

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

по производственной метрологии

ФГУП «ВНИИМС»

Н. В. Иванникова

" 23 " 03

2020 г.



Анализаторы жидкости цифровые SA11

Методика поверки

МП 205-06-2020

Москва 2020 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы жидкости цифровые SA11 (далее – анализаторы), выпускаемые по технической документации Yokogawa Electric Corporation, Япония, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Наименование документа на методику поверки
Внешний осмотр	п. 6.1 настоящей инструкции
Опробование	п. 6.2 настоящей инструкции
Определение метрологических характеристик: – определение основной абсолютной погрешности измерений рН (для датчиков рН и рН/ОВП) – определение абсолютной погрешности измерений ОВП (для датчиков рН/ОВП) – определение основной погрешности измерений УЭП (для датчиков проводимости)	ГОСТ Р 8.857-2013, п. 9.3 п. 6.3.2 настоящей инструкции ГОСТ Р 8.722-2010, п.п. 7.3, 7.4

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получают отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

1.3 Выполнение ограниченной поверки в соответствии с пунктами 16 и 18 Порядка проведения поверки, утвержденного приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815, не предусмотрено.

1.4 Анализатор с датчиком рН/ОВП поверяют для одной величины (рН или ОВП) в соответствии с назначением.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие эталоны, средства измерений, стандартные образцы, вспомогательные средства, реактивы и материалы:

при поверке анализаторов с датчиками рН – средства поверки по ГОСТ Р 8.857-2013:

- стандарт титры для приготовления рабочих эталонов рН 2-го разряда по ГОСТ 8.120-2014 (Стандарт титры для приготовления рабочих эталонов рН 2-го и 3-го разряда, рег. № 43928-10);

при поверке анализаторов с датчиками ОВП:

- стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег. (№ 61364-15);

при поверке датчиков УЭП - средства поверки по ГОСТ Р 8.722-2010:

- кондуктометр лабораторный КЛ-С-1 (рег. № 46635-11),

- эталонные растворы удельной электрической проводимости жидкостей по Р 50.2.021-2002 (калий хлористый, квалификация «ч.» по ГОСТ 4234-77);

вспомогательные средства:

- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15) диапазон измерений от минус 50 до плюс 199,99 °С, абс. погрешность $\pm 0,05$ °С.

- барометр-анероид БАММ-1 (рег. № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 160 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа;

- водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 0 до 100 °С, допускаемое отклонение температуры контролируемой среды в пределах $\pm 0,2$ °С;

- весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011, НПВ 220 г;

- колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74;

- стаканы В-2-1000 ТХС по ГОСТ 25336-82;

- стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

2.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью, том числе термометры других типов (в т.ч. стандарт-титры других типов, термометры лабораторные типа ТЛ-4, обеспечивающие измерения температуры в диапазоне от 0 °С до плюс 50 °С и абсолютной погрешностью $\pm 0,1$ °С, весы лабораторные и средства контроля условий окружающей среды, калий хлористый импортного производства и т. п.).

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 2.1 При проведении поверки выполняют

– правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок по ГОСТ Р 12.1.019-2009,

– правила пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91,

– правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

2.2 Помещение, в котором проводят поверку, оборудуют приточно-вытяжной вентиляцией.

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в технической документации на анализатор, стандарт-титры и стандартные образцы.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25

– относительная влажность, % От 30 до 80

– атмосферное давление, кПа От 85 до 106

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

1) анализатор, подключенный к показывающему устройству UM33A-S (электронному блоку анализатора FLEXA или ПК или планшету с установленным ПО FieldMate или др.) подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации; настройку, калибровку и другие регламентные работы выполняют до начала поверки;

2) устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией,

3) приготавливают эталонные (контрольные) растворы в соответствии с Приложением 1.

4) устанавливают температуру термостата, выдерживают его до достижения установленной температуры, контролируя температуру воды с помощью термометра,

5) перед измерениями эталонные (контрольные) растворы термостатируют до достижения температуры плюс 25 °С (рН, ОВП и УЭП).

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности и маркировки анализатора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- серийные номера.

