

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



УТВЕРЖДАЮ

И.о. директора

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

М.п. «05» сентября 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Зонды многопараметрические Manta**

Методика поверки

МП 209-076-2019

Руководитель лаборатории

\_\_\_\_\_ В.И. Суворов

Инженер

\_\_\_\_\_ И.Г. Черников

г. Санкт-Петербург  
2019 г.

Настоящая методика распространяется на зонды многопараметрические Manta (далее – зонды), предназначенные для измерений рН, окислительно-восстановительного потенциала (далее – ОВП), удельной электрической проводимости (далее – УЭП) жидкостей, массовой концентрации ионов, растворенного в воде кислорода и нефтепродуктов, температуры жидкости, мутности и гидростатического давления.

Зонды подлежат первичной и периодической поверке. Предусмотрена возможность проведения поверки отдельных измерительных каналов.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности зондов в режиме измерений температуры	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение диапазона измерений и относительной погрешности зондов в режиме измерений УЭП	п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение диапазона измерений и приведенной (к диапазону) погрешности зондов в режиме измерений гидростатического давления	п. 6.4.3	Да	Да
4.4. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности зондов в режиме измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода	п. 6.4.4	Да	Да
4.5. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности зондов в режиме измерений рН	п. 6.4.5	Да	Да
4.6. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности зондов в режиме измерений ОВП	п. 6.4.6	Да	Да
4.7. Определение диапазона измерений и погрешности зондов в режиме измерений мутности	п. 6.4.7	Да	Да
4.8. Определение диапазона измерений и относительной погрешности зондов в режиме измерений массовой концентрации ионов	п.6.4.8	Да	Да
4.9. Определение диапазона измерений и относительной погрешности зондов в режиме измерений массовой концентрации нефтепродуктов	п.6.4.9	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается.

## 2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются рабочие эталоны, средства измерений, стандартные образцы и оборудование, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки	Метрологические характеристики средства поверки
6.4.1	Рабочий эталон 3 разряда единицы температуры согласно ГОСТ 8.558-2009, термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег № 61806-15)	Диапазон измерений температуры от минус 50 до плюс 199,99 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,05$ °С
6.4.2	Рабочий эталон 2 разряда единицы удельной электрической проводимости жидкостей согласно приказу Росстандарта № 2771 от 27 декабря 2018 г., установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1 (рег. № 31468-06)	Диапазон измерений УЭП жидкостей от $10^{-4}$ до 100 См/м. Пределы допускаемой относительной погрешности измерений: в диапазоне в диапазоне $1 \cdot 10^{-4}$ до $100 \pm 0,25$ %
6.4.3	Рабочий эталон 1 разряда единицы давления для области избыточного давления согласно приказу Росстандарта от 29.06.2018 г. №1339, манометр грузопоршневой МП-600 (рег. № 52189-16)	Диапазон измерений избыточного давления от 0,2 до 60 МПа, относительная погрешность $\pm 0,005$ %.
6.4.4	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов	ГСО 10531-2014
6.4.5	Рабочие эталоны pH 2-го разряда – буферные растворы согласно ГОСТ 8.120-2014	Диапазон воспроизведений pH при температуре 25 °С от 1,48 до 12,43, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$
6.4.6	Стандарт-титры СТ-ОВП-01 (Рег № 61364-15)	Номинальное значение ОВП (при температуре 25 °С) 298 и 605 мВ, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения ОВП $\pm 3$ мВ

6.4.7	СО мутности (формазиновая суспензия)	ГСО 7271-96
6.4.8	Стандартные образцы водных растворов	– ионов аммония ( $\text{NH}_4^+$ ) ГСО 7015-93÷7017-93 – нитрат-ионов ( $\text{NO}_3^-$ ) ГСО 6696-93÷6698-93 – ионов натрия ( $\text{Na}^+$ ) ГСО 8062-94÷8064-94 – ионов кальция ( $\text{Ca}^{2+}$ ) ГСО 8065-94÷8067-94 – бромид-ионов ( $\text{Br}^-$ ) ГСО 9329-2009 – хлорид-ионов ( $\text{Cl}^-$ ) ГСО 6687-93÷6689-93
6.4.9	СО Состав раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК	ГСО 8654-2005
Вспомогательное оборудование, реактивы и материалы		
6.4.2	Калий хлористый (х.ч.)	по ГОСТ 4234-77
6.4.2, 6.4.4-6.4.9	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
6.4.2, 6.4.4-6.4.9	Термостат жидкостной	Погрешность поддержания температуры не более $\pm 0,1$ °С, в диапазоне температур от -30 °С до 90 °С;
6.4.2, 6.4.4-6.4.9	Термогигрометр ИВА-6 (рег. № 46434-11)	Погрешность измерений температуры в диапазоне от 0 до + 60 °С не превышает $\pm 0,3$ °С Погрешность измерений относительной влажности в диапа. от 0 до 98 % не превышает абс. $\pm 2$ %; в диапа. св. 90 до 98 % абс. $\pm 3$ % Погрешность измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа не превышает $\pm 2,5$ гПа

