

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального
директора - заместитель по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»


«05» 12 2016 г.



АНАЛИЗАТОРЫ ЖИДКОСТИ КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЕ АЖК-31

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

АВДП.406233.003/1 МП

2016 г.

Оглавление

1	Операции поверки.....	4
2	Средства поверки.....	5
3	Требования безопасности.....	7
4	Условия поверки и подготовка к ней.....	8
5	Проведение поверки.....	9
5.1	Внешний осмотр.....	9
5.2	Опробование.....	9
5.3	Определение абсолютной погрешности при измерении температуры анализируемой жидкости (кроме модификации АЖК-3101).....	9
5.4	Определение основной приведенной погрешности при измерении УЭП.....	10
5.5	Определение основной приведенной погрешности при измерении концентрации.....	14
5.6	Определение дополнительной приведенной погрешности от изменения температуры анализируемой жидкости при измерении УЭП.....	14
5.7	Определение дополнительной приведенной погрешности от изменения температуры анализируемой жидкости при измерении концентрации.....	18
5.8	Оформление результатов поверки.....	19
	Приложение А.....	20
	Приложение Б.....	23

Введение

Настоящая методика распространяется на анализаторы жидкости кондуктометрические АЖК-31 (далее – анализаторы), выпускаемые по ТУ 4215-046-10474265-2009, изготавливаемые ЗАО «НПП «Автоматика», г. Владимир.

Анализаторы предназначены для измерений удельной электропроводности (УЭП) растворов солей, кислот и щелочей, а также преобразования УЭП этих растворов в значение концентрации при заданной температуре анализируемой жидкости.

Анализаторы представляют собой средство измерения непрерывного действия, состоящее, в зависимости от модификации, из первичного преобразователя с датчиком УЭП проточного или погружного типа и измерительного прибора (модификации АЖК-3101, АЖК-3101М, АЖК-3101ВП, АЖК-3122), из датчика и измерительного прибора (модификации АЖК-3102, АЖК-3122.П) или только из первичного преобразователя с датчиком (модификации АЖК-3110, АЖК-3130). Модификация АЖК-3104 представляет собой лабораторное средство измерений, состоящее из датчика и измерительного прибора.

Анализаторы различаются между собой также наличием индикации измеряемой физической величины: УЭП, концентрации растворенных веществ, температуры анализируемой жидкости и наличием программной перенастройки диапазонов измерения.

Модификации анализатора имеют свои варианты исполнения, отличающиеся диапазонами измерений, наличием индикации значений температуры и концентрации, выходными аналоговыми сигналами, а так же наличием или отсутствием выходных цифровых интерфейсных сигналов.

Интервал между поверками – 1 год.

При проведении поверки следует пользоваться руководством по эксплуатации для конкретной модификации анализатора.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	5.1	+	+
2 Опробование	5.2	+	+
3 Определение абсолютной погрешности при измерении температуры анализируемой жидкости*	5.3	+	+
4 Определение основной приведенной погрешности при измерении УЭП	5.4	+	+
5 Определение основной приведенной погрешности при измерении концентрации	5.5	+	+
6 Определение дополнительной приведенной погрешности от изменения температуры анализируемой жидкости при измерении УЭП	5.6	+	-
7 Определение дополнительной приведенной погрешности при рабочей температуре анализируемой жидкости при измерении концентрации	5.7	+	-
Периодическую поверку допускается проводить в тех диапазонах, которые используются при эксплуатации по соответствующим пунктам настоящей методики поверки. Соответствующая запись должна быть сделана в эксплуатационных документах и свидетельстве о поверке на основании решения эксплуатанта.			

* - не проводится для модификации АЖК-3101

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Перечень средств измерений, испытательного оборудования и материалов, необходимых для проведения поверки анализаторов приведен в таблице 2.

