

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

09 2019 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы промышленные портативные многоканальные
«ЛИДЕР-600»**

Методика поверки
ЛИД 600.00.00.000 МП

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	5
4.	Условия поверки	5
5.	Подготовка к поверке	5
6.	Проведение поверки.....	5
7.	Оформление результатов поверки.....	8
	Приложение А.....	9
	Приложение Б	10
	Приложение В.....	11
	Приложение Г	13
	Приложение Д.....	15
	Приложение Е	18

Настоящая методика распространяется на анализаторы промышленные портативные многоканальные «ЛИДЕР-600» (далее – анализаторы), предназначенные для измерений показателя активности ионов водорода (рН), показателя активности других однозарядных и двухзарядных ионов (рХ), массовой концентрации ионов натрия, окислительно-восстановительного потенциала (ОВП), объемной доли и массовой концентрации растворенных в воде кислорода и водорода и температуры жидкости.

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

Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия	п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН	п. 6.4.3	Да	Да
4.4. Определение абсолютной погрешности измерительного канала рХ	п. 6.4.4	Да	Да
4.5. Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП	п. 6.4.5	Да	Да
4.6. Определение абсолютной относительной погрешности измерительного канала объемной доли и массовой концентрации растворенного в воде кислорода и водорода	п. 6.4.6	Да	Да
4.7. Определение абсолютной погрешности вторичного преобразователя в режиме измерений – ЭДС – рН/рХ – температуры	п. 6.4.7	Да	Нет

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	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки	Метрологические характеристики средства поверки
6.4.1	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег № 61806-15), рабочий эталон 3 разряда единицы температуры	Диапазон измерений температуры от минус 50 до +199,99 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,05$ °С
6.4.2	Натрий хлористый (х.ч.)	ГСО 4391-88
6.4.3	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов рН 1-го и 2-го разрядов СТ-рН (Рег. № 45142-10)	Диапазон воспроизведений рН при температуре 25 °С от 1,48 до 12,43, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,004$ и $\pm 0,01$ соответственно
6.4.4	Рабочие эталоны активности ионов фтора (рег. № 43473-09), хлора (рег. № 43476-09), йода (рег. № 49025-12), брома (рег. № 49026-12), нитратов (рег. № 49027-12), натрия (рег. № 43471-09), калия (рег. № 43472-09)	Пределы допускаемой абсолютной погрешности при воспроизведении показателя активности ионов $\pm 0,01$
6.4.5	Стандарт-титры СТ-ОВП-01 (рег № 61364-15)	Номинальное значение ОВП (при температуре 25 °С) 298 и 605 мВ, пределы допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения ОВП ± 3 мВ
6.4.6	Стандартные образцы газовой смеси составов O_2+N_2 и H_2+N_2	ГСО 10706-2015
6.4.7	Магазин электрического сопротивления серии МС-9, (рег. № 51622-12);	Диапазон задания сопротивлений от 1 до 10 кОм, класс точности 0,05
6.4.7	Прибор для поверки вольтметров программируемый В1-13 (рег. №6014-77)	Диапазон выходных напряжений от 10 мкВ до 10 В, предел допускаемой основной погрешности установки напряжений $\pm (5 \cdot 10^{-5} U_k + 40)$ мкВ, где U_k – установленное напряжение, мкВ
Вспомогательное оборудование, реактивы и материалы		
6.4.4	Рабочие эталоны активности ионов (в соответствии с паспортами на электроды)	Диапазон воспроизведений рХ при температуре 25 °С от 1 до 7, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$
6.4.1-6.4.6	Термостат жидкостный «ТЕРМО-ТЕСТ-100»	Нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,01$ °С в диапазоне температур от 0 до 100 °С
6.4.1-6.4.7	Термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (рег. № 46434-11)	Погрешность измерений температуры в диапазоне от 0 до + 60 °С не превышает $\pm 0,3$ °С. Погрешность измерений относительной влажности в диап. от 0 до 98 % не превышает абс. ± 2 %; в диап. св. 90 до 98 % абс. ± 3 %. Погрешность измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа не превышает $\pm 2,5$ гПа.

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

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

3. Требования безопасности

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

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: 20±5;
- относительная влажность воздуха, не более, %: 98;
- атмосферное давление, кПа: от 86 до 107;

5. Подготовка к поверке

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

6. Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяется на соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).

- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализатора технической документации;
- исправность органов управления и настройки;

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

6.2 Опробование.

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

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

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

Просмотр номера версии программного обеспечения анализаторов доступен в меню «Система», в разделе «Сведения о приборе». В нем отображаются информации о текущей версии ПО и контакты для связи с технической поддержкой ООО «НПП «ТЕХНО-ПРИБОР».

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

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение абсолютной погрешности измерительного канала температуры.

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений, полученных на анализаторе, со значением эталонного термометра. Измерения проводить в трех точках, расположенных на начальном (0-15 °С), среднем (40-60 °С) и конечном (85-100 °С) участках диапазона.

Поместить эталонный термометр и датчик анализатора (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее 30 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 анализатором, °С;

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

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает $\pm 0,3$ °С в диапазоне от 0 до 100 °С.

6.4.2. Определение допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия.

Определение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия проводить путем сравнения значений массовой концентрации ионов натрия в поверочных растворах, приготовленных в соответствии с приложением А, измеренных анализатором, с расчетными значениями.

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

$$\Delta C_{\text{Na}} = C_{\text{изм}} - C_{\text{расч}} \quad (2),$$

где $C_{\text{изм}}$ – значение массовой концентрации ионов натрия, измеренное анализатором, мкг/дм³;

$C_{\text{расч}}$ – расчетное значение массовой концентрации ионов натрия, мкг/дм³.

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации ионов натрия не превышает $\pm(0,03+0,07 \cdot C)$, где C – измеренная массовая концентрация ионов натрия, мкг/дм³, в диапазоне от 10^{-8} до 100 г/дм³.

6.4.3. Определение абсолютной погрешности измерительного канала рН.

Определение абсолютной погрешности измерений рН проводить путем сравнения значений рН рабочих эталонов рН 2-го (или 1-го) разрядов, измеренных анализатором, с аттестованными значениями рабочих эталонов при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений.

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

$$\Delta \text{pH} = \text{pH}_{\text{изм}} - \text{pH}_{\text{эт.}} \quad (3),$$

где $\text{pH}_{\text{изм}}$ – значение рН, измеренное анализатором;

$\text{pH}_{\text{эт}}$ – аттестованное значение рабочих эталонов рН.

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений рН в диапазоне от 0 до 14 не превышает

- при градуировке и поверке по буферным растворам рН 1-го разряда $\pm 0,02$ (при температуре анализируемой среды от 15 до 25 °С);
- при градуировке и поверке по буферным растворам рН 2-го разряда $\pm 0,05$.

6.4.4. Определение абсолютной погрешности измерительного канала рХ.

Определение абсолютной погрешности измерений рХ проводить путем сравнения значений рХ поверочных растворов, измеренных анализатором, с расчетными значениями рХ поверочных растворов. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений. Методика приготовления растворов приведена в приложении Б.

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

$$\Delta pX = pX_{\text{изм}} - pX_{\text{эт.}} \quad (4),$$

где $pX_{\text{изм}}$ – значение рХ, измеренное анализатором;
 $pX_{\text{эт}}$ – расчетное значение рХ поверочного раствора.

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений рХ в диапазоне 1 до 7 не превышает

- для однозарядных ионов $\pm 0,03$;
- для двухзарядных ионов $\pm 0,05$.

6.4.5. Определение абсолютной погрешности измерительного канала ОВП.

Определение абсолютной погрешности измерений ОВП проводить в соответствии с ГОСТ 8.639-2014 «ГСИ. Электроды для определения окислительно-восстановительного потенциала. Методика поверки». Поверочные растворы приготовить при помощи стандарт-титров СТ-ОВП-01 в соответствии с приложением А ГОСТ 8.639-2014.

Абсолютную погрешность измерений ОВП рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta \text{ОВП} = \text{ОВП}_{\text{изм}} - \text{ОВП} \quad (5),$$

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

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений ОВП не превышает ± 6 мВ в диапазоне от минус 2490 до +2490 мВ.

6.4.6. Определение абсолютной погрешности измерительного канала объемной доли и массовой концентрации растворенного в воде кислорода и водорода.

Определение абсолютной погрешности измерений объемной доли и массовой концентрации растворенного в воде кислорода и водорода проводить путем сравнения значений растворенного в воде кислорода в поверочных растворах, приготовленных в соответствии с приложением В, измеренных анализатором, с расчетными значениями.