2.2 Допускается применять средства измерений, стандартные образцы и оборудование, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, все ГСО должны иметь действующие паспорта, испытательное оборудование действующие аттестаты.

### 3 Требования безопасности

3.1 К работе с приборами, используемые при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

3.2 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.3 Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

3.4 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

### 4 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: 25±5;
- относительная влажность воздуха, не более, %: 95;
- атмосферное давление, кПа: от 86 до 106;

## 5 Подготовка к поверке

Подготовить к работе зонд в соответствии с руководством по эксплуатации, проверить работоспособность зонда в режиме измерения, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный зонд в соответствии с руководством по эксплуатации.

## 6 Проведение поверки

### 6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра зонда проверяется на соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- исправность органов управления и настройки;

Зонд считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Зонды с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

### 6.2 Опробование.

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

### 6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

При проведении поверки зонда выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр наименования и номер версии встроенного ПО зонда доступен в программе Manta 2 Control Software в разделе «Manta2», выбрав опцию «Manta 2 Version»

Просмотр наименования и номер версии встроенного ПО регистратора Amphibian доступен после включения на экране дисплея.

Просмотр версии автономного ПО доступно в программе Manta 2 Control Software в разделе «РС», выбрав опцию «Control Software Version»

Зонд считается прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или имеет номер выше версии, указанной в описании типа.

### 6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности в режиме измерений температуры.

Для определения абсолютной погрешности в режиме измерений температуры в термостате задать необходимую температуру, дождаться стабилизации температуры (изменение значения не должно превышать 0,05 °С за 1 мин). Измерения проводить в трех точках, расположенных на начальном, среднем и конечном участках диапазона

Поместить эталонный термометр и зонд (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 60 минут. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 1 минуту.

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

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

где  $t_{\text{изм}}$  – температура, измеренная зондом, °С;

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

Результаты определения считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает  $\pm 0,1$  °С в диапазоне от -5 до 50 °С.

#### 6.4.2. Определение диапазона измерений и относительной погрешности в режиме измерений УЭП.

Определение относительной погрешности в режиме измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП поверочных растворов КС1, измеренных зондом со значениями, полученными на рабочем эталоне. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений. Методика приготовления растворов указана в приложении А.

Измерения проводят, начиная от растворов с меньшим значением УЭП к большему при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

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

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

$\chi_{\text{изм}}$  – значение УЭП, измеренное зондом, См/м;

$\chi_0$  – значение УЭП, измеренное рабочим эталоном, См/м;

Результаты определения считаются положительными, если значение относительной погрешности измерений УЭП:

– не превышает  $\pm 1$  % в диапазоне от  $10^{-4}$  до 10 См/см

– не превышает  $\pm 2$  % в диапазоне св. 10 до 27,5 См/см.

#### 6.4.3. Определение диапазона измерений и приведенной (к диапазону) погрешности измерений гидростатического давления

Определение приведенной (к диапазону) погрешности в режиме измерений гидростатического давления проводить путем сравнения значений давления, задаваемого на рабочем эталоне со значениями, полученными на зонде. После достижения верхнего предела измерений давление на рабочем эталоне начать постепенно снижать давление и сравнивать значения, полученные на зонде со значениями на рабочем эталоне (обратный ход).

Приведенную (к диапазону) погрешность измерений гидростатического давления рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_p = \frac{P_{\text{изм}} - P_{\text{эт.}}}{P_n} \cdot 100\% \quad (3) \quad \text{где}$$

$P_{\text{изм}}$  – значение давления, измеренное зондом, МПа;

$P_{\text{эт.}}$  – значение давления, заданное РЭ, МПа;

$P_n$  – верхний предел диапазона измерений, МПа;

Результаты определения считаются положительными, если значение приведенной погрешности измерений гидростатического давления не превышает  $\pm 0,05$  % в диапазоне от 0 до 2 МПа.