Таблица 2 - Основные средства поверки

Номер пункта методики поверки	Перечень основных и вспомогательных средств поверки
5.3	Термометры лабораторные ТЛ-4 для измерения температуры от 0 до 155 °С, рег. № 303-91 (цена деления шкалы 0,1 °С) Водяной термостат (диапазон регулирования температуры от 0 до 150 °С, погрешность установки температуры ± 0,3 °С)
5.4, 5.6	Кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, рег. № 46635-11 (диапазон измерения УЭП от 10 ⁻⁶ до 100 См/м, пределы основной относительной погрешности измерения УЭП ± 0,5%) Эталонные растворы УЭП жидкостей по Р 50.2.021-2002 с относительной погрешностью действительного значения УЭП не более ± 0,5 % Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 Калий хлористый х.ч. по ГОСТ 4234 1,4-диоксан сцинтилляционный по ГОСТ 10455 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 Кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204 Посуда мерная стеклянная по ГОСТ 1770 Водяной термостат (диапазон регулирования температуры от 0 до 150 °С, погрешность установки температуры ± 0,3 °С) Термометры лабораторные ТЛ-4 для измерения температуры от 0 до 155 °С, рег. № 303-91 (цена деления шкалы 0,1 °С) Миллиамперметр (класс точности не ниже 0,2) Магазин сопротивления Р4831-М1, рег. № 48930-12 (предел измерения до 100 кОм, класс точности не ниже 0,02)
5.5, 5.7	Кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, рег. № 46635-11 (диапазон измерения УЭП от 10 ⁻⁶ до 100 См/м, пределы основной относительной погрешности измерения УЭП ± 0,5%) Водяной термостат (диапазон регулирования температуры от 0 до 150 °С, погрешность установки температуры ± 0,3 °С) Термометры лабораторные ТЛ-4 для измерения температуры от 0 до 155 °С, рег. № 303-91 (цена деления шкалы 0,1 °С) Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 Посуда мерная стеклянная по ГОСТ 1770 Калий хлористый х.ч. по ГОСТ 4234 Кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204

	Калия гидроокись х.ч. по ГОСТ 24363
	Кислота азотная х.ч. по ГОСТ 4461
	Кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118
	Натрий хлористый х.ч. по ГОСТ 4233
	Натрия гидроокись х.ч. по ГОСТ 4328

2.2 Допускается использование других средств измерений и испытательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

2.3 Все средства измерений, применяемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке установленного образца, а вспомогательное оборудование – действующие аттестаты установленного образца.

2.4 Схемы подключения и методы настройки для поверки анализаторов приведены в руководствах по эксплуатации (далее РЭ) на соответствующие модификации.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности: при работе с химическими реактивами – по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021; при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0, а также указания соответствующих разделов эксплуатационной документации средств поверки.

3.2 К проведению поверки допускаются лица, изучившие документацию на приборы и средства поверки, прошедшие инструктаж по технике безопасности и аттестованные в качестве поверителей.

3.3 Помещения, в которых проводят работы с растворами, должны быть оборудованы устройствами приточно-вытяжной вентиляции и вытяжными шкафами в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004.

3.4 Помещения, в которых проводят поверку, должны соответствовать требованиям пожарной безопасности и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.5 При работе с растворами следует применять индивидуальные средства защиты по типовым отраслевым нормам.

3.6 Место для работы с растворами должно быть обеспечено подводом проточной питьевой воды.

3.7 Использованные растворы разрешается сливать только в специально подготовленную посуду с крышками. Последующая утилизация использованных растворов производится в соответствии с действующим законодательством. Слив растворов в общую канализационную сеть не допускается.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	(20 ± 5)
относительная влажность воздуха, %, не более	80
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106
напряжение питания сети, В	(220 ± 10)
частота напряжения питания, Гц	(50 ± 1)

4.2 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

4.2.1 Средства поверки и поверяемые анализаторы подготавливают к работе в соответствии с требованиями, указанными в РЭ на СИ.

4.2.2 Перед проведением поверки к аналоговому выходу анализатора в соответствии со схемой подключения из РЭ подключается миллиамперметр через сопротивление нагрузки: 0,25 кОм для диапазонов изменения выходного тока (4...20) и (0...20) мА и 1,0 кОм для диапазона изменения выходного тока (0...5) мА.

4.2.3 Подготавливают эталонные растворы УЭП жидкостей по Р 50.2.021-2002 или готовят контрольные растворы УЭП согласно приложению 2 ГОСТ 22171. Приготавливают контрольные растворы концентраций согласно приложению А.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

5.1.1 При проведении внешнего осмотра проверить визуально:

- комплектность анализатора в соответствии с паспортом;
- наличие в ЭД на прибор его метрологических характеристик;
- отсутствие неисправностей органов управления (кнопок), разъёмов, клемм, штуцеров;
- отсутствие повреждений корпусов, соединительных проводов (кабелей), и датчиков;
- четкость и правильность маркировки (обозначение прибора, наименование или товарный знак предприятия-изготовителя, заводской номер, обозначение переключателей, соединителей, гнезд, зажимов).

5.1.2 Анализатор считают выдержавшим внешний осмотр положительно, если он соответствует всем перечисленным требованиям. В противном случае анализатор бракуют и дальнейшую проверку не проводят.

5.2 Опробование

5.2.1 Проверить функционирование анализатора в соответствии с РЭ в различных режимах работы. После изменения диапазонов или пределов измерений, а также режима работы, и возвращения их в исходное положение, показания прибора должны восстанавливаться.

5.2.2 Анализатор, при операциях опробования которого выявлено несоответствие требованиям РЭ, бракуют и дальнейшую проверку не проводят.

