

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



СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
Заместитель генерального директора А. Н. Пронин
Е. П. Кривцов
доверенность № М.п.к. » ноября 2022 г.
от 24.12.2021


Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы жидкости промышленные серии AQUIS
модификаций AQUIS touch S, AQUIS touch P, AQUIS 500RS,
AQUIS 500AS**

Методика поверки

МП 2450-0024-2022

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


М. В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2022 г.

Содержание

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки средства измерений	4
3. Требования к условиям поверки	5
4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
5. Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
6. Требования (условия) по обеспечении безопасности проведения поверки	8
7. Внешний осмотр анализатора	9
8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9
9. Проверка программного обеспечения.	10
10. Определение метрологических характеристик средства измерений	10
11. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	13
12. Оформление результатов поверки	13
Приложение А	14
Приложение Б	15
Приложение В	16
Приложение Г	17

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости промышленные серии AQUIS модификаций AQUIS touch S, AQUIS touch P, AQUIS 500AS, AQUIS 500RS (далее – анализаторы) состоящие из вторичного преобразователя (микропроцессорного блока) и первичных преобразователей (датчиков).

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

ГЭТ 132-2018 Государственный первичный эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, согласно приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии №2771 от 27.12.2018 г.;

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

ГЭТ 206-2016 Государственный первичный эталон единицы оптической плотности в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений оптической плотности, утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2085 от 28.09.2018 г.;

ГЭТ 154-2019 Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2315 от 31.12.2020 г.;

ГЭТ 35-2021 единицы температуры в диапазоне от 0,3 до 273,16 К в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3253 от 23.12.2022 г.;

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

ГЭТ 216-2018 Государственный первичный эталон единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости согласно приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2356 от 26.09.2022 г.;

ГЭТ 156-2015 Государственный первичный эталон единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений спектральных, интегральных, редуцированных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений и оптической плотности в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм согласно приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2517 от 27.11.2018 г.;

ГЭТ 3-2020 Государственный первичный эталон единицы массы (килограмма) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы

согласно приказу Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1622 от 04.07.2022 г.

Реализация методики поверки производится следующими методами:

- при поверке измерительного канала рН и ОВП – прямым измерением поверяемым анализатором величины, воспроизводимой буферными растворами;
- при поверке измерительных каналов растворенного озона, растворенного кислорода, массовой концентрации хлора, мутности – прямым измерением поверяемым анализатором величины, воспроизводимой контрольными растворами;
- при поверке измерительных каналов УЭП, температуры – непосредственным сличением поверяемого анализатора с рабочим эталоном единицы УЭП, температуры соответственно.

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

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2. Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 – Обязательные операции при выполнении поверки

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	Первичной поверке	Периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	п. 7
Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	п. 8
Проверка программного обеспечения	Да	Да	п. 9
Определение метрологических характеристик			п. 10
Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры	Да	Да	п. 10.1
Определение относительной погрешности канал измерений УЭП	Да	Да	п. 10.2
Определение абсолютной погрешности канала измерений рН	Да	Да	п. 10.3
Определение абсолютной погрешности канала измерений ОВП	Да	Да	п. 10.4
Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности канала измерений массовой концентрации растворенного кислорода	Да	Да	п. 10.5
Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) и основной	Да	Да	п. 10.6

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	Первичной поверке	Периодической поверке	
относительной погрешности измерительного канала мутности			
Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности каналов измерений массовой концентрации хлора	Да	Да	п. 10.7
Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности канала измерений массовой концентрации растворенного озона	Да	Да	п. 10.8
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	п. 11

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

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С: $+(25 \pm 5)$;
относительная влажность воздуха, %, не более: 60;
атмосферное давление, кПа: от 86 до 107.

