

Настоящая методика распространяется на анализаторы жидкости FLEXA модель FLXA402 (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

Наименование операции	Наименование документа на методику поверки
Внешний осмотр	п. 6.1 настоящей инструкции
Опробование	п. 6.2 настоящей инструкции
Определение метрологических характеристик: – определение основной абсолютной погрешности измерений рН (для датчиков рН) – определение основной абсолютной погрешности измерений ОВП (для датчиков ОВП) – определение относительной погрешности измерений УЭП (для датчиков проводимости) – определение приведённой погрешности измерений массовой концентрации растворённого кислорода (для датчиков растворённого кислорода)	ГОСТ Р 8.857-2013, п. 9.3 п. 6.3.2 настоящей инструкции ГОСТ Р 8.722-2010, п.п. 7.3, 7.4 Р 50.2.045-2005, п. 9.4 ¹⁾

¹⁾ - допускается проведение поверки по ГОСТ Р 8.754-2011.

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получают отрицательный результат, дальнейшую проверку прекращают.

1.3 Поверку проводят по каналам датчиков, входящих в состав поверяемого анализатора. При периодической поверке анализаторов допускается, на основании письменного заявления владельца СИ, проведение ограниченной поверки (для меньшего числа датчиков и поддиапазонов измерений в соответствии с назначением анализатора).

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие эталоны, средства измерений, стандартные образцы, вспомогательные средства, реактивы и материалы:

при поверке анализаторов с датчиками рН – средства поверки по ГОСТ Р 8.857-2013:

- стандарт титры для приготовления рабочих эталонов рН 2-го разряда по ГОСТ 8.120-2014 (рег. № 43928-10);

при поверке анализаторов с датчиками ОВП:

- стандарт-титры СТ-ОВП-01, рег. (№ 61364-15);

при поверке датчиков УЭП (кондуктивных и индуктивных) - средства поверки по ГОСТ Р 8.722-2010:

- кондуктометр лабораторный КЛ-С-1 (рег. № 46635-11),
- эталонные растворы удельной электрической проводимости жидкостей по Р 50.2.021-2002 (калий хлористый, квалификация «ч.» по ГОСТ 4234-77);
- магазин сопротивлений по ГОСТ 23737-79, класс точности от 0,05 – 0,4 (рег. № 52064-12);

при поверке анализаторов с датчиками растворенного кислорода – средства поверки по Р 50.2.045-2005:

- ГСО № 10532-2014 состава газовых смесей кислорода в азоте - эталоны 2-го разряда по ГПС для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Росстандарта от 14.12.2018 г. № 2664 (таблица 1-1 Приложения 1);

вспомогательные средства:

- термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15) диапазон измерений от минус 50 до плюс 199,99 °С, абс. погрешность $\pm 0,05$ °С.
- барометр-анероид БАММ-1 (рег. № 5738-76), диапазон измерений от 80 до 160 кПа, пределы допускаемой основной абсолютной погрешности $\pm 0,2$ кПа;
- водяной термостат с диапазоном регулирования температуры от 0 до 100 °С, допускаемое отклонение температуры контролируемой среды в пределах $\pm 0,2$ °С;
- весы электронные неавтоматического действия Pioneer PR224 (рег. № 73104-18) специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 , НПВ 220 г;
- колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74;
- стаканы В-2-1000 ТХС по ГОСТ 25336-82;
- стаканчики для взвешивания СН-85/15 по ГОСТ 25336-82;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

2.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью, том числе термометры других типов (в т.ч. стандарт-титры других типов, термометры лабораторные типа ТЛ-4, обеспечивающие измерения температуры в диапазоне от 0 °С до плюс 50 °С и абс. погрешностью $\pm 0,1$ °С, магазины сопротивлений или иные эталонные средства воспроизведения единиц сопротивления других типов, удовлетворяющие требованиям ГОСТ Р 8.722-2010, весы лабораторные и средства контроля условий окружающей среды, калий хлористый импортного производства и т. п.).

Все используемые средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 2.1 При проведении поверки выполняют

- правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок по ГОСТ Р 12.1.019-2009,
- правила пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91,
- правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

2.2 Помещение, в котором проводят поверку, оборудуют приточно-вытяжной вентиляцией.

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в технической документации на анализатор, стандарт-титры и стандартные образцы.

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 с установленными датчиками подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации; настройку, калибровку и другие регламентные работы выполняют до начала поверки;

2) устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их технической документацией,

4) готовят эталонные (контрольные) растворы в соответствии с Приложением 1.

5) ГСО-ПГС в баллонах выдерживают в помещении, где проводят поверку, в течение 24 часов,

6) пригодность газовых смесей в баллонах под давлением подтверждают паспортами на них,

7) при поверке анализаторов с датчиками растворенного кислорода собирают поверочную установку в соответствии с Р 50.2.045-2005;

8) устанавливают температуру термостата, выдерживают его до достижения установленной температуры, контролируя температуру воды с помощью термометра,

9) перед измерениями эталонные (контрольные) растворы термостатируют до достижения температуры плюс 25 °С (рН, ОВП и УЭП).