6.2 Опробование

При опробовании включают анализатор в соответствии с инструкцией по эксплуатации, проверяют отсутствие сообщений об ошибках и отказах при прохождении процедуры диагностики состояния прибора, проверяют отображаемую информацию (серийный номер, тип датчика). Выполняют пробное измерение.

Результаты опробования считают положительными, если анализатор и датчик распознаются устройством отображения, отображаемые тип датчика и серийный номер преобразователя соответствуют маркировке, при диагностике сообщения об отказах и неисправностях отсутствуют; при выполнении пробных измерений (погружении в один из растворов) результат измерений наблюдается на экране устройства отображения.

6.3 Проверка метрологических характеристик

6.3.1 Основную абсолютную погрешность при измерениях рН проверяют в соответствии с ГОСТ Р 8.857, п. 9.3.

6.3.2 Абсолютную погрешность при измерениях ОВП проверяют не менее, чем в двух точках диапазона измерений (эталонные растворы ОВП, приготовленные из стандарт-титров по Приложению 1) при термостатировании плюс (25±0,1) °С

6.3.2.1 Помещают чувствительную часть сенсора поочередно в буферные растворы, приготовленные на основе стандарт-титров. Перед каждым погружением сенсор промывают в дистиллированной воде и высушивают. Измерения повторяют не менее трех раз для каждого буферного раствора.

6.3.2.2 Рассчитывают значения абсолютной погрешности (ΔEh , мВ) по формуле (1)

$$\Delta Eh = Eh_{\text{изм}} - Eh_{\text{д}}, \quad (1)$$

где $Eh_{\text{изм}}$ – среднее арифметическое значение ОВП i -того буферного раствора в точке измерения, мВ;

$Eh_{\text{д}}$ – номинальное значение ОВП буферного раствора, мВ.

Должно быть выполнено условие (2)

$$|\Delta Eh_1 - \Delta Eh_2| \leq 2 \cdot \Delta Eh_{\text{д}}, \quad (2)$$

где ΔEh_1 и ΔEh_2 – значения абсолютной погрешности, определенных по формуле (1) для буферных растворов с действительными значениями ОВП соответственно 298,0 мВ, 605 мВ, мВ,

$\Delta Eh_{\text{д}}$ – нормируемая абсолютная погрешность действительного значения ОВП буферных растворов (по паспорту), мВ.

Если условие (2) не выполнено, необходимо выполнить градуировку и повторить операции п. 6.3.2.2. При повторном невыполнении условия (2) поверку прекращают.

6.3.3 Основную погрешность (приведенную к поддиапазону и относительную) при измерениях удельной электрической проводимости (УЭП) проверяют в соответствии с п.п.

7.3,7.4 ГОСТ 8.722-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы жидкости кондуктометрические. Методика поверки».

Примечание - 1 мкСм/см соответствует 10^{-4} См/м, 1 мСм/см соответствует 0,1 См/м; для константы ячейки 1 см^{-1} соответствует 100 м^{-1} .

6.3.4 Результаты проверки метрологических характеристик считают положительными, полученные значения абсолютной, относительной и/или приведенной к поддиапазону погрешности соответствуют значениям, приведенным в приложении 2.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

7.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению и выдают свидетельство о поверке (с указанием обозначения и заводского номера датчика) в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденном Приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

7.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

7.4 После ремонта анализаторы подвергают поверке.

7.5 Знак поверки наносят в свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

Приложение 1
(рекомендуемое)

Методика приготовления контрольных растворов

1 Средства измерений, посуда, реактивы

По п. 2.1.

2 Требования безопасности

При приготовлении контрольных растворов должны быть соблюдены требования безопасности в соответствии с разделом 1а ГОСТ 11086-76 и с инструкциями к ГСО, стандарт-титрам и используемым реактивам

3.1 Подготовка к работе

3.1.1 Для приготовления контрольных растворов используют свежeproкипяченную охлажденную дистиллированную воду или бидистиллированную воду по ГОСТ 4517-2016 (разд. 4.39). При необходимости воду подготавливают в соответствии с инструкцией к ГСО или стандарт-титрам.

3.1.2 Перед приготовлением посуда должна быть промыта хромовой смесью, дистиллированной водой и высушена.