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки, для совместной работы со специалистами аккредитованных в соответствии с установленным порядком организаций, при необходимости, допускаются технические специалисты, являющиеся представителями владельца поверяемого средства измерения.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 Основные средства поверки, вспомогательное оборудование, другие технические средства поверки и нормативные документы приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.3 Требования к условиям поверки	Средства измерений температуры окружающей среды от 0 до 60 °С с абсолютной погрешностью не более 0,3 °С Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 до	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>90 % с погрешностью не более 2 % и в диапазоне от 90 % до 98 % с погрешностью не более 3 %</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1100 гПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа</p>	
<p>п. 8 Подготовка к поверке и опробование анализатора;</p>	<p>Средства измерений температуры жидких сред от -25 °С до +150 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °С</p> <p>Вспомогательные средства: Калий хлористый химически чистый по ГОСТ 4234-77; Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут ±0,2 °С в диапазоне температур от +20 °С до +70 °С; Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 Весы электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ 504, рег. № 60903-15</p>	<p>Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15</p>
<p>п.10 Определение метрологических характеристик средств измерений</p>	<p>Рабочие эталоны единицы удельной электрической проводимости жидкостей и средства измерений, соответствующие эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной Приказом Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771 в диапазоне измерений от $1 \cdot 10^{-4}$ до 70 См/м, с допускаемой относительной погрешностью ±0,25 %.</p> <p>Средства измерений температуры жидких сред от -25 °С до +150 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °С</p>	<p>Кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс», рег. № 12048-04</p> <p>Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15</p>
	<p>Стандарт-титры для приготовления буферных растворов -рабочих эталонов не ниже 2-го разряда, номинальное значение ОВП при температуре +25 °С, 298,0 мВ и 605,0 мВ</p> <p>Эталон единицы рН, соответствующие требованиям к рабочим эталонам не ниже 2 разряда по ГОСТ 8.120-2014, воспроизводящие шкалу рН в диапазоне от 1 до 12 в интервале температуры от 0 °С до +95 °С;</p> <p>Стандартный образец мутности, номинальное значение мутности по</p>	<p>Стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег. № 61364-15</p> <p>Стандарт-титры для приготовления рабочих эталонов рН 2-го разряда СТ-12 рег. № 43928-10</p> <p>СО мутности (формазинная суспензия)</p>

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>формазиновой шкале, интервал допускаемых аттестованных значений мутности по формазиновой шкале от 3800 до 4200 включительно ЕМФ, относительная погрешность $\pm 2\%$ (при $P=0,95$)</p>	ГСО 7271-96
	<p>Стандартные образцы состава искусственной газовой смеси в баллонах под давлением 1-го или 2-го разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315, номинальные значения объемной доли кислорода в азоте 5,0 %, 35 %;</p> <p>Стандартные образцы имитатора массовой концентрации остаточного активного хлора в водных средах ГСО 8203-2012, массовая концентрация остаточного активного хлора 978 мг/дм³, относительная погрешность $\pm 2\%$;</p>	<p>СО состава искусственной газовой смеси ГСО 10650-2015</p> <p>СО имитатора массовой концентрации остаточного активного хлора в водных средах ГСО 8203-2012</p>
	<p>Кислород газообразный технический с объемной долей кислорода не менее 99,5 %</p> <p>Редуктор баллонный в комплекте с вентилем точной регулировки, диапазон рабочего давления от 0 до 6 кгс/см³, диаметр условного прохода 3 мм</p>	<p>Кислород газообразный технический 2-й сорт по ГОСТ 5583-78 или Кислород газообразный медицинский по ГОСТ 5583-78</p> <p>Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4 по ТУ 3645-026-00220531-95 в комплекте с вентилем точной регулировки трассовым ВТР-4.</p>
	<p>Вспомогательные средства: Синтезатор озона А-с-ГОКСф-5-02-ОЗОН, массовая концентрация озона на выходе от 1 до 50 мг/дм³ или синтезатор озона А-с-ГОКСф-5-03-ОЗОН, массовая концентрация озона на выходе от 1 до 80 мг/дм³ или генератор озона ВМТ 803 ВТ (изготовитель ВМТ Messtechnik GmbH, Германия), массовая концентрация озона на выходе до 250 мг/дм³*</p> <p>Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ в диапазоне температур от $+10\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $+70\text{ }^{\circ}\text{C}$;</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;</p> <p>Реактивы и вспомогательные средства ГОСТ 18301-72;</p> <p>Азот газообразный технический повышенной чистоты по ГОСТ 9293-74</p>	

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
* В зависимости от диапазона измерений поверяемого анализатора.		