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.

6.2.2 Проверяют идентификационные данные ПО.

В соответствии с п. 4.2 РЭ переходят в меню настройки. Выбирают пункт «Details» - «Product info». Перемещаясь по списку вниз, находят строку с информацией о ПО.

6.2.3 Результаты проверки считают положительными, если высвечивается версия ПО не ниже 1.2.1.

6.3 Проверка метрологических характеристик

6.3.1 Абсолютную погрешность при измерениях pH проверяют в соответствии с ГОСТ Р 8.857, п. 9.3.

6.3.2 Абсолютную погрешность при измерениях ОВП проверяют не менее, чем в двух точках диапазона измерений (эталонные растворы ОВП, приготовленные из стандарт-титров по Приложению 1) при термостатировании плюс $(25 \pm 0,1)^\circ\text{C}$

6.3.2.1 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.

6.3.2.2 Рассчитывают значения абсолютной погрешности (ΔEh , мВ) по формуле (1)

$$\Delta Eh = Eh_{\text{изм}} - Eh_0, \quad (1)$$

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

Eh_0 – номинальное значение ОВП буферного раствора, мВ.

Должно быть выполнено условие (2)

$$|\Delta Eh_1 - \Delta Eh_2| \leq 2 \cdot \Delta Eh_0, \quad (2)$$

где ΔEh_1 и ΔEh_2 – значения абсолютной погрешности, определенных по формуле (1) для буферных растворов с действительными значениями ОВП соответственно 298,0 мВ, 605 мВ, мВ,

ΔEh_0 – нормируемая абсолютная погрешность действительного значения ОВП буферных растворов (по паспорту), мВ.

Если условие (2) не выполнено, необходимо выполнить градуировку и повторить операции п. 6.3.2.2. При повторном невыполнении условия (2) поверку прекращают.

6.3.4 Приведенную погрешность при измерениях удельной электрической проводимости (УЭП) проверяют в соответствии с п.п. 7.3, 7.4 ГОСТ 8.722-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы жидкости кондуктометрические. Методика поверки».

Примечание - 1 мкСм/см соответствует 10^{-4} См/м, 1 мСм/см соответствует 0,1 См/м; для константы ячейки 1 см^{-1} соответствует 100 м^{-1} .

6.3.5 Проверку приведенной погрешности при измерениях массовой концентрации растворенного кислорода осуществляют в соответствии с Р 50.2.045-2005 «ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки».

6.3.6 Результаты проверки метрологических характеристик считают положительными, полученные значения абсолютной, относительной и/или приведенной к диапазону погрешности соответствуют значениям, приведенным в описании типа СИ.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

7.2 Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению и 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).

7.4 После ремонта анализаторы подвергают поверке.

7.5 Знак поверки наносят в свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Старший научный сотрудник

ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

Приложение 1
(рекомендуемое)

Методика приготовления эталонных растворов

1 Средства измерений, посуда, реактивы

По п. 2.1.

2 Требования безопасности

При приготовлении контрольных растворов должны быть соблюдены требования безопасности в соответствии с разделом 1а ГОСТ 11086-76 и с инструкциями к ГСО, стандарт-титрам и используемым реактивам

3.1 Подготовка к работе

3.1.1 Для приготовления контрольных растворов используют свежeproкипяченную охлажденную дистиллированную воду или бидистиллированную воду по ГОСТ 4517-2016 (разд. 4.39). При необходимости воду подготавливают в соответствии с инструкцией к ГСО или стандарт-титрам.

3.1.2 Перед приготовлением посуда должна быть промыта хромовой смесью, дистиллированной водой и высушена.

3.2 Приготовление эталонных растворов рН.

3.2.1 Эталонные растворы рН готовят по методике, приведенной в приложении В ГОСТ 8.135-2004.

Рабочие эталоны рН готовят растворением содержимого стандарт-титров в дистиллированной воде по ГОСТ 6709-72 (далее - вода) с удельной электропроводностью не более $5 \cdot 10^{-4}$ См·м⁻¹ при температуре 20 °С.

Примечание - Для приготовления растворов со значением рН более 6,0 дистиллированную воду необходимо прокипятить и охладить до температуры 25-30 °С. При подготовке стеклянной посуды не допускается использовать синтетические моющие средства.

3.2.2 Стандарт-титр переносят в мерную колбу 2-го класса по ГОСТ 1770-74 (далее - колба).

3.2.3 Извлекают флакон (ампулу) из упаковки.

3.2.4 Промывают поверхность флакона (ампулы) водой и просушивают фильтровальной бумагой.

3.2.5 Вставляют в колбу воронку, вскрывают флакон (ампулу) в соответствии с инструкцией изготовителя, дают содержимому полностью высыпаться в колбу, промывают флакон (ампулу) изнутри водой до полного удаления вещества с поверхностей, промывные воды сливают в колбу.