3.2 Приготовление эталонных растворов рН.

3.2.1 Эталонные растворы рН готовят по методике, приведенной в приложении В ГОСТ 8.135-2004.

Рабочие эталоны рН готовят растворением содержимого стандарт-титров в дистиллированной воде по ГОСТ 6709-72 (далее - вода) с удельной электропроводностью не более $5 \cdot 10^{-4}$ См·м⁻¹ при температуре 20 °С.

Примечание - Для приготовления растворов со значением рН более 6,0 дистиллированную воду необходимо прокипятить и охладить до температуры (25-30) °С. При подготовке стеклянной посуды не допускается использовать синтетические моющие средства.

3.2.2 Стандарт-титр переносят в мерную колбу 2-го класса по ГОСТ 1770-74 (далее - колба).

3.2.3 Извлекают флакон (ампулу) из упаковки.

3.2.4 Промывают поверхность флакона (ампулы) водой и просушивают фильтровальной бумагой.

3.2.5 Вставляют в колбу воронку, вскрывают флакон (ампулу) в соответствии с инструкцией изготовителя, дают содержимому полностью высыпаться в колбу, промывают флакон (ампулу) изнутри водой до полного удаления вещества с поверхностей, промывные воды сливают в колбу.

3.2.6 Заполняют колбу водой примерно на две трети объема, взбалтывают до полного растворения содержимого (за исключением насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция).

3.2.7 Заполняют колбу водой, не долив воды до метки 5-10 см³. В течение 30 мин термостатируют колбу в водяном термостате при температуре 20 °С (колбы с насыщаемыми растворами гидротартрата калия и гидроксида кальция заполняют водой полностью и термостатируют не менее 4 ч при температуре 25 °С и 20 °С соответственно, периодически перемешивая суспензию в колбе встряхиванием).

3.2.8 Доводят водой объем раствора в колбе до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

В пробах, отбираемых из насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция, осадок удаляют фильтрованием или декантацией.

3.2.9 Рабочие эталоны рН хранят в плотно закрытой стеклянной или пластмассовой (полиэтиленовой) посуде в затемненном месте при температуре не выше 25 °С. Срок хранения рабочих эталонов - 1 мес с момента приготовления, за исключением насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция, которые готовят непосредственно перед измерением рН и которые хранению не подлежат.

3.3 Приготовление эталонных растворов ОВП

Буферные растворы готовят по инструкции, входящей в комплект документации на сандарт-титры ОВП.

3.3.1 Приготовление буферного раствора рН.

3.3.2 Содержимое флакона № 1 количественно переносят в колбу следующим образом:

- извлекают флакон из упаковки;- в мерную колбу вместимостью 1 дм³ вставляют воронку;
- вскрывают флакон, высыпают содержимое полностью в колбу, промывают флакон изнутри водой до полного удаления вещества с поверхностей, промывные воды сливают в колбу.

3.3.3 Заполняют колбу водой примерно на две трети объема, взбалтывают до полного растворения содержимого.

3.3.4 Заполняют колбу водой, не доводя объем воды до метки примерно на 5-10 см³. В течение 15-20 мин термостатируют колбу в жидкостном термостате при температуре 20 °С.

3.3.5 Доводят водой объем раствора в колбе до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

3.3.6 Срок хранения приготовленного буферного раствора рН - 2 мес.

3.3.7 Буферный раствор ОВП готовят насыщением предварительно приготовленного буферного раствора рН хингидроном из флакона № 2.

3.3.8 Предварительно приготовленный буферный раствор рН переносят в колбу вместимостью 2 дм³ (для облегчения встряхивания при перемешивании), вскрывают флакон № 2 с хингидроном, высыпают его в колбу с приготовленным раствором и проводят насыщение раствора в течение 2 ч при непрерывном перемешивании.

3.3.9 После этого раствор фильтруют и используют в течение не более 5 ч.