Абсолютную погрешность измерения объемной доли и массовой концентрации растворенного в воде кислорода и водорода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta_{\text{DO}} = C_{\text{изм}} - C_0 \quad (5)$$

где $C_{\text{изм}}$ – объемная доля (массовая концентрация) растворенного в воде кислорода и водорода, измеренное анализатором, мг/дм³

C_0 – расчетное значение объемной доли (массовой концентрации) растворенного в воде кислорода и водорода в поверочном растворе, мг/дм³

Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений

- массовой концентрации растворенного в воде кислорода не превышает $\pm(0,8+0,025 \cdot C)$, где C – измеренная массовая концентрация растворенного в воде кислорода, мкг/дм³, в диапазоне от 0 до $20 \cdot 10^3$ мкг/дм³;

- массовой концентрации растворенного в воде водорода не превышает $\pm(0,8+0,025 \cdot C)$, где C – измеренная массовая концентрация растворенного водорода, мкг/дм³, в диапазоне от 0 до $2 \cdot 10^3$ мкг/дм³;

– объемная доля кислорода не превышает $\pm(0,05+0,025\cdot C)$, где C – измеренная объемная доля кислорода, %, в диапазоне от 0 до 40 %;

– объемная доля водорода не превышает $\pm(0,05+0,025\cdot C)$, где C – измеренная объемная доля водорода, %, в диапазоне от 0 до 100 %.

6.4.7. Определение абсолютной погрешности вторичного преобразователя в режиме измерений ЭДС, рН/рХ, температуры.

Проводить только при первичной поверке.

Собрать схему, приведенную в приложении Г.

6.4.7.1. В меню «Управление каналами» выбрать канал «рН» и включить индикацию ЭДС. Последовательно подавать на вход канала «рН» значения ЭДС от -2490 мВ до +2490 мВ с шагом 500 мВ, сличая с ними показания ЭДС вторичного преобразователя на канале рН. Аналогичную процедуру повторить для канала рХ.

6.4.7.2. В меню «Управление каналами» выбрать канал «Термометр» и включить индикацию температуры. Последовательно подавать на вход канала значения сопротивления согласно приложению Г, сличая показания анализатора со значениями температуры из таблицы Г.4 приложения Г.

6.4.7.3. Подавать на вход канала «рН» значения ЭДС, указанные в таблице Г.1, и на вход канала «Термометр» значения сопротивления, указанные в таблице Г.4, сличая показания рН вторичного преобразователя с эквивалентными значениями рН. Аналогичную процедуру повторить для канала рХ для одно- и двухзарядных ионов, выбрав произвольные одно- и двухзарядные ионы в меню «Управление каналами»/ «рХ»/ «Измеряемая величина». Эквивалентные значения рН и рХ в зависимости от ЭДС и температуры приведены в приложении Г.

6.4.7.4. Абсолютную погрешность измерения вторичным преобразователем рассчитать для каждого параметра по формуле

$$\Delta = X_{\text{изм}} - X_0 \quad (5)$$

где $X_{\text{изм}}$ – показания вторичного преобразователя

X_0 – значения, заданные имитатором.

6.4.7.5. Результаты определения считать положительными, если значение абсолютной погрешности измерений

ЭДС не превышает $\pm 0,3$ мВ в диапазоне измерений от -2490 до +2490 мВ;

рН/рХ (однозарядные ионы) не превышает $\pm 0,005$ в диапазоне измерений от -20 до +20;

рХ (двухзарядные ионы) не превышает $\pm 0,01$ в диапазоне измерений от -20 до +20;

сопротивления в эквиваленте температуры не превышает $\pm 0,1$ °С в диапазоне от 0 до 100 °С.

7. Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Е, в котором указывается о соответствии анализатора 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 анализатор 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 анализатора, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

Методика приготовления поверочных растворов ионов натрия

1 Для приготовления растворов применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- весы лабораторные электронные МВ210-А (Рег № 26554-04);
- колбы мерные по ГОСТ 1770-74;
- цилиндры градуированные по ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29227-91;
- ГСО 4391-88 состава натрия хлористого, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли натрия хлористого от 99,900 до 100,000%, относительная погрешность аттестованного значения $\pm 0,030$ % при $P = 0,95$ %;
- вода обессоленная с удельной электропроводностью при 25 °С не более 1,5 мкСм/см, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм³, с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм³;
- мешалка магнитная.