#### 6.4.4. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности в режиме измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода

Определение абсолютной погрешности в режиме измерений растворенного в воде кислорода проводить путем сравнения значений растворенного в воде кислорода в поверочных растворах, приготовленных в соответствии с приложением Б, измеренных зондом с расчетными значениями. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать по формуле:

$$\Delta_{\text{DO}} = C_{\text{изм}} - C_0 \quad (4),$$

где  $C_{\text{изм}}$  – значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода, измеренное зондом, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_0$  – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Результаты определения считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода не превышает  $\pm(0,02+0,02C)$  мг/дм<sup>3</sup> в диапазоне от 0 до 30 мг/дм<sup>3</sup>

#### 6.4.5. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности в режиме измерений рН

Определение абсолютной погрешности в режиме измерений рН проводить путем сравнения значений рН эталонных растворов, измеренных зондом, с аттестованными значениями эталонных растворов при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений.

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

$$\Delta pH = pH_{изм} - pH_{эт.} \quad (5),$$

где  $pH_{изм}$  – значение рН, измеренное зондом;

$pH_{эт.}$  – аттестованное значение рН эталонного раствора.

Результаты определения считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений рН не превышает  $\pm 0,1$  в диапазоне от 0 до 14.

#### 6.4.6. Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности в режиме измерений ОВП

Определение абсолютной погрешности в режиме измерений ОВП проводить путем сравнения расчетных значений ОВП поверочных растворов, приготовленных по ГОСТ 8.639-2014, со значениями, полученными на зонде. Измерения проводить при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

Абсолютную погрешность измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП) рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta OVP = OVP_{изм} - OVP_{эт.}$$

где  $ОВП_{изм}$  – значение ОВП, измеренное зондом, мВ;

$ОВП_{эт.}$  – действительное значение ОВП, мВ.

Результаты определения считаются положительными, если значение абсолютной погрешности измерений ОВП не превышает  $\pm 30$  мВ в диапазоне  $-999$  до  $+999$  мВ.

#### 6.4.7. Проверка диапазона измерений и определение погрешности в режиме измерений мутности

Определение погрешности в режиме измерений мутности проводить путем сравнения значений мутности в поверочных суспензиях, приготовленных с использованием ГСО мутности 7271-96 в соответствии с паспортом и инструкцией по применению, измеренных зондом с расчетными значениями. Измерения проводить, начиная от суспензий с меньшим значением мутности. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений. Перед каждым измерением суспензии необходимо тщательно перемешать.

Относительную погрешность в режиме измерений мутности рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_{тур} = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100 \% \quad (6)$$

Абсолютную погрешность в режиме измерений мутности рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta t_{тур} = X_1 - X_0 \quad (7), \quad \text{где}$$

$X_1$  – значение мутности измеренное зондом, ЕМФ;

$X_0$  – расчетное значение мутности в контрольной суспензии, ЕМФ;

Результаты определения считаются положительными, если:

- если значение абсолютной погрешности измерений мутности не превышает  $\pm 5$  ЕМФ в диапазоне от 0 до 100 включ. ЕМФ;
- если значение относительной погрешности измерений мутности не превышает  $\pm 5$  % в диапазоне св. 100 до 4000 ЕМФ.

6.4.8. Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности в режиме измерений массовой концентрации ионов

Определение относительной погрешности в режиме измерений массовой концентрации ионов проводить путем сравнения значений массовой концентрации ионов в поверочных растворах, измеренных зондом с расчетными значениями. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации ионов рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_I = \frac{C_I - C_{I,0}}{C_{I,0}} \cdot 100 \% \quad (8)$$

где  $C_I$  – значение массовой концентрации ионов, измеренное зондом, мг/дм<sup>3</sup>  
 $C_{I,0}$  – расчетное значение массовой концентрации ионов в контрольном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

Результаты определения считаются положительными, если значение относительной погрешности измерений массовой концентрации ионов не превышает  $\pm 5$  %:

