

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ГЦИ СИ ФГУП «СНИИМ»

 В.И. Евграфов

« 20 » февраля 2010 г.



Иономер НИТРОН 01

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
ИНК 301.00.000 МП

С ИЗМЕНЕНИЕМ №1,
утвержденным
ГЦИ СИ «ФГУП СНИИМ»
20 октября 2014 года

г. Новосибирск
2010 г.

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на иономеры НИТРОН 01 предназначенный для измерения показателя активности одновалентных ионов (далее рХ (рН), концентрации нитрат-ионов, окислительно-восстановительного потенциала (далее Eh), температуры в жидких средах и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

Периодичность поверки - один раз в год.

Поверка прибора проводится органами метрологической службы, аккредитованными на право поверки в установленном порядке.

1 Операции поверки

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

1.2 Определение основной абсолютной погрешности измерения показателя активности ионов рХ (рН) (6.3.3) проводят для ионов водорода. Определение основной абсолютной погрешности измерения показателя активности ионов водорода (далее рН) допускается проводить по 6.3.3.1 или 6.3.3.2.

1.3 Определение основной относительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов (6.3.5) допускается проводить по 6.3.5.1 или 6.3.5.2.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта МП	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Проверка программного обеспечения	6.3.11	Да	Нет
Опробование	6.2	Да	Да
Определение времени установления показаний при измерении Eh и времени измерения концентрации нитрат-ионов	6.3.1	Да	Нет
Определение основной абсолютной погрешности измерения Eh	6.3.4	Да	Да
Определение основной абсолютной погрешности измерения рХ (рН)	6.3.3	Да	Да
Определение основной относительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов	6.3.5	Да	Да
Определение основной абсолютной погрешности измерения температуры	6.3.2	Да	Да
Определение дополнительной погрешности от влияния напряжения питания	6.3.6	Да	Нет
Определение дополнительной погрешности от влияния температуры измеряемого раствора	6.3.7	Да	Нет
Определение дополнительной погрешности от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода при измерении рХ (рН)	6.3.8	Да	Да
Определение дополнительной погрешности от влияния сопротивления в цепи вспомогательного электрода при измерении рХ (рН)	6.3.9	Да	Нет
Определение нестабильности показаний	6.3.10	Да	Нет

2 Средства поверки

2.1 Средства измерений, используемые при поверке должны быть поверены в установленном порядке.

2.2 Перечень оборудования и средств измерений, используемых при поверке, приведен в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип средств поверки	Основные технические характеристики
6.2, 6.3.1, 6.3.3.1, 6.3.5.1, 6.3.4, 6.3.6 – 6.3.10	Компаратор напряжения Р3003	Диапазон измерения от 0 до 2,1 В, класс точности 0,02
6.3.1, 6.3.8, 6.3.9	Имитатор электродной системы И-02	Значения имитируемого сопротивления от 0 до 1000 МОм в цепи измерительного электрода; от 0 до 20 кОм в цепи вспомогательного электрода
6.2, 6.3.1, 6.3.3.1, 6.3.5.1, 6.3.4, 6.3.6 – 6.3.10	Вольтметр В7-46	Диапазон измерения напряжения от 0 до 2 В, класс точности 0,02
6.3.6	Вольтметр В7-21А	Диапазоны измерений: напряжений от 0 до 500 В; токов от 10^{-3} до 1 А. Класс точности 0,2
6.2, 6.3.1, 6.3.3.1, 6.3.5.1, 6.3.6 – 6.3.10	Магазин сопротивлений Р33	Класс точности 0,2 предел измерений 10^4 Ом
6.3.6.1	Лабораторный автотрансформатор РНО-250-05	Диапазон напряжений от 0 до 250 В, мощность нагрузки 0,5 кВт
6.3.6.2	Источник питания постоянного тока Б5-47	Рабочий ток до 5А, диапазон напряжений от 0 до 29,9 В
6.3.1	Секундомер СОПСпр-2а-3;	ТУ 25-1819.0021-90
6.3.2	Термостат жидкостный VT18-1	Диапазон поддерживаемой температуры от 20 до 100 °С Точность поддержания температуры $\pm 0,1$ °С
6.3.2	Термометр ЛТ-300	Диапазон измерения температуры от 0 до 100 °С цена деления от 0,01 °С
6.3.3.2	Стандарт-титры для приготовления буферных растворов рабочих эталонов рН второго разряда	ГОСТ 8.135
6.3.3.2, 6.3.5.2	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
6.3.5.2	Квасцы алюмокалиевые, ч. д. а.	ГОСТ 4329
6.3.5.2	Калий азотнокислый, х. ч.	ГОСТ 4217

