

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

М.П. _____ 2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Зонд гидрологический MIDAS CTD+

Методика поверки МП-209-0022-2016

Руководитель лаборатории

В.И. Суворов

A handwritten signature in blue ink, corresponding to the name V.I. Suvorov.

Разработчик

Инженер

А.М. Смирнов

A handwritten signature in blue ink, corresponding to the name A.M. Smirnov.

г. Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика распространяется на зонд гидрологический MIDAS CTD+ (далее – зонд) предназначенный для измерений температуры, удельной электрической проводимости (УЭП), гидростатического давления и измерения на их основе скорости распространения звука в морской воде косвенным методом, а также для измерений pH, окислительно-восстановительного потенциала (ОВП), мутности, массовой концентрации растворенного в воде кислорода.

Зонд подлежит первичной и периодической поверке. Не допускается отдельно проверять каналы УЭП, гидростатического давления, температуры, т.к. на их основе рассчитывается скорость распространения звука в морской воде.

Интервал между поверками – 2 года.

1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При 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 измерений температуры	п. 6.4.1	Да	Да
4.2. Определение абсолютной погрешности измерений УЭП	п. 6.4.2	Да	Да
4.3. Определение относительной погрешности измерений гидростатического давления	п. 6.4.3	Да	Да
4.4. Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода	п. 6.4.4	Да	Да
4.5. Определение абсолютной погрешности измерений pH	п. 6.4.5	Да	Да
4.6. Определение абсолютной погрешности измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП)	п. 6.4.6	Да	Да
4.7. Определение погрешности измерений мутности	п. 6.4.7	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются средства измерений и оборудование, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Характеристики
Перечень эталонов	
1. Кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс» (Рег. № 12048-04), рабочий эталон 1 разряда единицы удельной электрической проводимости жидкостей	Диапазон измерений удельной электрической проводимости: от 10^{-4} до 50 См/м, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,1 \%$
2. Калибратор Метран 501-ПКД-Р (Рег. № 22307-09), рабочий эталон 1 разряда единицы давления для области избыточного давления	Диапазон измерений избыточного давления от 0 до 25 МПа, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,01 \%$
3. Эталонный термометр сопротивления ЭТС-100 (Рег. № 19916-10), рабочий эталон 1 разряда единицы температуры	Диапазон измерений температуры от минус 20 до 50 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01 \text{ }^\circ\text{C}$
4. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов рН 2-го разряда (Рег. № 45142-10)	Диапазон воспроизведений рН при температуре 25 °С от 1,48 до 12,43, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,01$
Вспомогательное оборудование, ГСО	
5. Поверочные газовые смеси ГСО-ПГС состава ($\text{O}_2 + \text{N}_2$) (ГСО 10531-2014)	Диапазон воспроизведения массовой концентрации растворенного кислорода от 5 до 20000 мкг/дм ³ , пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 1,5 \%$
6. 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 $\pm 3 \text{ мВ}$
7. ГСО мутности (формазинная суспензия)	ГСО 7271-96
8. Калий хлористый (х.ч.)	по ГОСТ 4234-77
9. Весы лабораторные электронные «МВ210-А 1 (Рег № 26554-04)	Наибольший предел взвешивания 210 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1 \text{ мг}$ (до 50 г), $\pm 0,5 \text{ мг}$ (до 200); $\pm 0,6 \text{ мг}$ (до 210);
10. Термостат водяной прецизионный ТВП-6 (Рег. № 6810-78)	Погрешность поддержания температуры $\pm 0,01 \text{ }^\circ\text{C}$ в диапазоне температур от минус 4 °С до 40 °С;

2.2 Допускается применять средства, 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.

3 Требования безопасности

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

3.2 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.3 Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

3.4 Помещение, в котором проводятся испытания, 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, %: 95;
- атмосферное давление, кПа: от 86,0 до 106,7;

5 Подготовка к поверке

5.1 Подготовить зонд к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев зонда в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность зонда в режиме измерения.

Подготовить к работе зонд в соответствии с руководством по эксплуатации, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. Перед проведением поверки зонд необходимо откалибровать в соответствии с руководством по эксплуатации

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра солемер проверяется на соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности зонда технической документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Зонд считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

Зонд с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей зонда согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

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

Просмотр именованное ПО и номер версии доступны в разделе «About» в окне ПО «DataLog», которое автоматически запускается при старте программы

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

6.4 Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Определение абсолютной погрешности измерений температуры

Для определения абсолютной погрешности измерений температуры в термостате задать необходимую температуру, после чего ждать, пока температура в термостате не стабилизируется (изменение значения не должно превышать 0,01 °С за 1 мин).