Примечание - Для более экономного расходования стандарт-титра СТ-ОВП-01 допускается приготовление уменьшенного количества буферного раствора ОВП. Для этого отмеряют мерным стаканом или мерным цилиндром 0,5 дм³ предварительно приготовленного буферного раствора рН и переносят его в колбу вместимостью 1 дм³. Из флакона № 2 отбирают, предварительно взвесив, 2 г хингидрона и всыпают его в налитый раствор. Проводят насыщение раствора в течение 2 ч при непрерывном перемешивании. После этого раствор фильтруют и используют в течение не более 5 ч.

3.3.10 Буферные растворы должны быть использованы в течение 5 ч после приготовления и хранению не подлежат.

3.4 Приготовление контрольных растворов УЭП

Контрольные растворы с заданной проводимостью готовят в соответствии с п. 6. Р 50.2.021-2002. Действительные значения проводимости устанавливают с помощью лабораторного кондуктометра - рабочего эталона не ниже 2-го разряда.

При проверке анализаторов с верхней границей диапазона измерений до 50 См/см в качестве поверочного раствора № 3 (с максимальным значением проводимости) используют насыщенный раствор КСL или образец измеряемой среды (если ее проводимость выше 30 См/м).

Приложение 2
(обязательное)

Метрологические характеристики анализаторов жидкости цифровых SA11

Таблица 2-1 – Метрологические характеристики анализаторов с датчиками рН и рН/ОВП

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений водородного показателя (рН), рН	от 0 до 14
Диапазон измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП), мВ	от -1500 до +1500
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений рН	$\pm 0,05$
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности измерений окислительно-восстановительного потенциала, мВ	± 6

Таблица 2-2 – Метрологические характеристики анализаторов с датчиками УЭП

Наименование характеристики	Значение
<p>Диапазоны измерений удельной электрической проводимости анализатора, См/м (мкСм/см):</p> <p>-с датчиками SC42: ($K^1 = 10 \text{ см}^{-1}$), ($K = 1 \text{ см}^{-1}$)</p> <p>-с датчиками SC42, SX42: ($K = 0,1 \text{ см}^{-1}$) ($K = 0,01 \text{ см}^{-1}$)</p> <p>-с датчиками SC8SG ($K = 0,01 \text{ см}^{-1}$) ($K = 0,1 \text{ см}^{-1}$) ($K = 10 \text{ см}^{-1}$)</p> <p>-с датчиками SC4A, SC4AJ ($K = 0,1 \text{ см}^{-1}$) ($K = 0,02 \text{ см}^{-1}$)</p>	<p>от 0 до 50 (от 0 до $5 \cdot 10^5$) от 0 до 20,0 (от 0 до $2 \cdot 10^5$)</p> <p>от 0 до 2,00 (от 0 до $2 \cdot 10^4$) от 0 до 0,200 (от 0 до 2000)</p> <p>от 0 до 0,0100 (от 0 до 100) от 0 до 0,100 (от 0 до 1000) от 0 до 50 (от 0 до $5 \cdot 10^5$)</p> <p>от 0 до 0,50 (от 0 до 5000) от 0 до 0,100 (от 0 до 1000)</p>
<p>Пределы допускаемой основной приведенной погрешности измерений, %:</p> <p>- в диапазоне от 0 до 0,010 См/м (от 0 до 100 мкСм/см) включ. (датчики с $K = 10 \text{ см}^{-1}$, 1 см^{-1});</p> <p>- в диапазоне от 0 до 0,00100 См/м (от 0 до 10 мкСм/см) включ. (датчики с $K = 0,1 \text{ см}^{-1}$, $0,02 \text{ см}^{-1}$, $0,01 \text{ см}^{-1}$)</p>	<p>± 2</p> <p>± 2</p>
<p>Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений, %:</p> <p>- в диапазоне св. 0,010 до 50 См/м (св. 100 до $5 \cdot 10^5$ мкСм/см) включ. (датчики с $K = 10 \text{ см}^{-1}$, 1 см^{-1});</p> <p>- в диапазоне св. 0,00100 до 2,00 См/м (св. 10 до $2 \cdot 10^4$ мкСм/см) включ. (датчики с $K = 0,1 \text{ см}^{-1}$, $0,02 \text{ см}^{-1}$, $0,01 \text{ см}^{-1}$)</p>	<p>± 2</p> <p>± 2</p>
<p>¹⁾ К - номинальное значение константы ячейки</p>	