2.3 Оборудование, приведенное в таблице 2, может быть заменено аналогичным, обеспечивающим определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

Имитатор электродной системы (далее имитатор) может быть заменен системой из двух резисторов, имитирующих сопротивление электродов, а компаратор напряжения (далее компаратор) – цифровым вольтметром постоянного тока.

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки необходимо соблюдать «Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем», «Правила эксплуатации электроустановок потребителем» а также требования ГОСТ 12.2.007.0 «Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

4 Условия поверки

4.1 Испытания проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха плюс $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$
- относительная влажность воздуха не более 80%;
- атмосферное давление от 86 до 106 кПа;
- напряжение питания сети переменного тока $(220 \pm 10) \text{ В}$, $(50 \pm 0,5) \text{ Гц}$;

5 Подготовка к поверке

5.1 Для проведения поверки необходимо собрать стенд в соответствии со схемами, приведенными в приложении А: рисунок А.1 с использованием имитатора и компаратора или рисунок А.2 с использованием системы резисторов и цифрового вольтметра.

В случае использования системы резисторов и цифрового вольтметра имитацию установки напряжения на выходе электродной системы проводить путем вращения резистора R1 (рисунок А.2), величину напряжения измерять цифровым вольтметром, скачкообразное изменение напряжения обеспечить путем замыкания (от $\pm 1500 \text{ мВ}$ до $0,0 \text{ мВ}$) или размыкания (от $0,0 \text{ мВ}$ до $\pm 1500 \text{ мВ}$) тумблера SA1 (рисунок А.2), имитацию изменения сопротивлений электродов проводить путем подсоединения или отсоединения резисторов R4 и R5 (рисунок А.2), при этом резистор R5 следует подсоединять между разъемом ВСП. прибора и клеммой «-» выхода «Евн» источника ЭДС, а резистор R4 – между разъемом ИЗМ. прибора и клеммой «+» выхода «Евн» источника ЭДС (рисунок А.2).

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого иономера НИТРОН 01 следующим требованиям:

- комплектность (без запасных частей) – в соответствии с паспортом;
- прибор должен быть чистым, без следов коррозии;
- надписи и маркировки, нанесенные на корпус преобразователя измерительного (далее прибора) должны быть четкими и содержать следующую информацию: условное обозначение прибора;

товарный знак предприятия- изготовителя;
 порядковый номер по системе нумерации предприятия - изготовителя;
 обозначение органов управления.

- прибор не должен иметь внешних повреждений (разбитое стекло на передней панели, расшатанные или поврежденные гнезда, кнопки и т.д.), должна быть сохранена целостность пломбы (наклейки), нанесенной на корпус прибора.

6.1.2 Результат операции поверки считать положительным, если комплектность соответствует указанной в паспорте и не выявлено внешних повреждений прибора.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.2 Опробование

6.2.1 Установить батареи гальванических элементов в отсек на задней панели прибора или соединить разъем преобразователя статического из комплекта поставки (далее источник питания) с разъемом ИСТОЧНИК ПИТАНИЯ прибора и подключить источник питания к сети 220 В.

6.2.2 Включить прибор нажатием кнопки ВКЛ/ОТКЛ на лицевой панели и выдержать его во включенном состоянии не менее 10 минут.