3.2.6 Заполняют колбу водой примерно на две трети объема, взбалтывают до полного растворения содержимого (за исключением насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция).

3.2.7 Заполняют колбу водой, не долив воды до метки 5-10 см³. В течение 30 мин термостатируют колбу в водяном термостате при температуре 20 °С (колбы с насыщаемыми растворами гидротартрата калия и гидроксида кальция заполняют водой полностью и термостатируют не менее 4 ч при температуре 25 °С и 20 °С соответственно, периодически перемешивая суспензию в колбе встряхиванием).

3.2.8 Доводят водой объем раствора в колбе до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

В пробах, отбираемых из насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция, осадок удаляют фильтрованием или декантацией.

3.2.9 Рабочие эталоны рН хранят в плотно закрытой стеклянной или пластмассовой (полиэтиленовой) посуде в затемненном месте при температуре не выше 25 °С. Срок хранения рабочих эталонов - 1 мес с момента приготовления, за исключением насыщенных растворов гидротартрата калия и гидроксида кальция, которые готовят непосредственно перед измерением рН и которые хранению не подлежат.

3.3 Приготовление эталонных растворов ОВП

Буферные растворы готовят по инструкции, входящей в комплект документации на стандарт-титры ОВП.

3.3.1 Приготовление буферного раствора рН .

3.3.2 Содержимое флакона № 1 количественно переносят в колбу следующим образом:

- извлекают флакон из упаковки;- в мерную колбу вместимостью 1 дм³ вставляют воронку;

- вскрывают флакон, высыпают содержимое полностью в колбу, промывают флакон изнутри водой до полного удаления вещества с поверхностей, промывные воды сливают в колбу.

3.3.3 Заполняют колбу водой примерно на две трети объема, взбалтывают до полного растворения содержимого.

3.3.4 Заполняют колбу водой, не доводя объем воды до метки примерно на 5-10 см³. В течение 15-20 мин термостатируют колбу в жидкостном термостате при температуре 20 °С.

3.3.5 Доводят водой объем раствора в колбе до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое.

3.3.6 Срок хранения приготовленного буферного раствора рН - 2 мес.

3.3.7 Буферный раствор ОВП готовят насыщением предварительно приготовленного буферного раствора рН хингидроном из флакона № 2.

3.3.8 Предварительно приготовленный буферный раствор рН переносят в колбу вместимостью 2 дм³ (для облегчения встряхивания при перемешивании), вскрывают флакон № 2 с хингидроном, высыпают его в колбу с приготовленным раствором и проводят насыщение раствора в течение 2 ч при непрерывном перемешивании.

3.3.9 После этого раствор фильтруют и используют в течение не более 5 ч.

Примечание - Для более экономного расходования стандарт-титра СТ-ОВП-01 допускается приготовление уменьшенного количества буферного раствора ОВП. Для этого отмеряют мерным стаканом или мерным цилиндром 0,5 дм³ предварительно приготовленного буферного раствора рН и переносят его в колбу вместимостью 1 дм³. Из флакона № 2 отбирают, предварительно взвесив, 2 г хингидрона и всыпают его в налитый раствор. Проводят насыщение раствора в течение 2 ч при непрерывном перемешивании. После этого раствор фильтруют и используют в течение не более 5 ч.

3.3.10 Буферные растворы должны быть использованы в течение 5 ч после приготовления и хранению не подлежат.

3.4 Приготовление контрольных растворов УЭП

Контрольные растворы с заданной проводимостью готовят в соответствии с п. 6. Р 50.2.021-2002. Действительные значения проводимости устанавливают с помощью лабораторного кондуктометра - рабочего эталона не ниже 2-го разряда.

3.5 Приготовление контрольных растворов растворенного кислорода

3.5.1 Контрольные растворы готовят в соответствии с Р 50.2.045-2005.

Метрологические характеристики контрольных растворов и ГСО газовых сме-

сей кислорода в азоте для их приготовления приведены в Таблице 1-1

Таблица 1-1

Диапазон измерений массовой концентрации кислорода, мг/дм ³	№	Номинальное значение массовой концентрации кислорода, мг/дм ³	Объемная доля кислорода в ГС, %	Примечание
от 0 до 2,0 включ.	1	0	-	«Нулевой» раствор
	2	1,0±0,2	2,3±0,5	
св. 2,0 до 20 включ.	3	2,0±0,2	4,6±0,5	
	4	11±2	25±4,5	
	5	18±2	41±4,5	

Действительное содержание кислорода (C_0) в дистиллированной воде, насыщенной газовой смесью при температуре t (°C), в (млн⁻¹), рассчитывают по формуле

$$C_0 = S_t \cdot C_n \cdot \frac{P}{20,95 \cdot 101,3}$$

где S_t – массовая доля кислорода в дистиллированной воде, насыщенной атмосферным воздухом при температуре t (°C) и давлении 101,3 кПа, млн⁻¹, (Приложение Б Р 50.2.045-2005);

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

P – атмосферное давление, кПа.