2 Общие указания

2.1 Перед приготовлением растворов воду и химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить раствор, не менее 2 часов, посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, тщательно ополаскивают водой и высушивают.

2.2 Температура окружающего воздуха при приготовлении растворов (20±5) °С.

3 Приготовление растворов

3.1 Растворы готовят в соответствии с таблицей А1. Раствор № 1 готовят согласно п.3.2, растворы № 2-6 - согласно п.3.3.

Таблица А1

Номер раствора	Массовая концентрация ионов натрия, мкг/дм ³	Исходное вещество, раствор для разбавления	Навеска исходного вещества/Объем раствора для разбавления	Объем готового раствора, см ³
1	11500000	ГСО 4391-88	(29,22±0,01) г	1000
2	1150000	Раствор 1	100 см ³	1000
3	115000	Раствор 1	10 см ³	1000
4	11500	Раствор 1	1 см ³	1000
5	1150	Раствор 4	100 см ³	1000
6	115	Раствор 4	10 см ³	1000

3.2 Приготовление исходных растворов из навески вещества.

Навеску, указанную в столбце «навеска исходного вещества», предварительно высушенного реактива, указанного в столбце «исходное вещество», переносят в мерную колбу вместимостью, которая указана в соответствующем столбце «объем готового раствора» или «масса готового раствора».

3.3 Приготовление контрольных растворов методом разбавления.

Отбирают с помощью пипетки или в цилиндр соответствующей вместимости объем исходного раствора, указанный в столбце «исходное вещество/ раствор для разбавления», переносят в мерную колбу вместимостью, указанной в столбце «объем готового раствора», и доводят объем раствора до метки водой. Раствор тщательно перемешивают.

3.4 Срок хранения растворов в полиэтиленовой посуде с герметичной крышкой: № 1 шесть месяцев, остальных растворов – 7 суток.

Методика приготовления поверочных растворов активности ионов

Поверочные растворы активности ионов аммония, серебра, нитритов, бария, кальция, меди, сульфидов готовят разбавлением из исходного раствора с молярной концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ в соответствии с паспортами на электроды.

Для приготовления исходного раствора KCl с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ взять навеску $7,455 \text{ г}$ хлорида калия (KCl). Поместить навеску в мерную колбу емкостью 1 дм^3 , заполнить колбу до половины дистиллированной водой. После растворения соли объем раствора довести до метки.

Растворы с концентрацией KCl 10^{-2} , 10^{-3} , $10^{-4} \text{ моль/дм}^3$ готовить из исходного раствора.

Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора KCl с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$, перенести в мерную колбу емкостью 100 см^3 и довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Перемешать взбалтыванием. Полученный раствор KCl имеет концентрацию – $10^{-2} \text{ моль/дм}^3$.

Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора KCl с концентрацией $10^{-2} \text{ моль/дм}^3$, перенести в мерную колбу емкостью 100 см^3 и довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Перемешать взбалтыванием. Полученный раствор имеет KCl концентрацию – $10^{-3} \text{ моль/дм}^3$.

Отобрать пипеткой 10 см^3 раствора KCl с концентрацией $10^{-3} \text{ моль/дм}^3$, перенести в мерную колбу емкостью 100 см^3 и довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Перемешать взбалтыванием. Полученный раствор KCl имеет концентрацию – $10^{-4} \text{ моль/дм}^3$.

Взаимосвязь концентрации растворов KCl и активности ионов K^+ в них приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Концентрация раствора	M, моль/дм ³	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}
	C, мг/ дм ³	0,391	3,91	39,1	391	3910
	-lg M _{K⁺}	5,00	4,00	3,00	2,00	1,00
Активность K ⁺	-lg a _{K⁺}	5,00	4,00	3,02	2,05	1,13

Поверочные растворы активности ионов натрия, калия, фтора, хлора, йода, брома и нитратов также можно приготовить в соответствии с паспортом на

43471-09 Эталоны рабочие активности ионов натрия в водных растворах РЭАИ-Na

43472-09 Эталоны рабочие активности ионов калия в водных растворах РЭАИ-K

43473-09 Эталоны рабочие активности ионов фтора в водных растворах РЭАИ-F

43476-09 Эталоны рабочие активности ионов хлора в водных растворах РЭАИ-Cl

49025-12 Рабочие эталоны активности ионов йода в водных растворах РЭАИ-йод

49026-12 Рабочие эталоны активности ионов брома в водных растворах РЭАИ-бром

49027-12 Рабочие эталоны активности нитрат-ионов в водных растворах РЭАИ-нитрат

Методика приготовления поверочных растворов с массовой концентрацией растворенного в воде кислорода/водорода