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому анализатору.

5.3 Средства поверки, кроме вспомогательных средств, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке и/или запись о положительных результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Стандартные образцы, указанные в таблице 2, должны иметь паспорт установленного образца. Запрещается использовать стандартные образцы с истекшим сроком годности.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке, должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть. Также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

6.2 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности.

При работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности и ГОСТ 12.4.021-75 МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования.

При работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019 МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты и ГОСТ 12.2.007.0-75 МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

При работе с сосудами под давлением – в соответствии с Приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 г. N 536 об утверждении федеральных норм и правил в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением».

6.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

7 Внешний осмотр анализатора

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида микропроцессорного блока и датчиков анализатора приведенным в описании типа;
- наличие знака утверждения типа в соответствии с описанием типа;
- надежность крепления датчиков к микропроцессорному блоку;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведение проверки и (или) на результат поверки анализатора;
- устранение выявленных дефектов до начала поверки измерителя.

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

8 Подготовка к поверке и опробование анализатора

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

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

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

8.4 Провести контроль условий поверки на соответствие п. 3 настоящей методики поверки.

8.5 Приготовить растворы:

– буферные растворы рН и ОВП в соответствии с паспортом на соответствующие стандарт-титры;

– контрольные растворы мутности, массовой концентрации хлора в соответствии с паспортами на соответствующие стандартные образцы;

– контрольные растворы удельной электрической проводимости в соответствии с Р 50.2.021-2002;

– контрольные растворы массовой концентрации растворенного кислорода готовят непосредственно перед проведением поверки измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода в соответствии с Приложениями А, Б настоящей методики поверки;

– контрольные растворы массовой концентрации растворенного озона готовят непосредственно перед началом проведения поверки измерительного канала массовой концентрации растворенного озона в соответствии с Приложением В настоящей методики поверки;

8.6 При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно п. 7.3 Руководства по эксплуатации.

9 Проверка программного обеспечения

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Анализаторы имеют встроенное программное обеспечение (ПО), которое запускается в автоматическом режиме после включения анализатора. Просмотр версии ПО доступен в разделе «Информация о приборе» пункта меню прибора «Общее», в окне ПО «Версия».

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии СИ совпадает с номером версии или имеет номер выше версии, указанной в описании типа.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений температуры, полученных на анализаторе со значением температуры, измеренным лабораторным электронным термометром ЛТ-300 (далее – эталонным термометром).

Датчик эталонного термометра и первичный преобразователь анализатора устанавливают в сосуд, заполненный дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018 (как можно ближе друг к другу), помещенный в термостат. В термостате устанавливают последовательно температуру: +5 °С, +25 °С и +45 °С; стабилизацию температуры в рабочем объеме проводят не менее 30 минут. Регистрируют показания анализатора и эталонного термометра для каждой из установленных значений температур.

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

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

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

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

10.2 Определение относительной погрешности измерительного канала УЭП

Определение относительной погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных анализатором со значениями, полученными на кондуктометре лабораторном автоматизированном (далее-кондуктометра). Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой +25 °С, при стабилизации температуры рабочего объема раствора в течение 30 минут. Контрольные растворы готовят в соответствии с Р 50.2.021-2002. Контрольные растворы готовятся с номинальным значением УЭП: $(0,010 \pm 0,001)$ См/м, $(12 \pm 0,5)$ См/м, (30 ± 1) См/м. Регистрируют показания анализатора и кондуктометра для каждого из контрольных растворов.

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

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

где $\chi_{\text{изм}}$ – значение УЭП контрольного раствора, измеренное анализатором, См/м;
 χ_0 – значение УЭП, измеренное кондуктометром, См/м.

10.3 Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН.

Определение абсолютной погрешности измерений рН проводить путем сравнения значений рН буферных растворов, измеренные анализатором с действительными значениями рН буферных растворов. Проводят измерения для буферных растворов с действительными значениями рН: 1,65, 6,86, 9,18. Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой +25 °С, при стабилизации температуры буферного раствора в течение 30 минут. Для каждого буферного раствора проводят регистрацию показаний анализатора.