5.3 Определение абсолютной погрешности при измерении температуры анализируемой жидкости (кроме модификации АЖК-3101)

5.3.1 Перевести анализатор в режим измерения температуры, либо в режим, в котором значение температуры индицируется на дисплее, в соответствии с указаниями РЭ.

5.3.2 Установить на термостате температуру 5 °С.

5.3.3 Погрузить датчик анализатора и термометр в термостат.

5.3.4 Выждать время, достаточное для установления теплового равновесия раствора (не менее 5 минут). Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора и термометра.

5.3.5 Провести измерения по пп. 5.3.2 – 5.3.4 для температур 20, 50, 95 °С. В случае, если максимально установленная для анализатора температура анализируемой среды менее 95 °С, вместо точки 95 °С использовать значение максимально установленной для анализатора температуры. Для модификаций с исполнением «АС» провести измерения также для температуры 120 °С, для модификаций «ВТ» - для температур 5, 120 и 150 °С.

Для измерений при температурах свыше 90 °С категорически запрещается использовать воду в качестве рабочей жидкости для термостата! Рекомендуемые жидкости для данных температур, как правило, приведены в

руководстве по эксплуатации на термостат. Работы проводить только в защитных перчатках и очках!

5.3.6 Рассчитать абсолютную погрешность измерения температуры анализируемой жидкости по формуле (1)

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

где: Δt - абсолютная погрешность измерения температуры;

$t_{и}$ – показание анализатора, °С;

$t_{эт}$ – показание эталонного термометра, °С.

5.3.7 Если значения Δt , рассчитанные для каждой выбранной отметки шкалы температур поверяемого анализатора не выходят за пределы допускаемой погрешности измерения:

- в диапазоне (0...50) °С $\pm 0,5$ °С;
- в диапазоне (50...100) °С $\pm 1,0$ °С;
- в диапазоне (100...150) °С $\pm 2,0$ °С;

то анализатор признают пригодным к дальнейшей поверке, в противном случае анализатор бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

5.4 Определение основной приведенной погрешности при измерении УЭП

5.4.1 Определить основную приведенную погрешность одним из трех методов:

- с использованием эталонных растворов (только для анализаторов с верхним пределом измерения УЭП не более 10 См/м) (п. 5.4.2);
- с использованием контрольных растворов – рекомендованный метод (п.5.4.3);
- поэлементным методом (п. 5.4.4).

Основную приведенную погрешность при измерении УЭП определяют при отключенной термокомпенсации.

5.4.2 Определение основной приведенной погрешности с использованием эталонных растворов

5.4.2.1 Взять эталонный раствор со значением УЭП, соответствующему (20 ± 5) % от диапазона (поддиапазона) измерения.

5.4.2.2 Промыть датчик поверяемого анализатора эталонным раствором три раза.

5.4.2.3 Датчик погружного типа поверяемого анализатора поместить в стакан, с эталонным раствором и установить в термостат с температурой 25 °С. Датчик проточного типа поверяемого анализатора, заполнить эталонным раствором, закрыть выходы силиконовыми пробками или соединить отрезком силиконового шланга, заполненного эталонным раствором, и поместить в термостат. Поддерживать температуру в термостате с точностью $\pm 0,1$ °С.

5.4.2.4 Выждать время, достаточное для установления теплового равновесия раствора (не менее 5 минут).

5.4.2.5 Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора и выходного тока.

5.4.2.6 Выполнить действия по пп. 5.4.2.2 – 5.4.2.5 еще два раза.

5.4.2.7 Выполнить действия по пп. 5.4.2.1 – 5.4.2.6 для растворов УЭП со значениями, соответствующими (50 ± 5) и (80 ± 5) % от диапазона (поддиапазона) измерений УЭП.

5.4.2.8 В случае наличия у анализатора нескольких поддиапазонов измерения УЭП осуществить измерения по пп. 5.4.2.1 – 5.4.2.7 для каждого поддиапазона.

5.4.2.9 Рассчитать основную приведенную погрешность измерения УЭП (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по показаниям анализатора по формуле (2):

$$\delta = [(\bar{x}_{\text{изм}} - \bar{x}_p) / \bar{x}_d] \cdot 100 \%, \quad (2)$$

где: $\bar{x}_{\text{изм}}$ – среднее арифметическое значение УЭП, См/м, полученное по показаниям поверяемого анализатора;

\bar{x}_p – значение УЭП эталонного раствора, См/м;

\bar{x}_d – диапазон (разность между максимальным и минимальным значениями) измерения анализатора УЭП, См/м.