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- ГСО-ПГС состава (O₂+N₂) и (H₂+N₂) ГСО 10706-2015;
- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (Пер № 61806-15);
- термостат жидкостный «ТЕРМОТЕСТ-100»;
- термогигрометр ИВА-6Н-КП-Д (Пер № 46434-11);
- мешалка магнитная;
- посуда мерная 2 класса точности, ГОСТ 1770-74;
- натрий сернистокислый, чда, ГОСТ 195-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

С помощью ГСО-ПГС готовят растворы с требуемой массовой концентрацией растворенного в воде кислорода/водорода в соответствии с методикой, приведенной ниже. Вместо растворов, насыщенных ГСО-ПГС, возможно применение МПК-01/02 и ГСО-ПГС согласно руководству по эксплуатации анализатора или формуляру МПК-01/02. Требуемые ГСО-ПГС указаны в таблице В.1

Стакан вместимостью 250 см³ промывают, затем в него опускают датчик и наполняют дистиллированной водой по ГОСТ 6709-72 до уровня, соответствующего погружению датчика на 3-4 см. Стакан погружают в жидкостный термостат и задают на нем уставку 25 °С.

При помощи соединительной трубки к барботеру через редуктор подсоединяют баллон с ПГС. Свободный конец трубки барботера опускают на дно стакана с датчиком и накрывают стакан крышкой. Расход газовой смеси визуально устанавливают 3...10 пузырьков в секунду.

Насыщение воды газовой поверочной смесью производят не менее 30 минут для кислорода и не менее 60 минут для водорода.

Стакан с датчиком извлекают из термостата, погружают в него стержень магнитной мешалки и термометр и устанавливают необходимую (так чтобы не образовывалась воронка) скорость перемешивания. Показания анализатора фиксируют через 5 минут с начала перемешивания.

Расчетное значение концентрации растворенного кислорода в растворе вычисляют по формуле В.1, водорода по формуле В.2.

Проверка нуля (по кислороду) анализатора осуществляется с помощью раствора натрия сернистокислого. Навеску (10±1) мг кобальта хлористого переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, вливают в колбу примерно ¼ объема дистиллированной воды, тщательно перемешивают раствор. Навеску (10±1) г натрия сернистокислого переносят в колбу с раствором, тщательно перемешивают, затем доводят объем раствора водой до метки. Раствор переносят в емкость из стекла или полиэтилена с герметичной крышкой. Срок хранения раствора в закрытом сосуде 24 часа. Показания анализатора при проверке нуля фиксируют через 4 часа с момента погружения датчика в раствор.

Проверку нуля (по водороду) анализатора осуществляют в стакане с дистиллированной водой при перемешивании на магнитной мешалке. Показания анализатора фиксируют через 30 минут с момента погружения датчика в воду.

Относительная погрешность приготовленных растворов не превышает ±1,5 %.

Таблица В.1.

№	Номинальное значение объемной доли O ₂ в азоте, Сн, %	Погрешность аттестованного значения ПГС, %, Δ, не более	Массовая концентрацией растворенного кислорода в контрольном растворе, С, мг/дм ³ *
1	5,111	0,018	2,017
2	20,32	0,12	8,018
3	34,67	0,17	13,680

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

Расчетное значение концентрации растворенного кислорода в растворе вычисляют по формуле В.1

$$C_{O_2} = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{X_0 \cdot P_H} \cdot A \quad (\text{В.1}), \text{ где}$$

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

P_H – нормальное давление, равное 101,3 кПа

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

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

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

Таблица Б.2.

№	Номинальное значение объемной доли H_2 в азоте, C_n , %	Погрешность аттестованного значения ПГС, %, Δ , не более	Массовая концентрацией растворенного водорода в контрольном растворе, C , мкг/дм ³ *
1	20,39	0,12	311,7
2	48,98	0,18	748,8
3	79,12	0,13	1209,5

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

$$C_{H_2} = \frac{X \cdot P_{\text{атм}}}{100 \cdot P_0} \cdot G \quad (\text{Б.2}), \text{ где}$$

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

P_H – нормальное давление, равное 101,3 кПа

X – значение объемной доли H_2 в ГСО-ПГС, %

G – табличное значение растворимости водорода в воде при данной температуре (приложение Д).

