава раствора бенз(а)пирена в гексане (ацетонитриле) ГСО 7515-98;
- весы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ мг;
- колбы мерные 2-го класса точности, ГОСТ 1770;
- пипетки с одной меткой 2-го класса точности, ГОСТ 29169;
- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144.

Б.2 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

Б.3 Приготовление контрольных растворов путем последовательного разбавления ГСО

Б.3.1 Подготовить ГСО в соответствии с его инструкцией, приведенной в паспорте на ГСО.

Б.3.2 В чистую, сухую мерную колбу отобрать аликвотную часть ГСО объемом ($V_{\text{аликвоты}}$, см³), вычисляемым по формуле

$$V_{\text{аликвоты}} = \frac{C_i \cdot V_{\text{колбы}}}{C_0} \quad (\text{Б.1})$$

где C_i – значение массовой концентрации компонента (показателя) (НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности), мг/дм³ (ЕМФ);

$V_{\text{колбы}}$ – заданный объем мерной колбы, необходимый для приготовления раствора, см³;

C_0 – значение массовой концентрации компонента (показателя) (НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) в ГСО или в уже приготовленном контрольном растворе), мг/дм³ (ЕМФ).

Б.3.3 Затем колбу заполнить дистиллированной водой, закрыть и тщательно перемешать.

Б.3.4 Абсолютную (ΔC_i , мг/дм³ (ЕМФ)) и относительную (δC_i , %) погрешности приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, взвешенных веществ, мутности) (при $P=0,95$) рассчитать по формулам

$$\Delta C_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta C_0}{C_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{\text{аликвоты}}}{V_{\text{аликвоты}}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{\text{колбы}}}{V_{\text{колбы}}}\right)^2} \quad (\text{Б.2})$$

$$\delta C_i = \frac{\Delta C_i}{C_i} \cdot 100 \quad (\text{Б.3})$$

где ΔC_0 – абсолютная погрешность ГСО или абсолютная погрешность приготовления имеющегося контрольного раствора, мг/дм³;

$\Delta V_{\text{посуды}}$ – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемой мерной посуды, см³;

$\Delta V_{\text{колбы}}$ – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемой мерной колбы, см³.

Б.4 Относительная погрешность приготовления контрольных растворов не превышает $\pm 4,0 \%$ для массовой концентрации взвешенных веществ и $\pm 2,5 \%$ для массовой концентрации компонента (показателя) (нефти, НП, ПАУ, мутности). Контрольные растворы рекомендуется использовать в день приготовления.

Б.5 Для приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации взвешенных веществ необходимо приготовить исходный контрольный раствор с массовой концентрацией взвешенных веществ 2000 мг/дм³, а затем из него приготовить контрольные растворы массовой концентрации взвешенных веществ путем последовательного разбавления исходного контрольного раствора аналогично п. Б.3.

Б.5.1 Для приготовления исходного контрольного раствора с массовой концентрацией взвешенных веществ 2000 мг/дм³ используется ГСО 6541-92, а также мерная посуда, средства измерений по п. Б.1.

Б.5.2 Мерную колбу вместимостью 500 см³ наполняют дистиллированной водой на треть, вносят навеску ГСО, рассчитанную по формуле Б.4, доводят до метки дистиллированной водой, закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Массу навески ГСО ($m_{\text{ГСО}}$, г) рассчитывают по формуле

$$m_{\text{ГСО}} = \frac{C_{\text{исх}} \cdot V_{\text{колбы}}}{A_{\text{ГСО}} \cdot 10^4}, \quad (\text{Б.4})$$

где $C_{\text{исх}}$ – значение массовой концентрации взвешенных веществ в приготавливаемом исходном контрольном растворе (2000 мг/дм³), мг/дм³;

$A_{\text{ГСО}}$ – аттестованное значение массовой доли нерастворимых веществ каолина на твердой основе в ГСО (приведено в паспорте), %;

$V_{\text{колбы}}$ – заданный объем мерной колбы, необходимый для приготовления исходного контрольного раствора, см³.

Б.5.3 Абсолютную ($\Delta C_{\text{исх}}$, мг/дм³) и относительную ($\delta C_{\text{исх}}$, %) погрешности приготовления контрольного раствора массовой концентрации взвешенных веществ (при $P=0,95$) рассчитать по формулам

$$\Delta C_{\text{исх}} = C_{\text{исх}} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A_{\text{ГСО}}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m_{\text{ГСО}}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V_{\text{колбы}}}\right)^2} \quad (\text{Б.5})$$

$$\delta C_{\text{исх}} = \frac{\Delta C_{\text{исх}}}{C_{\text{исх}}} \cdot 100 \quad (\text{Б.6})$$

где ΔA – абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли нерастворимых веществ каолина на твердой основе в ГСО (приведена в паспорте), %;

Δm – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемых весов, г;

ΔV – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемой мерной колбы, см³.

Б.5.4 Относительная погрешность приготовления исходного контрольного раствора не превышает $\pm 4,0 \%$.