

УТВЕРЖДАЮ

**Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГУП "ВНИИМС"**



Н.В. Иванникова

2019 г.

Анализаторы жидкости промышленные

Liquiline M CM42, Smartec CLD 18

Методика поверки

МП 59272-14

с изменением № 1

г. Москва

2019 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы жидкости промышленные Liquiline M CM42, Smartec CLD 18 фирмы "Endress+Hauser Conducta GmbH+Co.KG", Германия, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

NN п/п	Наименование операции	Номер пункта инструкции
1	Внешний осмотр	6.1
2	Опробование	6.2
3	Определение метрологических характеристик: – определение абсолютной погрешности измерений pH	6.3 ГОСТ Р 8.857-2013, п. 9.3
	– определение абсолютной погрешности при измерении ОВП	6.3.1
	– определение относительной погрешности при измерении содержания растворенного кислорода	6.3.2
	– определение относительной погрешности измерений УЭП	ГОСТ Р 8.722-2010, п. 7.3 – 7.4

При поверке анализаторов жидкости промышленных Liquiline M CM42, Smartec CLD 18, имеющих несколько моделей и датчиков, входящих в комплект поставки, допускается проводить:

- первичную поверку моделей и датчиков, входящих в комплект поставки;
- периодическую поверку тех моделей и датчиков и в тех диапазонах, в которых анализатор эксплуатируется, на основании письменного заявления владельца СИ.

1.1 (Измененная редакция, Изм. № 1).

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют:

- буферные растворы II-ого разряда по ГОСТ 8.120-2014;
- буферные растворы - рабочие эталоны 2-го разряда по ГОСТ 8.702-2010: 298,0 мВ, 605 мВ, приготавливаемые из стандарт-титров СТ-ОВП-01 (рег. № 61364-15);
- эталонные растворы удельной электрической проводимости 2-ого разряда по ГОСТ Р 8.722-2010, с относительной погрешностью не более $\pm 1\%$;
- ГСО 10531-2014 состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1);
- водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 0 до 100 °С, допускаемая погрешность установления температуры контролируемой среды в пределах $\pm 0,2$ °С;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

- натрий сернистокислый, квалификация "ч.д.а." по ГОСТ 195-77;
- аргон, сорт высший по ГОСТ 10157-79;
- стакан вместимостью 250 см³ по ГОСТ 1770-74;
- мешалка магнитная ММ-5 по ТУ 25-11.834-80;
- термометр ртутный стеклянный лабораторный типа ТЛ-4, класс 1 по ТУ 25-2021.003-88;
- барометр-анероид БАММ-1, диапазон измерений от 80 до 160 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа;
- колбы мерные, вместимостью 100, 1000, 2000 см³, ГОСТ 1770-74;
- пипетки мерные с делением, вместимостью 1, 5, 10 см³, ГОСТ 29228-91;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- бутыль вместимостью 0,1 - 1,0 л с пенопластовой, корковой или резиновой пробкой с отверстиями.

2.1 (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2 Допускается применение других средств измерений и оборудования с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в технической документации на анализатор.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|-----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 5 |
| - относительная влажность, % | от 0 до 95 |
| - атмосферное давление, кПа | от 85 до 106,7. |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- 1) анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации,
- 2) устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией,
- 3) ГСО-ПГС в баллонах выдерживают в помещении, где проводят поверку, в течение 24 часов,
- 4) пригодность газовых смесей в баллонах под давлением подтверждают паспортами на них,
- 5) включают приточно-вытяжную вентиляцию.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре проверяют и устанавливают:

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- надежность крепления соединительных элементов;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проверяют возможность задания режимных параметров анализатора в соответствии с инструкцией по эксплуатации и прохождение процедуры диагностики состояния прибора.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение абсолютной погрешности при измерении ОВП

6.3.1.1 Абсолютную погрешность при измерении ОВП определяют не менее, чем в 3-х точках диапазона измерений (начало, середина и конец рабочего диапазона). Помещают чувствительную часть сенсора поочередно в буферные растворы, приготовленные на основе стандарт-титров. Перед каждым погружением сенсор промывают в дистиллированной воде и высушивают. Измерения повторяют не менее трех раз для каждого буферного раствора.

6.3.1.2 Рассчитывают значения абсолютной погрешности (ΔEh , мВ) по формуле:

$$\Delta Eh = Eh_{изм.} - Eh,$$

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

Eh – номинальное значение ОВП буферного раствора, мВ.

6.3.2 Определение приведенной и относительной погрешности измерений содержания растворенного кислорода.

6.3.2.1 Погрешность анализатора определяют сравнением измеренного анализатором значения массовой доли (мг/дм^3) кислорода в поверочном растворе и её действительного значения.

6.3.2.2 Готовят раствор с "нулевым" содержанием кислорода барботированием аргона через дистиллированную воду в течение 30 минут или растворением 125 мг натрия сернистокислого в 1000 мл дистиллированной воды при температуре 20 °С, бутылку с приготовленным раствором закрывают пробкой и выдерживают не менее 1 часа.

6.3.2.3 Извлекают осторожно датчик из проточной камеры или другого внутреннего устройства анализатора, помещают его в раствор с нулевым содержанием кислорода и выдерживают 20 мин. Регистрируют показания. Сенсор оставляют в "нулевом" растворе до следующей операции поверки.

6.3.2.4 Проводят измерения массовой доли (мг/дм^3) кислорода в поверочных растворах. Схема установки приведена в приложении 1.