Поместить зонд (по возможности ближе к месту установки термометра) и платиновый термометр сопротивления в термостат, держать в воде при установившейся температуре не менее 30 минут. Измерение проводить в трех точках диапазона, в каждой точке три раза с интервалом в 1 мин.

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

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт.}} \quad (1), \quad \text{где}$$

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

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

Результаты поверки считать положительными, если значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 0,02$ °С во всем диапазоне измерений.

6.4.2. Определение абсолютной погрешности измерений УЭП

Определения абсолютной погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП поверочных растворов хлористого калия, измеренных зондом со значениями, полученными на РЭ. Методика приготовления растворов указана в приложении А.

Раствор предварительно термостатировать при температуре 25 °С не менее 20 минут, затем раствор залить в измерительную ячейку рабочего эталона и емкость, куда помещен УЭП датчик зонда. Измерения проводить параллельно в течение нескольких минут после того, как колбу с раствором вынули из термостата. Измерения проводить, начиная от растворов с меньшим значением УЭП. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений.

Абсолютная погрешность измерений УЭП рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

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

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

χ_0 – значение УЭП, измеренное установкой КПУ-1, См/м;

Результаты поверки считать положительными, если значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 0,1$ См/м во всем диапазоне измерений.

6.4.3. Определение относительной погрешности измерений гидростатического давления

Для определения приведенной погрешности измерений гидростатического давления необходимо при помощи РЭ задать давление $P_{\text{эт}}$ ступенями через 10,0 МПа. При каждом значении эталонного давления регистрировать значение давления $P_{\text{изм}}$ измеренные зондом. После достижения верхнего предела измерений давление на рабочем эталоне начать постепенно снижать давление и сравнивать значения, полученные на зонде со значениями на рабочем эталоне (обратный ход).

Приведенную погрешность измерений гидростатического давления рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma_P = \frac{P_{\text{изм}} - P_{\text{эт.}}}{P_n} \cdot 100\% \quad (3) \quad \text{где}$$

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

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

P_n – верхний предел диапазона измерений, МПа;

Результаты поверки считать положительными, если значение приведенной погрешности не превышает $\pm 0,1$ % во всем диапазоне измерений.

6.4.4. Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода

Определения относительной погрешности измерений растворенного в воде кислорода проводить в соответствии с Р 50.2.045-2005 «ГСИ. Анализаторы растворенного в воде кислорода. Методика поверки» при помощи поверочных растворов, приготовленных согласно Р 50.2.045-2005, путем сравнения значений массовой концентрации кислорода поверочных растворов, измеренных зондом с расчетными значениями

Относительную погрешность измерений массовой концентрации растворенного в воде кислорода рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_{DO} = \frac{\left[\text{Sat} \cdot C_{nv} \cdot e^{a_1 + \frac{a_2 \cdot 100}{t+273,15} + a_3 \cdot \ln \frac{t+273,15}{100} + \frac{a_4 \cdot (t+273,15)}{100}} \right] - C_0}{C_0} \cdot 100\% \quad (6)$$

где

Sat – значения насыщения кислородом воды, измеренное зондом, %

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

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

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

Зонд считать прошедшим поверку, если значение относительной погрешности не превышает $\pm 5\%$ во всем диапазоне измерений.

6.4.5. Определение абсолютной погрешности измерений рН

Определения абсолютной погрешности измерений рН проводить в соответствии с Р 50.2.036-2004. «ГСИ. рН-метры и ионометры. Методика поверки» при помощи буферных растворов - рабочих эталонов рН 2-го разряда, приготовленных путем разбавления навески дистиллированной водой в соответствии с инструкцией «по приготовлению буферных растворов – рабочих эталонов рН 2-го разряда из стандарт-титров».

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

$$\Delta \text{pH} = \text{pH}_{\text{изм}} - \text{pH}_{\text{эт.}} \quad (5), \quad \text{где}$$

$\text{pH}_{\text{изм}}$ – значение рН измеренное зондом;

$\text{pH}_{\text{эт}}$ – аттестованное значение рН эталонного раствора

Зонд считать прошедшим поверку, если значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 0,1$ во всем диапазоне измерений.

