

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. «25» ноября 2019 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Зонды гидрологические RBR

Методика поверки

МП 209-097-2019

СОГЛАСОВАНО

Руководитель НИЛ 2540

Левин А.Ю.

Руководитель лаборатории

В.И. Суворов

Научный сотрудник лаборатории

А.М. Смирнов

г. Санкт-Петербург

2019 г.

Содержание

1. Операции поверки	3
2. Средства поверки	4
3. Требования безопасности	4
4. Условия поверки	5
5. Подготовка к поверке	5
6. Проведение поверки	5
7. Оформление результатов поверки	7
Приложение А	8
Приложение Б	9
Приложение В	10

Настоящая методика распространяется на зонды гидрологические RBR (модификаций Solo, Duet, Maestro, Concerto, Duo, Virtuoso) (далее – зонды), предназначенные для измерений температуры, удельной электрической проводимости (далее – УЭП), гидростатического давления, мутности и массовой концентрации растворенного в воде кислорода.

Зонды подлежат первичной и периодической поверке. Допускается проводить поверку отдельных измерительных каналов в соответствии с заявлением владельца СИ.

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 абсолютной погрешности измерительного канала температуры	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение погрешности измерительного канала УЭП	п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерительного канала гидростатического давления	п. 6.4.3	Да	Да
4.4. Определение погрешности измерительного канала мутности	п. 6.4.4	Да	Да
4.5. Определение абсолютной погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода	п. 6.4.5	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 1 разряда единицы температуры, измеритель температуры многоканальный прецизионный серии МИТ 8 (рег. № 19736-11) с термометром сопротивления эталонным ЭТС-25 (рег. № 19484-09)	Диапазон измерений температуры от минус 5 до +100 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,005 °С

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки	Метрологические характеристики средства поверки
6.4.2	Рабочий эталон 1 разряда единицы удельной электрической проводимости жидкостей, установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1 (рег. № 31468-06)	Диапазон измерений удельной электрической проводимости: от 10^{-4} до 100 См/м, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,1$ %
6.4.3	Рабочий эталон 1 разряда единицы давления в области избыточных давлений, 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	СО мутности (формазиновая суспензия)	ГСО 7271-96
6.4.5	СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов состава (O_2+N_2)	ГСО 10531-2014
Вспомогательное оборудование, реактивы и материалы		
6.4.2	Калий хлористый (х.ч.)	по ГОСТ 4234-77
6.4.1, 6.4.2, 6.4.4, 6.4.5	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
6.4.1, 6.4.2, 6.4.4, 6.4.5	Термостат жидкостной	Погрешность поддержания температуры $\pm 0,1$ °С, в диапазоне температур от 0 °С до 35 °С;
6.4.1-6.4.5	Термогигрометр ИВА-6 (рег. № 4643411)	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. ± 2 %; в диапа. св. 90 до 98 % абс. ± 3 % Погрешность измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа не превышает $\pm 2,5$ гПа
6.4.1- 6.4.5	Персональный компьютер с ПО «Ruskin»	—

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 107;

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 зонда технической документации;
- исправность органов управления и настройки;

Зонд считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Зонд 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 номера версии автономного программного обеспечения доступен в меню «Help», а также при загрузке ПО.

Просмотр номера версии встроенного программного обеспечения доступен в меню зонда «Information».

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

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры.

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений, полученных на зонде со значением эталонного термометра. 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 зондом, °С.

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,01$ °С в диапазоне от -5 до +35 °С.

6.4.2. Определение погрешности измерительного канала УЭП.

Определение погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП поверочных растворов КСl, измеренных зондом со значениями, полученными на рабочем эталоне. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений. Поверочные растворы готовят в соответствии с Р 50.2.021-2002.

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

$$\Delta \chi = \chi_{\text{изм}} - \chi_0 \quad (2)$$

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

$$\delta \chi = \frac{\chi_{\text{изм}} - \chi_0}{\chi_0} \cdot 100\% \quad (3),$$

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

χ_0 – значение УЭП, полученные на рабочем эталоне, См/м.