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

$$\Delta_{\text{рН}} = \text{рН}_{\text{изм}} - \text{рН}_{\text{эт}}, \quad (3)$$

где $\text{рН}_{\text{изм}}$ – измеренное анализатором значение рН буферного раствора;
 $\text{рН}_{\text{эт}}$ – действительное значение рН буферного раствора.

10.4 Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП.

Определение абсолютной погрешности измерений ОВП проводить путем сравнения действительных значений буферных растворов ОВП, приготовленных из стандарт-титров СТ-ОВП-01 с показаниями анализатора. Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой +25 °С, при стабилизации температуры рабочего объема раствора в течение 30 минут. Для каждого буферного раствора проводят регистрацию показаний анализатора.

Абсолютную погрешность измерений ОВП рассчитать для каждого измеренного анализатором значения ОВП буферного раствора ОВП по формуле:

$$\Delta_{\text{ОВП}} = \text{Rh}_{\text{изм}} - \text{Rh}_{\text{эт}} \quad (4)$$

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

10.5 Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода.

Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности проводить путем сравнения показаний анализатора в режиме измерений в массовой концентрации растворенного кислорода при измерениях контрольных растворов с их расчетными значениями массовой концентрации растворенного кислорода.

Измерения проводят для растворов с номинальными расчетными значениями массовой концентрации растворенного кислорода 6 мг/дм³ и 14 мг/дм³.

Приведенную (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитать по формуле:

$$\delta_{O_2} = \frac{C_{\text{изм}} - C_0}{C_{\text{в}} - C_{\text{н}}} \cdot 100 \%, \quad (5)$$

где C_0 – расчетное значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода в контрольном растворе, мг/дм³;

$C_{\text{изм}}$ – значение массовой концентрации растворенного в воде кислорода, измеренное анализатором, мг/дм³;

$C_{\text{в}} - C_{\text{н}}$ – верхнее и нижнее значение диапазона измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода, мг/дм³.

10.6 Определение основной приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) и основной относительной погрешности измерительного канала мутности.

Определение основной относительной и основной приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности проводить путем сравнения результатов измерений анализатором мутности контрольных растворов, с их расчетными значениями.

Измерения проводят для контрольных растворов со значением 4 ЕМФ, 40 ЕМФ, 400 ЕМФ и 2000 ЕМФ.

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

$$\gamma = \frac{X_c - X_{pi}}{C_{\text{в}}} \cdot 100\% \quad (6)$$

где X_c – значение мутности, измеренное анализатором, ЕМФ,

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

$C_{\text{в}}$ – верхнее значение диапазона измерений мутности.

Основную относительную погрешность измерений мутности поверяемого анализатора в диапазоне св. 50 до 4000 ЕМФ рассчитать для каждого контрольного раствора по формуле:

$$\delta_0 = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100\%, \quad (7)$$

где X_1 – значение мутности, измеренное анализатором, ЕМФ;

X_0 – значение мутности в контрольном растворе, ЕМФ.

10.7 Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерительных каналов массовой концентрации свободного (активного) и общего хлора.

Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерений проводить путем сравнения результатов измерений анализатором массовой концентрации свободного (активного) и общего хлора с расчетными значениями массовой концентрации свободного (активного) и общего хлора в контрольных растворах.

Измерения проводят для контрольных растворов свободного (активного) хлора с номинальными значениями массовой концентрации 0,25 мг/дм³, 0,45 мг/дм³, 1 мг/дм³, 1,9 мг/дм³, 2,5 мг/дм³, 4,5 мг/дм³, 10 мг/дм³, 19 мг/дм³.

Для определения общего хлора проводят последовательное титрование контрольных растворов свободного (активного) хлора в соответствии с пп.4.4.2 и 4.4.3 ГОСТ 18190-72.