Схемы подключения оборудования и таблицы пересчета для определения абсолютной погрешности вторичного преобразователя в режиме измерений ЭДС, рН/рХ, температуры



Таблица Г.1 – Эквивалентные значения рН в зависимости от ЭДС и температуры при параметрах электродной системы: рН_i=6,7; E_i=18; S₂₀=-58,16 мВ/рН.

рН	Е (мВ) при температуре (°С):					
	0	20	40	60	80	100
-20	1464,93	1570,87	1676,82	1782,76	1888,71	1994,65
-15	1193,97	1280,07	1366,18	1452,28	1538,39	1624,49
-10	923,01	989,27	1055,54	1121,80	1188,07	1254,33
-5	652,05	698,47	744,90	791,32	837,75	884,17
0	381,09	407,67	434,26	460,84	487,43	514,01
5	110,13	116,87	123,62	130,36	137,11	143,85
10	-160,83	-173,93	-187,02	-200,12	-213,21	-226,31
15	-431,79	-464,73	-497,66	-530,60	-563,53	-596,47
20	-702,75	-755,53	-808,30	-861,08	-913,85	-966,63

Таблица Г.2 – Эквивалентные значения рХ для однозарядных ионов (заряд +1) в зависимости от ЭДС и температуры при параметрах электродной системы: рХ_i=0; E_i=0; S₂₀=-58,16 мВ/рХ.

рХ	Е (мВ) при температуре:					
	0	20	40	60	80	100
-20	1083,84	1163,20	1242,56	1321,92	1401,28	1480,64
-15	812,88	872,40	931,92	991,44	1050,96	1110,48
-10	541,92	581,60	621,28	660,96	700,64	740,32
-5	270,96	290,80	310,64	330,48	350,32	370,16
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	-270,96	-290,80	-310,64	-330,48	-350,32	-370,16
10	-541,92	-581,60	-621,28	-660,96	-700,64	-740,32
15	-812,88	-872,40	-931,92	-991,44	-1050,96	-1110,48
20	-1083,84	-1163,20	-1242,56	-1321,92	-1401,28	-1480,64

Таблица Г.3 – Эквивалентные значения рХ для двухзарядных ионов (заряд +2) в зависимости от ЭДС и температуры при параметрах электродной системы: $pX_i=0$; $E_i=0$; $S_{20}=-29,08$ мВ/рХ.

рХ	Е (мВ) при температуре:					
	0	20	40	60	80	100
-20	502,24	581,60	660,96	740,32	819,68	899,04
-15	376,68	436,20	495,72	555,24	614,76	674,28
-10	251,12	290,80	330,48	370,16	409,84	449,52
-5	125,56	145,40	165,24	185,08	204,92	224,76
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	-125,56	-145,40	-165,24	-185,08	-204,92	-224,76
10	-251,12	-290,80	-330,48	-370,16	-409,84	-449,52
15	-376,68	-436,20	-495,72	-555,24	-614,76	-674,28
20	-502,24	-581,60	-660,96	-740,32	-819,68	-899,04

Таблица Г.4 – Зависимость сопротивления терморезистора типа Pt-1000 от температуры

t °С	0	20	25	40	60	80	100
R _t , Ом	1000,0	1077,9	1097,9	1155,4	1232,4	1309,0	1385,1