- ионов аммония ( $\text{NH}_4^+$ ) в диапазоне от 0,1 до 100 мг/дм<sup>3</sup>
- нитрат-ионов ( $\text{NO}_3^-$ ) в диапазоне от 0,1 до 100 мг/дм<sup>3</sup>
- хлорид-ионов ( $\text{Cl}^-$ ) в диапазоне от 0,1 до 18000 мг/дм<sup>3</sup>
- ионов натрия ( $\text{Na}^+$ ) в диапазоне от 0,1 до 20000 мг/дм<sup>3</sup>
- ионов кальция ( $\text{Ca}^{2+}$ ) в диапазоне от 0,1 до 40000 мг/дм<sup>3</sup>
- бромид-ионов ( $\text{Br}^-$ ) в диапазоне от 0,1 до 80000 мг/дм<sup>3</sup>

6.4.9 Проверка диапазона измерений и определение относительной погрешности зондов в режиме измерений массовой концентрации нефтепродуктов.

Определение относительной погрешности в режиме измерений массовой концентрации нефтепродуктов проводить при температуре анализируемой среды от 25 °С путем сравнения значений массовой концентрации нефтепродуктов в контрольных пробах, приготовленных в соответствии с паспортом и инструкции по применению на ГСО (приложение В), измеренных зондом с расчетными значениями.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации нефтепродуктов рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_I = \frac{C_I - C_{I,0}}{C_{I,0}} \cdot 100 \% \quad (9),$$

где  $C_I$  – значение массовой концентрации нефтепродуктов, измеренное зондом, мг/дм<sup>3</sup>  
 $C_{I,0}$  – расчетное значение массовой концентрации нефтепродуктов в контрольной пробе, мг/дм<sup>3</sup>

Результаты определения считаются положительными, если в процессе испытаний значение относительной погрешности измерений массовой концентрации нефтепродуктов не превышает  $\pm 10$  % в диапазоне от 0 до 100 мг/дм<sup>3</sup>

## **7 Оформление результатов поверки**

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Д, в котором указывается о соответствии зонда предъявляемым требованиям.

7.2. Результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке или извещения о непригодности установленной формы.

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если зонд удовлетворяет всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого зонда, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

Методика приготовления контрольных растворов  
УЭП жидкостей

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- весы лабораторные электронные МВ210-А (№ госреестра 26554-04)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74

1. Приготовление растворов УЭП в диапазоне  $10^{-3}$  до 30 См/м

Контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией готовят с помощью хлористого калия по ГОСТ 4234.

Для приготовления контрольных растворов хлористого калия № 1-5 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 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Для приготовления контрольных растворов хлористого калия № 6-9 расчетную навеску соли (таблица А.1) взвешивают в стакане вместимостью 25 мл.

Контрольный раствор № 10 приготавливают методом объемного разбавления из раствора № 7, 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 № 11 и 12 готовят аналогичным образом из растворов 8 и 9 соответственно.

Таблица А.1.

Номер раствора	Молярная концентрация хлористого калия, моль/л	Массовая концентрация хлористого калия, г/л	Масса навески хлористого калия, г	УЭП контрольного раствора, См/м
1.	2	149,10	74,55	20,5
2.	1	74,55	37,275	11,18
3.	0,5	37,275	18,6375	5,86
4.	0,3	22,365	11,1825	2,43
5.	0,1	7,455	3,7275	1,288
6.	0,05	3,7275	1,86375	0,67
7.	0,02	1,4910	0,7455	0,277
8.	0,01	0,7455	0,37275	0,1413
9.	0,005	0,3728	–	0,07182
10.	0,002	0,1491	–	0,02916
11.	0,001	0,0746	–	0,01469

## 2. Приготовление растворов УЭП в диапазоне св. $10^{-4}$ до $10^{-3}$ См/м

Приготовление контрольных растворов хлористого калия в этиленгликоле № 13, 14, 15 проводят аналогично с п.1 приложения А в мерной колбе вместимостью 500 мл. Расчетные навески для приготовления растворов приведены в таблице А.2.

Контрольные растворы № 16-20 готовят методом объемного разбавления из исходных растворов № 13-17 аналогично с п.1 приложения А.