Приведенную (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации свободного и общего хлора рассчитать для каждого измеренного значения каждого компонента по формуле:

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

где X_c – показания анализатора при измерении массовой концентрации общего и свободного хлора соответственно в контрольном растворе, мг/дм³,

X_{pi} – значение массовой концентрации общего и свободного хлора соответственно в i -м контрольном растворе, мг/дм³,

$C_B - C_H$ – верхнее и нижнее значение диапазона измерений массовой концентрации общего и свободного хлора соответственно.

10.8 Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного озона.

Определение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности проводить путем сравнения результатов измерений анализатором массовой концентрации растворенного озона в каждом из контрольных растворов с их расчетными значениями. Измерения проводить для контрольных растворов с расчетными значениями массовой концентрации озона, соответствующим началу (от 5 % до 10 %), середине (от 45 % до 55 %), концу (от 85 % до 95 %) каждого диапазона измерений. Контрольные растворы готовятся в соответствии с приложением В.

Подачу контрольных растворов на датчик озона проводить в соответствии с эксплуатационной документацией на анализаторы.

Приведенную (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации растворенного озона γ_{O_3} , % рассчитывают по формуле:

$$\gamma_{O_3} = \frac{C_{изм} - C_0}{C_B - C_H} \cdot 100\%, \quad (9)$$

где C_0 – значение массовой концентрации растворенного озона, в контрольном растворе, приготовленном в соответствии с Приложением В, мг/дм³;

$C_{изм}$ – значение массовой концентрации растворенного в воде озона, измеренное анализатором, мг/дм³;

C_B и C_H – верхнее и нижнее значение диапазона измерений массовой концентрации растворенного в воде озона соответственно, мг/дм³.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Анализаторы признают соответствующими метрологическим требованиям, указанным в описании типа, если результаты проверок по пп. 7 и 8 положительные, результаты проверок по п. 9 и 10 соответствуют требованиям описания типа анализаторов, при этом:

- значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,5$ °С;
- значение относительной погрешности измерений УЭП не превышает значений: ± 1 % с контактными датчиками УЭП и $\pm 1,5$ % с индуктивными датчиками УЭП;
- значение абсолютной погрешности измерений pH не превышает $\pm 0,5$ для анализаторов модификации AQUIS 500AS и $\pm 0,05$ для анализаторов модификаций AQUIS touch P и AQUIS touch S;
- значение абсолютной погрешности измерений ОБП не превышает ± 50 мВ для анализаторов модификации AQUIS 500AS и ± 10 мВ для анализаторов AQUIS touch P и AQUIS touch S;
- значение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации растворенного кислорода не превышает ± 2 %;
- значение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерений мутности в диапазоне от 0,2 до 50 включ. ЕМФ не превышает ± 5 %; значение относительной погрешности измерений мутности в диапазоне св. 50 до 4000 ЕМФ не превышает ± 5 %;
- значение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации свободного (активного) хлора и общего хлора не превышает ± 15 %;

- значение приведенной (к верхнему пределу диапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации растворенного озона не превышает $\pm 15\%$.

12 Оформление результатов поверки

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

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

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

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

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- СО состава (O₂+N₂) ГСО 10650-2015
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Рег № 61806-15)
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Рег № 46434-11)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74
- натрий сернистоокислый по ГОСТ 195-77
- вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018;
- магнитная мешалка

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

Колбу вместимостью 250 см³ промывают и наполняют его примерно на три четверти от объема дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018. При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с ПГС. Расход газовой смеси визуально 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 смесью производят не менее 20 минут.

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

Проверка нуля осуществляется либо с помощью раствора натрия сернистоокислого, приготовленного в соответствии с п. 9.3. Р 50.2.045-2005 ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки, либо с помощью инертного газа (N₂). Для чего необходимо подключить баллон с инертным газом (N₂) на вход. Продувать азотом через ячейку до установления показаний анализатора. Типовое время установления нулевых показаний датчика анализатора составляет 10-20 минут.

Таблица А.1.