5.4.2.10 Рассчитать основную приведенную погрешность по выходному току (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по показаниям анализатора по формуле (3):

$$\delta = [(I_{\text{изм}} - I_{\text{расч}}) / I_d] \cdot 100 \%, \quad (3)$$

$$I_{\text{расч}} = I_{\text{мин}} + (I_{\text{макс}} - I_{\text{мин}}) \frac{A_{\text{изм}} - A_{\text{мин}}}{A_{\text{макс}} - A_{\text{мин}}} \quad (3.a)$$

где: $I_{\text{изм}}$ – среднее арифметическое значение измеренного выходного тока, мА;

$I_{\text{расч}}$ – расчетное значение выходного тока, мА, определяемое по формуле (3.a);

$I_{\text{мин}}, I_{\text{макс}}$ – минимальное и максимальное значение тока выходного сигнала;

$A_{\text{мин}}, A_{\text{макс}}$ – минимальное и максимальное значение диапазона измерений;

$A_{\text{изм}}$ – показание анализатора;

I_d – диапазон (разность между максимальным и минимальным значениями) выходного тока, мА.

5.4.3 Определение основной приведенной погрешности с использованием контрольных растворов

5.4.3.1 Взять контрольный раствор со значением УЭП, соответствующим (20 ± 5) % от диапазона (поддиапазона) измерения.

5.4.3.2 Промыть ячейку эталонного кондуктометра и датчик поверяемого анализатора контрольным раствором три раза.

5.4.3.3 Датчик погружного типа поверяемого анализатора поместить в стакан, с контрольным раствором и установить в термостат с температурой 25 °С. Датчик проточного типа поверяемого анализатора заполнить контрольным раствором,

закрывать выходы силиконовыми пробками или соединить отрезком силиконового шланга, заполненного эталонным раствором, и поместить в термостат.

5.4.3.4 Поместить в термостат ячейку эталонного кондуктометра. Поддерживать температуру в термостате с точностью $\pm 0,1$ °С.

5.4.3.5 Выждать время, достаточное для установления теплового равновесия раствора (не менее 5 минут).

5.4.3.6 Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора, эталонного кондуктометра и выходного тока.

5.4.3.7 Выполнить действия по пп. 5.4.3.2 – 5.4.3.6 еще два раза.

5.4.3.8 Выполнить действия по пп. 5.4.3.1 – 5.4.2.7 для контрольных растворов УЭП со значениями, соответствующими (50 ± 5) и (80 ± 5) % от диапазона (поддиапазона) измерений УЭП.

5.4.3.9 В случае наличия у анализатора нескольких поддиапазонов измерения УЭП осуществить измерения по пп. 5.4.3.1 – 5.4.3.8 для каждого поддиапазона.

5.4.3.10 Рассчитать основную приведенную погрешность измерения УЭП (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по показаниям анализатора по формуле (4):

$$\delta = [(\alpha_{\text{изм}} - \alpha_{\text{э.к}}) / \alpha_{\text{д}}] \cdot 100 \%, \quad (4)$$

где: $\alpha_{\text{изм}}$ – значение УЭП контрольного раствора, полученное по показаниям анализатора, См/м;

$\alpha_{\text{э.к}}$ – значение УЭП контрольного раствора, измеренное по эталонному кондуктометру, См/м;

$\alpha_{\text{д}}$ – диапазон измерения анализатора, См/м.

5.4.3.11 Рассчитать основную приведенную погрешность по выходному току (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по показаниям анализатора по формуле (3).

5.4.4 Определение основной приведенной погрешности поэлементным методом

5.4.4.1 Определить значение постоянной С датчика анализатора.

5.4.4.1.1 Взять эталонный или контрольный раствор со значением УЭП максимально близким к 0,008 См/м (80 мкСм/см). В случае применения контрольного раствора измерить его УЭП $\alpha_{\text{э.к}}$ при помощи эталонного кондуктометра в соответствии с РЭ на эталонный кондуктометр.

5.4.4.1.2 Промыть датчик поверяемого анализатора эталонным (контрольным) раствором три раза.

5.4.4.1.3 Заполнить датчик поверяемого анализатора эталонным (контрольным) раствором и погрузить в термостат с температурой $(25 \pm 0,1)$ °С. Поддерживать температуру в термостате с точностью $\pm 0,1$ °С.

5.4.4.1.4 После установления заданной температуры измерить УЭП раствора $\alpha_{\text{пов}}$ поверяемым анализатором

5.4.4.1.5 Рассчитать значение постоянной датчика по формуле (5):

$$C = C_{\text{расч}} \cdot \alpha_{\text{э.к.}} / \alpha_{\text{пов.}}, \quad (5)$$

где: $C_{\text{расч}}$ – расчетное конструктивное значение постоянной датчика анализатора (приводится в паспорте анализатора), см^{-1} ;

5.4.4.2 Подключить к анализатору вместо датчика магазин сопротивлений по схеме соединений из РЭ.