Таблица А.2

Номер раствора	Молярная концентрация хлористого калия, моль/л	Массовая концентрация хлористого калия, г/л	Масса навески хлористого калия, г	УЭП контрольного раствора, См/м
12.	0,05	3,7275	1,86375	0,03991
13.	0,02	1,491	0,7455	0,01675
14.	0,01	0,7455	0,37275	0,00872
15.	0,005	0,37275	–	0,00444
16.	0,002	0,1491	–	0,00182
17.	0,001	0,07455	–	0,00093
18.	0,0005	0,037275	–	0,00047
19.	0,0002	0,01491	–	0,0002

## 3. 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.

**ПРИЛОЖЕНИЕ Б**  
**(обязательное)**

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

**Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.**

- ГСО-ПГС состава ( $O_2+N_2$ ) ГСО 10531-2014
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Рег № 61806-15)
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Рег № 46434-11)
- магнитная мешалка
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74
- натрий сернистоокислый по ГОСТ 195-77
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;

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

Колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ 6709-72.

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

В стакан опускают 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 концентрацией растворенного кислорода в растворе рассчитывается по формуле Б.1. Растворы были термостатированы при температуре 25 °С, после чего проводились измерения растворенного в воде кислорода.

Проверка нуля анализатора осуществляется с помощью раствора натрия сернистоокислого, приготовленного в соответствии с п. 9.3. Р 50.2.045-2005 ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика проверки.

Относительная погрешность приготовленных растворов не превышает ±1,75 %.

Таблица Б.1.

№	Номинальное значение объемной доли $O_2$ в азоте, $C_n$ , %	Погрешность аттестованного значения ПГС, %, $\Delta$ , не более	Массовая концентрацией растворенного кислорода в поверочном растворе, $C$ , мг/дм <sup>3*</sup>
1	0,505	0,008	0,2
2	5,04	0,05	1,988
3	34,85	0,14	13,75

\* – при давлении 760 мм рт.ст. (1016 гПа) и температуре раствора 25 °С

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

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

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

$P_n$  – нормальное давление, равное 101,3 кПа

$X$  – значение объемной доли  $O_2$  в ГСО-ПГС, %

$X_0$  – относительное объемное содержание кислорода в атмосфере, равное 20,94 %

$A$  – растворимость (равновесная концентрация) кислорода, опубликованная ЮНЕСКО (ИСО 5813) в качестве справочного материала (приложение Г).

## ПРИЛОЖЕНИЕ В

(обязательное)

### Методика приготовления контрольных проб массовой концентрацией нефтепродуктов в воде

Для приготовления контрольных проб применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

– ГСО 8654-2005 СО Состав раствора нефтепродуктов в водорастворимой матрице НВМ-9-ЭК, интервал допускаемых аттестованных значений СО от 4,75 до 5,25 мг/см<sup>3</sup>, граница допускаемых значений погрешности аттестованного значения  $\pm 0,5\%$

- колбы мерные по ГОСТ 1770-74;
- пипетки мерные по ГОСТ 29227-91;
- магнитная мешалка
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

#### Общие указания

Перед приготовлением проб воду и химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить пробу не менее 2 часов, посуду тщательно промывают и высушивают.

Температура окружающего воздуха при приготовлении проб (20 $\pm$ 5) °С.

Для приготовления контрольной пробы воды ампулу с СО вскрывают. В мерную колбу вместимостью 0,1 дм<sup>3</sup>, наполовину заполненной дистиллированной водой, при помощи мерной пипетки помещают 5 см<sup>3</sup> СО и доводят объем пробы дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают, получая контрольную пробу воды с массовой концентрацией нефтепродуктов 200,0 мг/дм<sup>3</sup> и относительной погрешностью не более 5 %

Индекс пробы	Массовая концентрация нефтепродуктов, мг/дм <sup>3</sup>	Проба для разбавления	Объем пробы, см <sup>3</sup>	Объем готовой пробы, см <sup>3</sup>
1	200	ГСО 8654-2005	4	100
2	100	Проба 1	50	100
3	50	Проба 1	25	100
4	25	Проба 1	8	100

Контрольная проба не подлежит хранению, готовится и используется в день проведения измерений

**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/дм<sup>3</sup>

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

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

№ \_\_\_\_\_ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер (если имеется информация)	
Изготовитель (если имеется информация)	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

**Вид поверки** \_\_\_\_\_

**Методика поверки** \_\_\_\_\_

**Средства поверки:**

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на ГСО	Метрологические характеристики

**Условия поверки:**

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

**Результаты поверки:**

1. Внешний осмотр \_\_\_\_\_
2. Опробование \_\_\_\_\_
3. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

4. Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) \_\_\_\_\_

**На основании результатов поверки выдано:**

свидетельство о поверке № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

ФИО

Подпись

Дата