6.2.3 Провести опробование в режиме измерения E_h в следующем порядке.

Подключить клеммы «+» и «-» компаратора к гнездам ИЗМ. и ВСП. прибора соответственно.

Установить кнопками «◀» или «▶» режим измерения E_h (режим «№ 2», отображается в левой нижней части табло).

Подключить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора и установить имитируемое значение температуры ($20,0 \pm 0,1$) °С путем изменения величины сопротивления магазина от 1060 до 1100 Ом.

Установить на выходе компаратора величину напряжения 0,0 мВ.

Зафиксировать показания в верхнем окне табло прибора через 2 – 3 с.

Показания должны составлять ($0,0 \pm 0,5$) мВ.

6.2.4 Провести опробование в режиме измерения концентрации нитрат-ионов в следующем порядке

Подключить (если они не подключены) клеммы «+» и «-» компаратора к гнездам ИЗМ. и ВСП. прибора соответственно.

Установить кнопками «◀» или «▶» режим измерения концентрации нитрат-ионов (режим «№ 7», отображается в нижней части табло)

Установить размерность «мг/кг» кнопкой РАЗМЕРНОСТЬ.

Установить значение pX_i равным 0,00 рН путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку «рНи»;
- набрать значение 0,00 на цифровой клавиатуре и вновь нажать кнопку «рНи»;

Провести градуировку прибора путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- установить число стандартов «2» кнопками «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- установить на выходе компаратора величину напряжения 434,5 мВ (имитация раствора сравнения № 1 (4,00 рХ));
- после установления показаний нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;

- установить на выходе компаратора величину напряжения 259,9 мВ (имитация раствора сравнения № 2 (1,00 рХ);
- после установления показаний нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;

Установить на выходе компаратора величину напряжения 318,0 мВ, после установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Показания прибора должны соответствовать (3100 ± 150) мг/кг.

6.2.5 Провести опробование в режиме измерения рХ (рН) в следующем порядке.

Подключить (если они не подключены) клеммы «+» и «-» компаратора к гнездам ИЗМ. и ВСП. прибора соответственно.

Установить кнопками «◀» или «▶» режим измерения рН (режим «№ 1», отображается в нижней части табло).

Установить имитируемое значение температуры $(25,0 \pm 0,1)$ °С путем изменения величины сопротивления магазина сопротивлений от 1060 до 1100 Ом.

Установить значение рНи равным 7,00 рН путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку «рНи»;
- кнопками «◀» или «▶» выбрать значение 7,00 и вновь нажать кнопку «рНи»;

Провести градуировку прибора:

- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- установить кнопками «◀» или «▶» число стандартов 2;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- установить на выходе компаратора величину напряжения 316,5 мВ (имитация буферного раствора 1,65 рН);
- после установления показаний нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- установить на выходе компаратора величину напряжения минус 321,2 мВ (имитация буферного раствора 12,43 рН);
- после установления показаний нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;

Установить имитируемое значение температуры $(20,0 \pm 0,1)$ °С путем изменения величины сопротивления магазина от 1060 до 1100 Ом.

Установить на выходе компаратора величину напряжения 0,00 мВ.

После установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Показания прибора должны соответствовать $(7,00 \pm 0,02)$ рН.

6.2.6 Результат операции поверки считать положительным при условии выполнения операций 6.2.3 - 6.2.5. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3 Определение метрологических характеристик.

6.3.1 Определение времени установления показаний при измерении Ен и времени измерения концентрации нитрат-ионов

6.3.1.1 Определение времени установления показаний измерения Ен прибором.

Определение времени установления показаний при измерении Ен провести в указанной далее последовательности.

Подключить клеммы «+» и «-» имитатора к соответствующим гнездам «Евн» компаратора, а клеммы ИЗМ., ВСП. имитатора к соответствующим гнездам ИЗМ и ВСП прибора (рисунки А.1 или А.2).

Установить на имитаторе сопротивление основного электрода на имитаторе, равным 1000 МОм, а сопротивление вспомогательного электрода равным 20 кОм.