5.4.4.3 Рассчитать значения имитирующих сопротивлений $R_{\text{им}}$ для значений УЭП, соответствующих (20, 50, 80) % диапазона (поддиапазона) измерения по формуле (6):

$$R_{\text{им}} = C / \alpha_{\text{расч}}, \quad (6)$$

где: $R_{\text{им}}$ – значение имитирующего сопротивления, Ом;

$\alpha_{\text{расч}}$ – значение УЭП, соответствующее каждой проверяемой точке, См/м;

C – постоянная датчика анализатора, м^{-1} .

5.4.4.4 Поочередно (от меньшего значения к большему) задать рассчитанные значения сопротивлений с помощью магазина сопротивлений, зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора и выходного тока.

5.4.4.5 В случае наличия у анализатора нескольких поддиапазонов измерения УЭП осуществить измерения по пп. 5.4.4.3 – 5.4.4.4 для каждого поддиапазона.

5.4.4.6 Рассчитать основную приведенную погрешность измерения УЭП (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по показаниям анализатора по формуле (7):

$$\delta = [(\alpha_{\text{изм}} - \alpha_{\text{расч}}) / \alpha_{\text{макс}}] \cdot 100 \% , \quad (7)$$

где: $\alpha_{\text{изм}}$ – измеренное значение УЭП при соответствующем имитирующем сопротивлении, См/м;

$\alpha_{\text{расч}}$ – расчетное значение УЭП, соответствующее проверяемой точке, См/м;

$\alpha_{\text{макс}}$ – верхний предел диапазона измерения УЭП, См/м.

5.4.4.7 Рассчитать основную приведенную погрешность по выходному току (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по показаниям анализатора по формуле (3).

5.4.5 Если значения основных приведенных погрешностей не выходят за пределы допускаемой погрешности измерения:

- для всех модификаций,
кроме АЖК-3102, АЖК-3104 $\pm 2,0 \%$;
- для модификации АЖК-3102 $\pm 4,0 \%$;
- для модификации АЖК-3104 $\pm (0,01 \cdot A) \%$, где A – показание анализатора, мСм/см;

то анализатор признают пригодным к дальнейшей поверке, в противном случае анализатор бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

5.5 Определение основной приведенной погрешности при измерении концентрации

5.5.1 Включить поверяемый анализатор в режим измерения концентрации в соответствии с РЭ.

5.5.2 Приготовить контрольные растворы согласно приложению А со концентрациями, соответствующими $(20 \pm 5) \%$, $(50 \pm 5) \%$ и $(80 \pm 5) \%$ от диапазона измерений концентрации.

5.5.3 Провести измерения аналогично п. 5.4.3, используя растворы, приготовленные в п. 5.5.2. Зафиксировать значения показаний анализатора и выходного тока в протоколе.

5.5.4 Рассчитать значения концентраций контрольных растворов по формуле (8):

$$C_0 = C_{0,i} + \frac{(C_{0,j} - C_{0,i}) \cdot (\alpha_0 - \alpha_{0,i})}{\alpha_{0,j} - \alpha_{0,i}} \quad (8)$$

где: C_0 – теоретическое значение концентрации (% , мг/л, г/л);

α_0 – показание эталонного кондуктометра (См/м);

$\alpha_{0,i}$, $\alpha_{0,j}$ - имеющиеся во вкладном листе в паспорте ближайшие значения УЭП, меньше и больше полученного показания эталонного кондуктометра (α_0) соответственно;

C_{0i} и C_{0j} - значения концентраций из вкладного листа в паспорт, соответствующие значениям α_{0i} и α_{0j} (% , мг/л, г/л).

5.5.5 Рассчитать значения основной приведенной погрешности измерения концентрации (δ_c) по формуле (9):

$$\delta_c = [(C_n - C_o) / C_d] \cdot 100 \%, \quad (9)$$

где: C_n – показания поверяемого анализатора в единицах концентрации, мг/л, (г/л, %);

C_o – значение концентрации контрольного раствора, мг/л, (г/л, %);

C_d – диапазон измерения по концентрации, мг/л, (г/л, %).

5.5.6 Рассчитать основную приведенную погрешность по выходному току по показаниям анализатора по формуле (3).

5.5.7 Если значения основных приведенных погрешностей не выходят за пределы допускаемой погрешности измерения $\pm 5,0 \%$ то анализатор признают пригодным к дальнейшей поверке, в противном случае анализатор бракуют и дальнейшую поверку не проводят. В случае периодической поверки анализаторов поверка считается завершённой.

5.6 Определение дополнительной приведенной погрешности от изменения температуры анализируемой жидкости при измерении УЭП.

5.6.1 Переключить анализатор в режим измерения УЭП согласно указаниям РЭ. Включить режим простой термокомпенсации, установить температуру приведения термокомпенсации и температурные коэффициенты, указанные в паспорте на анализатор, согласно РЭ.