Поверочные растворы приготавливают непосредственно перед измерениями, начиная с меньшей концентрации. Перечень ГСО-ПГС кислорода в азоте, используемых для приготовления поверочных растворов, приведен в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли кислорода, мг/дм ³	Номинальное значение и допускаемое отклонение от номинального значения объемной доли кислорода в ГСО-ПГС, применяемых для приготовления поверочных растворов, %				№ ГСО
	"Нулевой" раствор	Раствор № 1	Раствор № 2	Раствор № 3	
0 – 20	Раствор Na ₂ SO ₃ или аргон	5,0 ± 0,25	20,0 ± 2,0	40,0 ± 2,0	10531-2014 ГОСТ 10157-79

Сосуд вместимостью не менее 1 л, заполненный дистиллированной водой, помещают в термостат с установленной температурой (20 ± 0,2) °С.

Электрохимический датчик помещают в сосуд с термостатированной дистиллированной водой, туда же помещают капиллярную трубку, соединенную с редуктором баллона с ГСО-ПГС. Открывают вентиль баллона с ГСО-ПГС при закрытом редукторе. Плавно открывая вентиль редуктора, подают ПГС при помощи капилляра к мембране датчика. Барботируют ГСО-ПГС не менее 30 мин. Насыщение раствора контролируют по стабилизации показаний анализатора в процессе измерений. Приготавливают не менее трех поверочных растворов с различным содержанием растворенного кислорода.

6.3.2.5 Действительное содержание кислорода (C_0) в дистиллированной воде, насыщенной ГСО-ПГС при температуре t (°С), в (мг/дм³), рассчитывают по формуле

$$C_0 = S_t \cdot C_n \cdot \frac{P}{20,90 \cdot 760}, \quad (1)$$

где S_t – массовая доля кислорода в дистиллированной воде, насыщенной атмосферным воздухом при температуре t (°С) и давлении 760 мм рт.ст., мг/дм³, (Приложение 2);

C_n – объемная доля кислорода в ГСО-ПГС, %;

P – атмосферное давление, мм рт.ст.

6.3.2.6 Приведенную погрешность анализатора, δ_{np} , %, рассчитывают по формуле

$$\delta_{np} = \frac{|C - C_0|}{C_a} \cdot 100, \quad (2)$$

где C, C_0 – показание анализатора и действительное значение массовой доли растворенного в воде кислорода, соответственно, мг/дм³;

C_a – значение, массовой доли растворенного в воде кислорода, соответствующее концу поддиапазона измерений, мг/дм³.

6.3.2.7 Относительную погрешность измерений анализатора, δ , %, рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{|C - C_0|}{C_0} \cdot 100 \quad (3)$$

6.3.2.8 Анализаторы считаются выдержавшими испытания, если полученные значения приведенной и относительной погрешности не превышают $\pm 3\%$.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 По результатам поверки оформляют протокол произвольной формы.

7.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, делают соответствующую отметку в паспорте (при первичной поверке) или выдают свидетельство о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденном Приказом Минпромторга РФ № 1815 от 02.07.2015 г.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

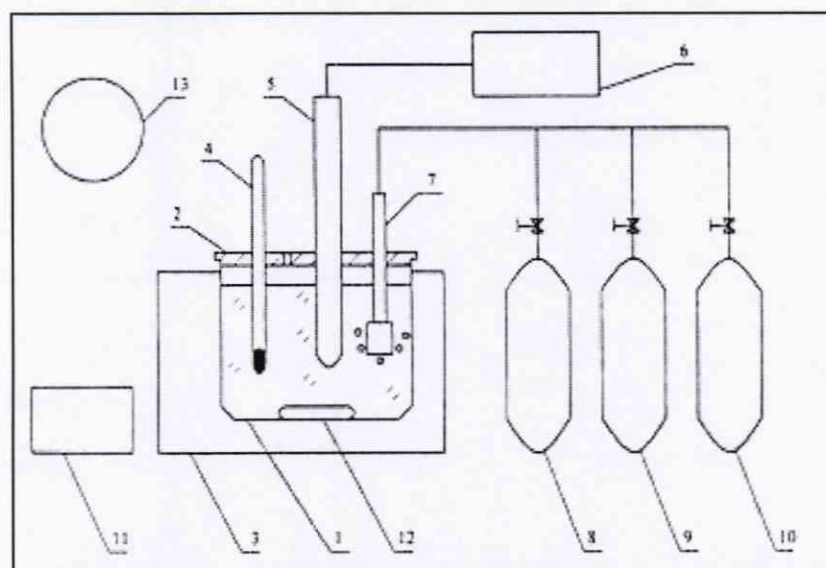
Начальник отдела 205 ФГУП "ВНИИМС"

С.В. Вихрова

Начальник сектора 205/1 ФГУП "ВНИИМС", к.х.н.

О.Л. Рутенберг

Приложение 1



- 1 - стакан;
- 2 - крышка;
- 3 - термостат;
- 4 - термометр;
- 5 - первичный преобразователь поверяемого анализатора;
- 6 - измерительный преобразователь анализатора;
- 7 - барботер;
- 8, 9, 10 - баллоны с ГСО-ПГС,
- 11 - магнитная мешалка;
- 12 - стержень магнитной мешалки;
- 13 барометр.

Рисунок 1. Схема подключения анализатора к установке

Приложение 2

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

Таблица 2.1

Т, «С	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		10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14,0	10,31		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