Установить на приборе кнопками «◀» или «▶» режим измерения E_h (режим «№ 2»).

Установить на выходе компаратора напряжение 1500 мВ.

Установить на выходе имитатора напряжение 0,0 В.

Установить на выходе имитатора напряжение 1500 мВ.

Зафиксировать при помощи секундомера (ТУ 25-819.0021-90) временной интервал (время установления показаний) от момента установления напряжения 1500 мВ на имитаторе до момента отображения на табло прибора значения напряжения $(1500 \pm 2,0)$ мВ.

Установить на выходе имитатора напряжение 0,0 В.

Зафиксировать при помощи секундомера временной интервал от момента установления напряжения 0,0 мВ на имитаторе до момента отображения на табло прибора значения напряжения $(0,0 \pm 2,0)$ мВ.

Установить на выходе компаратора напряжение минус 1500 мВ

Зафиксировать при помощи секундомера временной интервал от момента установления напряжения минус 1500 мВ на имитаторе до момента отображения на табло прибора значения напряжения $(- 1500 \pm 2,0)$ мВ.

Результат операции поверки считать положительным, если время установления показаний при измерении E_h не превышает 10 с. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают

6.3.1.2 Определение времени измерения концентрации нитрат-ионов

Определение времени измерения концентрации нитрат-ионов прибором провести в указанной далее последовательности.

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам прибора ИЗМ. и ВСП. соответственно.

Подключить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕСАТОР.

Установить на приборе режим измерения концентрации нитрат-ионов (режим «№ 5»).

Установить на выходе компаратора напряжение 0,0 мВ и отсоединить штекер от гнезда ИЗМ. прибора.

Установить на выходе компаратора напряжение 500 мВ и подсоединить штекер к гнезду ИЗМ. прибора.

Зафиксировать временной интервал (время измерения концентрации нитрат-ионов) при помощи секундомера от момента подсоединения штекера к разъему ИЗМ. прибора до момента отображения на табло прибора измеренного значения концентрации нитрат-ионов.

Результат операции поверки считать положительным, если время установления показаний при измерении концентрации нитрат-ионов не превышает 16 с. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают

6.3.2 Определение основной абсолютной погрешности измерения температуры

Определение диапазона, основной абсолютной погрешности и дискретности отсчета цифровой индикации при измерении температуры провести в указанной далее последовательности.

Отсоединить от прибора магазин сопротивлений (если он был подсоединен) и подсоединить термокомпенсатор к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР.

Установить на приборе режим измерения «№ 1».

Погрузить эталонный термометр и термокомпенсатор в термостат с интенсивно перемешиваемой водой температурой (25 ± 5) °С на глубину не менее 50 мм. После стабилизации показаний, зафиксировать температуру на термометре и на табло прибора.

Провести аналогичные измерения при температуре воды (50 ± 5) °С и (75 ± 5) °С.

Определить основную абсолютную погрешность измерения температуры по формуле (1):

$$\Delta = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт}} \quad (1)$$

где

Δ - основная абсолютная погрешность измерения температуры, °С

$t_{\text{изм}}$ - значение температуры воды, считанное с табло прибора, °С

$t_{\text{эт}}$ - значение температуры воды, измеренное эталонным термометром, °С

Результат операции поверки считать положительным если основная абсолютная погрешность при измерении температуры не превышает 0,2 °С. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.3 Определение основной абсолютной погрешности измерения рХ (рН) одновалентных ионов.

6.3.3.1 Определение основной абсолютной погрешности измерения рХ (рН) прибором для ионов водорода провести в указанной далее последовательности (при имитации раствора).

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам прибора ИЗМ. и ВСП. соответственно.

Подключить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕСАТОР прибора.

Установить имитируемое значение температуры (20 ± 0,1) °С путем изменения величины сопротивления магазина от 1060 до 1100 Ом.