6.4.6. Определение абсолютной погрешности измерений окислительно-восстановительного потенциала (ОВП)

Определения абсолютной погрешности измерений ОВП проводить в соответствии с ГОСТ 8.639-2014 «ГСОЕИ. Электроды для определения окислительно-восстановительного потенциала. Методика поверки» при помощи стандарт-титров СТ-ОВП-01 приготовить в соответствии с приложение А ГОСТ 8.639-2014.

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

$$\Delta \text{ОВП} = \text{ОВП}_{\text{изм}} - \text{ОВП} \quad (6), \quad \text{где}$$

$\text{ОВП}_{\text{изм}}$ – полученное значение, мВ;

$\text{ОВП}_{\text{эт}}$ – действительное значение ОВП, мВ.

Зонд считать прошедшим поверку, если значение абсолютной погрешности не превышает ± 10 мВ во всем диапазоне измерений.

6.4.7. Определение относительной погрешности измерений мутности

Определения погрешности измерений мутности проводить с помощью поверочных суспензий, приготовленных с использованием ГСО мутности 7271-96 в соответствии с паспортом и инструкции по применению. Измерения проводить, начиная от суспензий с

меньшим значением мутности. В каждой точке проводить не менее трех независимых измерений. Перед каждым измерением суспензии необходимо тщательно перемешать.

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

$$\Delta_{\text{tur}} = X_1 - X_0 \quad (7) \quad \text{где}$$

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

$$\delta_{\text{tur}} = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100\% \quad (8) \quad \text{где}$$

X_1 – значение мутности измеренное зондом, ЕМФ;

X_0 – расчетное значение мутности в контрольном растворе, ЕМФ;

Зонд считать прошедшим поверку, если значение

- абсолютной погрешности измерений мутности в диапазоне от 0 до 100 ЕМФ не превышает ± 5 ЕМФ
- относительной погрешности измерений мутности в диапазоне св.100 до 1000 ЕМФ не превышает ± 5 %

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Б, в котором указывается его соответствие предъявляемым требованиям.

7.2. Результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке или извещения о непригодности.

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если зонд удовлетворяет всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке. Знак поверки в виде голографической наклейки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого зонда, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

Приготовление поверочных растворов удельной электропроводности

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-79;
- весы лабораторные электронные МВ210-А (№ госреестра 26554-04)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74

Поверочные растворы хлористого калия

Поверочные растворы с требуемой массовой концентрацией готовят с помощью хлористого калия (предварительно высушенного до постоянного веса) согласно Р 50.2.021 – 2002.

По формуле А.1 и таблице А.1 с помощью линейной интерполяции определяют концентрацию водного раствора хлористого калия, с требуемым значением УЭП:

$$C_N = \frac{\kappa_2 - \kappa}{\kappa_2 - \kappa_1} \cdot C_{N1} + \frac{\kappa - \kappa_1}{\kappa_2 - \kappa_1} \cdot C_{N2} \quad (\text{А.1}), \text{ где}$$

C_N – концентрация хлористого калия в растворе с требуемой УЭП, моль/л;

C_{N1}, C_{N2} – концентрации хлористого калия из таблицы А1 ($C_{N2} > C_{N1}$), моль/л;

κ_2, κ_1 – соответствующие вышеуказанным концентрациям УЭП (таблица А1), См/м;

κ – УЭП получаемого раствора, См/м.

Таблица А.1

C_N , моль/л	0,05	0,1	0,2	0,3	0,5	1
κ , См/м	0,6666	1,288	2,43	3,632	5,863	11,17

Для приготовления поверочных растворов хлористого калия расчетную навеску соли взвешивают в стакане и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Без потерь переносят в мерную колбу на 75 % объема заполненную дистиллированной водой, перемешивают, затем помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер (если имеется информация)	
Изготовитель (если имеется информация)	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

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

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25	
Относительная влажность воздуха, %	не более 95	
Атмосферное давление, кПа	от 86,0 до 106,7	

Результаты поверки:

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

Наименование параметра	Диапазон измерения	Полученная погрешность измерений
Температура		
УЭП		
Давление		
Растворенный O ₂		
pH		
ОВП		
Мутности		

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