5.6.2 Определить значение дополнительной приведенной погрешности одним из следующих методов:

- с использованием эталонных растворов – только для анализаторов с верхним пределом измерения до 10 См/м (п. 5.6.3);
- с использованием контрольных растворов – рекомендованный метод (п. 5.6.4);
- поэлементным методом – только для анализаторов с верхним пределом измерения до 0,001 См/м (10 мкСм/см) (п. 5.6.5).

5.6.3 Определение дополнительной приведенной погрешности с использованием эталонного раствора

5.6.3.1 Установить температуру приведения термокомпенсации равной температуре, указанной в паспорте на эталонный раствор УЭП.

5.6.3.2 Взять эталонный раствор со значением УЭП, соответствующему $(80 \pm 5) \%$ от диапазона (поддиапазона) измерения.

5.6.3.3 Промыть датчик поверяемого анализатора эталонным раствором три раза.

5.6.3.4 Установить на термостате температуру на $15 \text{ }^\circ\text{C}$ ниже указанной в паспорте на эталонный раствор.

5.6.3.5 Датчик погружного типа поверяемого анализатора поместить в стакан, с контрольным раствором и установить в термостат. Датчик проточного типа поверяемого анализатора заполнить контрольным раствором, закрыть выходы силиконовыми пробками или соединить отрезком силиконового шланга, заполненного эталонным раствором, и поместить в термостат. Поддерживать температуру в термостате с точностью $\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.6.3.6 Выждать время, достаточное для установления теплового равновесия раствора (не менее 5 минут).

5.6.3.7 Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора.

5.6.3.8 Повторить измерения по пп. 5.6.3.2 – 5.6.3.7 при температуре на термостате на $15 \text{ }^\circ\text{C}$ выше указанной в паспорте на эталонный раствор.

5.6.3.9 В случае наличия у анализатора нескольких поддиапазонов измерения УЭП осуществить измерения по пп. 5.6.3.2 – 5.6.3.8 для каждого поддиапазона.

5.6.3.10 Определить дополнительную приведенную погрешность анализатора (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по формуле (10):

$$\gamma = [(\alpha_t - \alpha_{t_0}) / \alpha_d] \cdot 100 \%, \quad (10)$$

где: α_t – значение УЭП эталонного раствора, полученное по показаниям анализатора при заданной температуре, См/м;

α_{t_0} – значение УЭП эталонного раствора при температуре, указанной в паспорте на эталонный раствор, См/м;

α_d – диапазон измерения анализатора, См/м.

5.6.4 Определение дополнительной приведенной погрешности с использованием контрольного раствора

5.6.4.1 Приготовить контрольный раствор согласно приложению 2 ГОСТ 22171 со значением УЭП, соответствующим (80 ± 5) % от диапазона измерений.

5.6.4.2 Промыть ячейку эталонного кондуктометра и датчик поверяемого анализатора контрольным раствором три раза.

5.6.4.3 Заполнить ячейку эталонного кондуктометра контрольным раствором и погрузить в термостат с температурой равной температуре приведения термокомпенсации. Температура воды в термостате должна поддерживаться с точностью $\pm 0,1$ °С.

5.6.4.4 Измерить значение УЭП контрольного раствора эталонным кондуктометром.

5.6.4.5 Установить на термостате температуру на 15 °С ниже температуры приведения термокомпенсации.

5.6.5.6 Датчик погружного типа поверяемого анализатора поместить в стакан, с контрольным раствором и установить в термостат. Датчик проточного типа поверяемого анализатора заполнить контрольным раствором, закрыть выходы силиконовыми пробками или соединить отрезком силиконового шланга, заполненного эталонным раствором, и поместить в термостат. Поддерживать температуру в термостате с точностью $\pm 0,1$ °С.

5.6.4.7 Выждать время, достаточное для установления теплового равновесия раствора (не менее 5 минут).

5.6.4.8 Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора.

5.6.4.9 Повторить измерения по пп. 5.6.4.1 – 5.6.4.6 при температуре на термостате на 15 °С выше температуры приведения термокомпенсации.

5.6.4.10 В случае наличия у анализатора нескольких поддиапазонов измерения УЭП осуществить измерения по пп. 5.6.4.1 – 5.6.4.9 для каждого поддиапазона.

5.6.4.11 Определить дополнительную приведенную погрешность анализатора (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по формуле (11):

$$\gamma = [(\alpha^*_t - \alpha^*_{t_0}) / \alpha_d] \cdot 100\%, \quad (11)$$

где α^*_t – значение УЭП контрольного раствора по показаниям анализатора при заданной температуре, См/м; $\alpha^*_{t_0}$ – значение УЭП контрольного раствора по показаниям эталонного кондуктометра при температуре приведения термокомпенсации поверяемого анализатора, См/м; α_d – диапазон измерения анализатора, См/м.