Таблица Д.1 – 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

t °С	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	14,62	14,58	14,54	14,50	14,46	14,42	14,38	14,34	14,30	14,26
1	14,22	14,18	14,14	14,10	14,06	14,02	13,98	13,94	13,90	13,87
2	13,83	13,79	13,75	13,72	13,68	13,64	13,60	13,57	13,53	13,49
3	13,46	13,42	13,39	13,35	13,32	13,28	13,24	13,21	13,17	13,14
4	13,11	13,07	13,04	13,00	12,97	12,93	12,90	12,87	12,83	12,80
5	12,77	12,74	12,70	12,67	12,64	12,61	12,57	12,54	12,51	12,48
6	12,45	12,41	12,38	12,35	12,32	12,29	12,26	12,23	12,20	12,17
7	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8	11,84	11,81	11,79	11,76	11,73	11,70	11,67	11,64	11,62	11,59
9	11,56	11,53	11,51	11,48	11,45	11,42	11,40	11,37	11,34	11,32
10	11,29	11,26	11,24	11,21	11,18	11,16	11,13	11,11	11,08	11,06
11	11,03	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,88	10,85	10,83	10,81
12	10,78	10,76	10,73	10,71	10,68	10,66	10,64	10,61	10,59	10,56
13	10,54	10,52	10,49	10,47	10,45	10,42	10,40	10,38	10,36	10,33
14	10,31	10,29	10,27	10,24	10,22	10,20	10,18	10,15	10,13	10,11
15	10,08	10,06	10,04	10,02	10,00	9,98	9,96	9,94	9,92	9,90
16	9,87	9,85	9,83	9,81	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69
17	9,66	9,64	9,62	9,60	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,49
18	9,47	9,45	9,43	9,41	9,39	9,37	9,36	9,34	9,32	9,30
19	9,28	9,26	9,24	9,22	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,11
20	9,09	9,08	9,06	9,04	9,02	9,01	8,99	8,97	8,95	8,93
21	8,91	8,89	8,87	8,86	8,85	8,83	8,81	8,80	8,78	8,76
22	8,74	8,73	8,71	8,69	8,68	8,66	8,64	8,63	8,61	8,60
23	8,58	8,56	8,55	8,53	8,51	8,50	8,48	8,47	8,45	8,43
24	8,42	8,40	8,39	8,37	8,36	8,34	8,32	8,31	8,29	8,28
25	8,26	8,25	8,23	8,22	8,20	8,19	8,17	8,16	8,14	8,13
26	8,11	8,10	8,08	8,07	8,05	8,04	8,02	8,01	7,99	7,98
27	7,97	7,95	7,94	7,92	7,91	7,89	7,88	7,87	7,85	7,84
28	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,76	7,74	7,73	7,71	7,70
29	7,69	7,67	7,66	7,65	7,63	7,62	7,61	7,59	7,58	7,57
30	7,56	7,54	7,53	7,52	7,50	7,49	7,48	7,46	7,45	7,44
31	7,44	7,44	7,43	7,42	7,41	7,39	7,38	7,37	7,36	7,35
32	7,33	7,32	7,31	7,30	7,29	7,28	7,26	7,25	7,24	7,23
33	7,22	7,21	7,19	7,18	7,17	7,16	7,15	7,14	7,13	7,11
34	7,10	7,09	7,08	7,07	7,06	7,05	7,04	7,03	7,01	7,00
35	6,99	6,98	6,97	6,96	6,95	6,94	6,93	6,92	6,90	6,89
36	6,82	6,81	6,80	6,78	6,77	6,76	6,75	6,74	6,73	6,72
37	6,71	6,70	6,69	6,68	6,67	6,66	6,65	6,64	6,63	6,62
38	6,61	6,60	6,59	6,58	6,57	6,56	6,55	6,54	6,53	6,52
39	6,51	6,50	6,49	6,48	6,47	6,46	6,45	6,44	6,43	6,42
40	6,41	6,40	6,39	6,38	6,37	6,36	6,35	6,34	6,33	6,32
41	6,31	6,30	6,29	6,28	6,27	6,26	6,25	6,24	6,23	6,22
42	6,21	6,20	6,19	6,19	6,18	6,17	6,16	6,15	6,14	6,13
43	6,12	6,11	6,10	6,09	6,08	6,07	6,06	6,05	6,04	6,04

t °C	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
44	6,03	6,02	6,01	6,00	5,99	5,98	5,97	5,96	5,95	5,94
45	5,93	5,92	5,92	5,91	5,90	5,89	5,88	5,87	5,86	5,85
46	5,84	5,83	5,82	5,82	5,81	5,80	5,79	5,78	5,77	5,76
47	5,75	5,74	5,74	5,73	5,72	5,71	5,70	5,69	5,68	5,67
48	5,66	5,66	5,65	5,64	5,63	5,62	5,61	5,60	5,59	5,59
49	5,58	5,57	5,56	5,55	5,54	5,53	5,52	5,52	5,51	5,50