№	Номинальное значение объемной доли O ₂ в азоте, C _н , %	Погрешность аттестованного значения ПГС, Δ, % об. не более	Массовая концентрация растворенного кислорода в контрольном растворе, С, мг/дм ³ *
1	15	0,04	5,92
2	35	0,08	13,81

* – при давлении 766 мм рт.ст. (101,3кПа) и температуре раствора +25 °С

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

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

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

$P_{\text{н}}$ – нормальное давление, равное 101,3 кПа

X – значение объемной доли O₂ в ГСО-ПГС, %

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

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Значения равновесных концентраций А кислорода при насыщении воды
атмосферным воздухом при нормальном атмосферном давлении 101,325
кПа (760 мм рт.ст.) в зависимости от температуры, мг/дм³

A	t	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26	
1,0	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87	
2,0	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49	
3,0	13,46	13,42	13,39	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14	
4,0	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80	
5,0	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48	
6,0	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17	
7,0	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87	
8,0	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59	
9,0	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32	
10,0	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06	
11,0	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81	
12,0	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56	
13,0	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33	
14,0	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11	
15,0	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90	
16,0	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69	
17,0	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49	
18,0	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30	
19,0	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11	
20,0	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93	
21,0	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76	
22,0	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60	
23,0	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43	
24,0	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28	
25,0	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13	
26,0	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98	
27,0	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84	
28,0	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70	
29,0	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57	
30,0	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44	
31,0	7,44	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35	
32,0	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23	
33,0	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11	
34,0	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00	
35,0	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89	

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов
озона в воде

- Для приготовления контрольных растворов озона в воде используются:
- средства измерений, материалы и реактивы, указанные в ГОСТ 18301-72 «Вода питьевая. Методы определения содержания остаточного озона»,
 - термостат жидкостной «ТЕРМОТЕСТ-100»;
 - синтезатор озона (в соответствии с Таблицей 2 настоящей МП в зависимости от диапазона измерений);
 - кислород газообразный технический 2-й сорт по ГОСТ 5583-78 в баллоне под давлением,
 - азот газообразный технический повышенной чистоты по ГОСТ 9293-74;
 - редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4 по ТУ 3645-026-00220531-95 в комплекте с вентилем точной регулировки тросовым ВТР-4.

Подготовить синтезатор озона к работе в соответствии с его эксплуатационными документами и задать последовательно значения массовой концентрации на его выходе в соответствии с Таблицей 1.

Таблица 1

№ п/п	Заданное значение массовой концентрации озона в кислородно-озоновой смеси на выходе синтезатора озона, мг/дм ³	Расчетное номинальное значение массовой концентрации растворенного озона, мг/дм ³ (при температуре раствора +10 °C)*
1	0,7	0,25
2	1,2	0,45
3	3	1,08
4	5	1,8
5	12	4,3
6	25	9
7	50	18

*Примечание: расчетное номинальное значение массовой концентрации растворенного озона рассчитывается по формуле:

$$X = X_0 \cdot K,$$

где X – значение массовой концентрации растворенного озона в растворе, мг/дм³,

X₀ – массовая концентрация озона в кислородно-озоновой смеси на выходе синтезатора озона, мг/дм³,

K – коэффициент распределения, равный 0,36 при температуре раствора +10 °C¹⁾.

Емкость с дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018, объемом не менее 1 дм³ помещают в термостат, проводят термостатирование при +10 °C.

Кислородно-озоновые смеси от синтезатора озона пропускают (барботируют) через емкость, находящуюся в термостате при температуре +10°C в течение не менее 30 минут. Затем отбирают по 200-250 см³ воды в 2 конических колбы и проводят определение массовой концентрации озона в отобранных пробах воды по ГОСТ 18301-72.

Контрольный раствор для проверки нулевых показаний анализатора готовится идентично контрольным растворам озона, барботируя чистый газ – азот через дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144-2018, находящуюся в сосуде, помещенном в термостат и термостатированную при +10 °C.

1)1)1)1) Данные из источника Л.А. Кульский. Теоретические основы и технологии кондиционирования воды. Киев: Наук. думка, 1983, стр. 309-310.

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 СО	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. Результаты идентификации ПО _____
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки) _____

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

5. Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) _____

На основании результатов поверки внесена запись в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений № _____

выдано:

Свидетельство о поверке № _____ от _____
Извещение о непригодности № _____ от _____

Поверитель _____ от _____