5.6.5 Определение дополнительной приведенной погрешности с использованием поэлементного метода

5.6.5.1 Подключить к измерительной схеме поверяемого анализатора вместо датчика магазин сопротивлений согласно указаниям РЭ.

5.6.5.2 Отключить режим термокомпенсации. Установить с помощью магазина сопротивлений показания анализатора равные 50 % от верхней границы диапазона измерения. Зафиксировать в протоколе значения показаний анализатора α_{t_0} .

5.6.5.3 Рассчитать предельные отклонения показаний анализатора при изменении температуры раствора на ± 15 °С относительно температуры приведения термокомпенсации по формуле (12):

$$\alpha_t = \alpha_0 [1 + (t - t_0) \cdot \alpha_t] \quad (12)$$

где: α_t – показания анализатора при изменении температуры на ± 15 °С, См/м;
 α_0 – показания анализатора при температуре приведения термокомпенсации, равные 50 % диапазона измерения, См/м;

t_0 – температура приведения термокомпенсации, °С;

$(t - t_0) = \pm 15$, изменение температуры, °С;

α_t – температурный коэффициент УЭП.

П р и м е ч а н и е – В ряде анализаторов могут применяться разные значения температурного коэффициента для температур выше и ниже температуры приведения термокомпенсации.

5.6.5.4 Рассчитать по формуле (6) значения имитирующих сопротивлений для значений α_t , соответствующих температурам $(t_0 - 15)$ °С и $(t_0 + 15)$ °С.

5.6.5.5 Включить режим термокомпенсации. Установить значения температуры приведения и температурного коэффициента, которые были приняты при расчёте значений α_t по формуле (12).

5.6.5.6 Погрузить датчик поверяемого анализатора в термостат.

5.6.5.7 Установить в термостате температуру $(t_0 - 15)$ °С.

5.6.5.8 На магазине сопротивлений установить значение имитирующего сопротивления, соответствующее расчётному значению α_t при данной температуре.

5.6.5.9 После установления теплового равновесия зафиксировать показания анализатора.

5.6.5.10 Установить в термостате температуру $(t_0 + 15)$ °С.

5.6.5.11 На магазине сопротивлений установить значение имитирующего сопротивления, соответствующее расчётному значению α_t при данной температуре.

5.6.5.12 После установления теплового равновесия зафиксировать показания анализатора.

5.5.5.13 В случае наличия у анализатора нескольких поддиапазонов измерения УЭП осуществить измерения по пп. 5.6.5.2 – 5.6.5.13 для каждого поддиапазона.

5.6.5.14 Определить дополнительную приведенную погрешность анализатора (в случае наличия нескольких поддиапазонов измерения – отдельно для каждого) по формуле (13):

$$\gamma = [(\alpha_t - \alpha_{t_0}) / \alpha_d] \cdot 100 \%, \quad (13)$$

где: α_t – показания анализатора при заданной температуре, См/м;

α_{t_0} – показания анализатора при температуре приведения термокомпенсации, См/м;

t_0 – температура приведения термокомпенсации, °С;

α_d - диапазон измерения анализатора, См/м.

5.6.6 Если все значения дополнительной приведенной погрешности анализатора не выходят за пределы допустимой погрешности $\pm 2,0 \%$ то анализатор признают пригодным к дальнейшей поверке, в противном случае анализатор бракуют и дальнейшую поверку не проводят.

5.7 Определение дополнительной приведенной погрешности от изменения температуры анализируемой жидкости при измерении концентрации

5.7.1 Включить поверяемый анализатор в режим измерения концентрации в соответствии с РЭ. Включить режим термокомпенсации.

П р и м е ч а н и е - Для анализаторов, работающих в режиме измерения концентрации (концентратомеров), помимо температуры приведения термокомпенсации вводится понятие рабочей температуры t_p – температуры анализируемой жидкости, при которой необходимо измерять концентрацию. Значение t_p приводится в паспорте на анализатор.

5.7.2 Приготовить контрольный раствор согласно приложению А со значением, соответствующим $(80 \pm 10) \%$ от диапазона измерений концентрации.

5.7.3 Выполнить измерения аналогично описанным в пп. 5.4.2.2 – 5.4.2.6. На термостате в п. 5.4.2.3 установить температуру, равную значению рабочей температуры.

5.7.4 Измерить УЭП приготовленного контрольного раствора эталонным кондуктометром при температуре приведения термокомпенсации. Рассчитать значение концентрации приготовленного раствора по формуле (8).