Таблица Д.2 – Растворимость водорода в дистиллированной воде, находящейся в равновесии с водяным паром, в зависимости от температуры при нормальном атмосферном давлении 101,325 кПа (760 мм рт.ст.), в зависимости от температуры, мг/дм³ (G)

t °C	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	1922	1920	1918	1916	1914	1913	1911	1909	1907	1905
1	1904	1902	1900	1898	1896	1895	1893	1891	1889	1888
2	1886	1884	1882	1880	1879	1877	1875	1873	1872	1870
3	1868	1866	1865	1863	1861	1859	1857	1856	1854	1852
4	1851	1849	1847	1845	1844	1842	1840	1838	1837	1835
5	1833	1831	1830	1828	1826	1825	1823	1821	1819	1818
6	1816	1814	1813	1811	1809	1807	1806	1804	1802	1801
7	1799	1797	1796	1794	1792	1791	1789	1787	1785	1784
8	1782	1780	1779	1777	1775	1774	1772	1771	1769	1767
9	1766	1764	1762	1761	1759	1757	1756	1754	1752	1751
10	1749	1748	1746	1744	1743	1741	1739	1738	1736	1735
11	1733	1731	1730	1728	1727	1725	1723	1722	1720	1719
12	1717	1716	1714	1712	1711	1709	1708	1706	1705	1703
13	1701	1700	1698	1697	1695	1694	1692	1691	1689	1688
14	1686	1685	1683	1681	1680	1678	1677	1675	1674	1672
15	1671	1669	1668	1666	1665	1663	1662	1660	1659	1657
16	1656	1654	1653	1651	1650	1659	1647	1646	1644	1643
17	1641	1640	1638	1637	1635	1634	1633	1631	1630	1628
18	1627	1625	1624	1623	1621	1620	1618	1617	1615	1614
19	1613	1611	1610	1608	1607	1606	1604	1603	1601	1600
20	1599	1597	1596	1594	1593	1591	1590	1588	1587	1585
21	1584	1582	1581	1579	1578	1576	1575	1573	1572	1571
22	1569	1568	1566	1565	1563	1562	1561	1559	1558	1556
23	1555	1554	1552	1551	1550	1548	1547	1545	1544	1543
24	1541	1540	1539	1537	1536	1535	1533	1532	1531	1530
25	1528	1527	1526	1524	1523	1522	1521	1519	1518	1517
26	1515	1514	1513	1512	1511	1509	1508	1507	1506	1504
27	1503	1502	1501	1500	1498	1497	1496	1495	1494	1492
28	1491	1490	1489	1488	1486	1485	1484	1483	1482	1481
29	1480	1478	1477	1476	1475	1474	1473	1472	1470	1469
30	1468	1467	1466	1465	1464	1463	1462	1460	1459	1458
31	1457	1456	1455	1454	1453	1452	1451	1450	1449	1448
32	1446	1445	1444	1443	1442	1441	1440	1439	1438	1437
33	1436	1435	1434	1433	1432	1421	1420	1419	1418	1417
34	1426	1425	1424	1423	1422	1421	1420	1419	1418	1417
35	1416	1415	1414	1413	1412	1411	1410	1409	1408	1407
36	1406	1405	1404	1403	1402	1401	1400	1399	1398	1397
37	1396	1395	1394	1393	1392	1391	1390	1389	1388	1387
38	1386	1385	1384	1383	1382	1382	1381	1380	1379	1378
39	1377	1376	1375	1374	1373	1372	1371	1370	1369	1368

40	1367	1366	1365	1364	1364	1363	1362	1361	1360	1359
41	1358	1357	1356	1355	1354	1353	1352	1351	1350	1349
42	1349	1348	1347	1346	1345	1344	1343	1342	1341	1340
43	1339	1338	1337	1336	1335	1334	1333	1333	1332	1331
44	1330	1329	1328	1327	1326	1325	1324	1323	1322	1321
45	1320	1319	1318	1317	1316	1316	1315	1314	1313	1312
46	1311	1310	1309	1308	1307	1306	1305	1304	1303	1302
47	1301	1300	1299	1298	1297	1296	1295	1294	1293	1292
48	1291	1290	1289	1288	1287	1286	1285	1284	1283	1282

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора (обозначение комплектации), тип СИ	
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)	
Принадлежит (наименование владельца и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

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

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С	от 20 до 30	
Относительная влажность воздуха, %	не более 98	
Атмосферное давление, кПа	от 86 до 107	

Результаты поверки:

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

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

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

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № _____ от _____
 Поверитель _____ от _____
 ФИО Подпись Дата