Результаты определения считать положительными, если значение:

- абсолютной погрешности измерений УЭП в диапазоне от 0,005 до 0,5 включ. См/м не превышает $\pm 0,001$ См/м;
- относительной погрешности измерений УЭП в диапазоне св. 0,5 до 8,5 См/м не превышает $\pm 0,2$ %.

6.4.3. Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерительного канала гидростатического давления.

Определения приведенной (к диапазону) погрешности 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:

$$\gamma_P = \frac{P_{\text{изм}} - P_{\text{эт.}}}{P_n} \cdot 100\% \quad (4),$$

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

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

P_n – верхний предел диапазона измерений, МПа.

Результаты определения считать положительными, если значение приведенной (к диапазону) погрешности измерений гидростатического давления не превышает $\pm 0,05$ % в диапазоне от 0 до 7,5 МПа.

6.4.4. Определение погрешности измерительного канала мутности.

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

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

$$\Delta_{\text{тур}} = X_1 - X_0 \quad (5)$$

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

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

где X_1 – значение мутности, измеренное зондом, ЕМФ;

X_0 – расчетное значение мутности в контрольной суспензии, ЕМФ;

Результаты определения считать положительными, если значение

- значение абсолютной погрешности измерений мутности в диапазоне от 0 до 100 включ. ЕМФ не превышает ± 5 ЕМФ;
- значение относительной погрешности измерений мутности в диапазоне св. 100 до 1250 ЕМФ не превышает ± 5 %.

6.4.5. Определение абсолютной погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного в воде кислорода.

Определение абсолютной погрешности измерений растворенного в воде кислорода проводить путем сравнения значений растворенного в воде кислорода в поверочных растворах, приготовленных в соответствии с приложением А, 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:

$$\Delta_{\text{DO}} = \left[\text{Sat} \cdot C_{\text{nv}} \cdot e^{a_1 + \frac{a_2 \cdot 100}{t+273,15} + a_3 \cdot \ln \frac{t+273,15}{100} + \frac{a_4 \cdot (t+273,15)}{100}} \right] - C_0 \quad (7),$$

где Sat – значение насыщения кислородом воды, полученное зондом, %;

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

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

C_{nv} , a_1 , a_2 , a_3 , a_4 , – коэффициенты растворимости кислорода в воде ($C_{\text{nv}}=1,428$, $a_1=-173,4292$, $a_2=249,6339$, $a_3=143,3483$, $a_4=-21,8492$).

Результаты определения считаются положительными если значение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода в диапазоне от 0 до 10 мг/дм³ не превышает $\pm(0,05 + 0,025 \cdot C)$, где C – измеренная массовая концентрация растворенного кислорода, мг/дм³.

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения В, 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 поверочных растворов
растворенного в воде кислорода**

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО-ПГС состава (O₂+N₂) ГСО 10531-2014
- 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 сернистокислый по ГОСТ 195-77
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- 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 6709-72.

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

В стакан опускают стержень магнитной мешалки, термометр и закрывают стакан крышкой и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания.

Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 20 минут.

Расчетное значение 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 зонда осуществляется с помощью раствора натрия сернистокислого, приготовленного в соответствии с п. 9.3. Р 50.2.045-2005 ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки.

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

Таблица А.1.

№	Номинальное значение объемной доли O ₂ в азоте, C _н , %	Погрешность аттестованного значения ПГС, %, Δ, не более	Массовая концентрацией растворенного кислорода в контрольном растворе, С, мг/дм ³ *
1	0,505	0,008	0,2
2	5,04	0,05	1,988
3	Кислород воздуха, 20,94	–	8,26

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

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

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

где P_{атм} – атмосферной давление, кПа;

P_н – нормальное давление, равное 101,3 кПа

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

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

A – растворимость кислорода (приложение Б), мг/дм³.

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

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 выдано:

свидетельство о поверке № _____ от _____

Поверитель _____ от _____
 ФИО Подпись Дата