5.7.5 Определить дополнительную приведённую погрешность при рабочей температуре анализируемой жидкости по формуле (14):

$$\gamma_c = [(C_p - C_0) / C_0] \cdot 100 \%, \quad (14)$$

где: C_p – показания поверяемого анализатора при рабочей температуре анализируемой жидкости в единицах концентрации, мг/л, (г/л, %);

C_0 – рассчитанное значение концентрации, мг/л, (г/л, %);

5.7.6 Если значение дополнительной приведенной погрешности анализатора не выходит за пределы допускаемой погрешности $\pm 5,0\%$ то результаты поверки считать положительными.

5.8 Оформление результатов поверки

5.8.1 При положительных результатах первичной поверки нанести оттиск поверительного клейма в паспорте анализатора.

5.8.2 При проведении периодических и внеочередных поверок при положительных результатах поверки оформить свидетельство о поверке установленного образца.

5.8.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к дальнейшей эксплуатации не допускать, выдать извещение о непригодности к применению установленного образца с указанием причины непригодности.

Методику разработал:

Начальник лаборатории 630



С.В. Прокунин

Приложение А

Приготовление контрольных растворов для определения основной и дополнительной погрешностей измерения концентрации

А.1 Условия приготовления контрольных растворов:

- температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
- относительная влажность воздуха, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106

А.2 Список реактивов и требуемого оборудования и реактивов:

- калий хлористый х.ч. по ГОСТ 4234;
- калия гидроокись х.ч. по ГОСТ 24363;
- кислота азотная х.ч. по ГОСТ 4461;
- кислота серная х.ч. по ГОСТ 4204;
- кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118;
- натрий хлористый х.ч. по ГОСТ 4233;
- натрия гидроокись х.ч. по ГОСТ 4328;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, рег. № 46635-11 (диапазон измерения УЭП от 0 до 100 См/м, пределы основной относительной погрешности измерения УЭП ± 0,5%);
- весы лабораторные по ГОСТ Р 53228;
- посуда мерная стеклянная по ГОСТ 1770.

П р и м е ч а н и е – При приготовлении растворов кислот и щелочей в обязательном порядке использовать средства индивидуальной защиты – халат, защитные очки, перчатки. Все работы проводить в вытяжном шкафу.

Допускается применение аналогичных химических реактивов, соответствующих нормативным документам указанных в п. А.2.

А.3 Приготовление растворов

А.3.1 Приготовление растворов калия хлористого, калия гидроокиси, натрия хлористого, натрия гидроокиси

А.3.1.1 Взять пустой мерный стакан объёмом 1000 см³. Поставить стакан на весы, провести тарирование.

А.3.1.2 Снять стакан с весов. Налить в стакан приблизительно 500 см³ дистиллированной воды. Поставить стакан с водой на весы, определить массу воды.

А.3.1.3 Рассчитать массу навески m_n (г) требуемого вещества по формуле А.1:

$$m_n = \frac{\omega \cdot m_в}{100 - \omega}, \quad (\text{А.1})$$

где: ω – требуемая массовая доля вещества, %;

$m_в$ – масса воды, г.

А.3.1.4 Взвесить рассчитанную массу вещества в стакане или бюксе с точностью не ниже 0,01 г.

А.3.1.5 Навеску количественно перенести в стакан с водой. Провести растворение навески.

А.3.2 Приготовление растворов кислоты азотной, кислоты серной, кислоты соляной.

А.3.2.1 Приготовление растворов кислот осуществляют согласно ГОСТ 4517, п. 2.89 «Кислоты, растворы с определенной массовой долей».

А.3.3 Приготовленный раствор перелить в пластиковый химически стойкий сосуд с плотно завинчивающейся крышкой.

П р и м е ч а н и е - Сроки хранения растворов: кислот, калия хлористого, натрия хлористого – 1 месяц, калия гидроокиси, натрия гидроокиси – 3 дня.

Приложение Б

Список нормативных и технических документов

ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 3118-77	Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4204-77	Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4233-77	Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4234-77	Реактивы. Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4328-77	Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461-77	Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4517-87	Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 10455-75	Реактивы. 1,4-Диоксан. Технические условия
ГОСТ 22171-90	Анализаторы жидкости кондуктометрические лабораторные. Общие технические условия
ГОСТ 24363-80	Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 8.457-2015	Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей
ГОСТ 12.1.004-91	Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
ГОСТ 12.1.007-76	Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 12.1.019-2009	Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
ГОСТ 12.2.007.0-75	Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности
ГОСТ 12.4.009-83	Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание
ГОСТ 12.4.021-75	Система стандартов безопасности труда. Системы

	вентиляционные. Общие требования
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
Р 50.2.021-2002	«Государственная система обеспечения единства измерений. Эталонные растворы удельной электрической проводимости жидкостей. Методика приготовления и первичной поверки»