Установить режим измерения рН («№ 1»)

Устанавливать на компараторе значения напряжения в соответствии с таблицей 3 и, после установления показаний, считывать с табло прибора измеренные значения рН.

Определить основную абсолютную погрешность измерения рН по формуле (2):

$$\Delta_{\text{рХ}} = K_1 - K_{\text{рН}} \quad (2)$$

где:

$\Delta_{\text{рХ}}$ - основная абсолютная погрешность измерения рН, рН

K_1 - показание прибора, рН;

$K_{\text{рН}}$ - значение рН, приведенные в таблице 3, рН

Таблица 3 - Значения ЭДС на выходе компаратора в зависимости от имитируемого значения рН.

Значение показателя активности ионов водорода, рХ (рН)	Температура раствора, °С					
	0	20	40	60	80	100
	Значение напряжения на выходе компаратора, мВ					
-2	487,8	523,5	549,9	594,9	630,6	666,3
0	379,4	407,2	434,9	462,7	490,6	518,3
2	271,0	290,8	310,7	330,5	350,3	370,2
4	162,6	174,5	186,4	198,3	210,2	222,1
6	54,2	58,2	62,1	66,1	70,1	74,0
7	0	0	0	0	0	0
8	-54,2	-58,2	-62,1	-66,1	-70,1	-74,0
10	-162,6	-174,5	-186,4	-198,3	-210,2	-222,1
12	-271,0	-290,8	-310,7	-330,5	-350,3	-370,2
14	-379,4	-407,2	-434,9	-462,7	-490,6	-518,3
16	-487,8	-523,5	-559,2	-594,9	-630,6	-666,3
18	-596,2	-639,8	-683,4	-727,0	-770,8	-814,1
20	-704,6	-756,1	-807,7	-859,2	-911,0	-962,1

Результат операции поверки считать положительным, если основная абсолютная погрешность при измерении рН одновалентных ионов не превышает 0,02 рН. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают

6.3.3.2 Определение основной абсолютной погрешности измерения рН прибором в составе с рН электродом провести в указанной далее последовательности.

Отсоединить прибор от стенда и подсоединить к разъему ИЗМ. прибора рН электрод (если он был подсоединен).

Подсоединить термокомпенсатор к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора.

Приготовить буферные растворы по ГОСТ 8.135 из стандарт-титров не ниже второго разряда со значениями равными 1,65 рН, 4,01 рН, 9,18 рН при температуре 25 С.

Значения рН буферных растворов в зависимости от температуры раствора приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Значения рН буферных растворов в зависимости от температуры раствора

Температура, °С	Раствор №1 (1,65 рН)	Раствор №3 (4,01 рН)	Раствор №4 (6,86 рН)	Раствор №5 (9,18 рН)
0	-	4,00	6,96	9,48
5	-	4,00	6,94	9,41
10	1,64	4,00	6,91	9,35
15	1,64	4,00	6,89	9,29
20	1,64	4,00	6,87	9,23
25	1,65	4,01	6,86	9,18
30	1,65	4,01	6,84	9,13
37	1,65	4,02	6,83	9,07
40	1,65	4,03	6,82	9,05
50	1,65	4,05	6,81	9,98
60	1,66	4,08	6,82	8,93
70	1,67	4,12	6,83	8,90
80	1,69	4,16	6,85	8,88
90	1,72	4,21	6,90	8,84

Промежуточные значения рН растворов определять методом кусочно-линейной интерполяции.

Провести градуировку прибора по буферным растворам со значениями равными 1,65 рН и 9,18 рН в указанной далее последовательности.

Перед проведением градуировки промыть электрод дистиллированной водой (ГОСТ 6709) в течении двух минут, погрузить электрод в раствор соляной кислоты концентрацией 0,1 Н и выдержать не менее восьми часов.

Для проведения градуировки прибора выполнить следующие операции:

- промыть электрод дистиллированной водой с двукратной сменой воды. погрузить электрод и термокомпенсатор в буферный раствор со значением равным 1,65 рН и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- два раза нажать кнопку ГРАДУИРОВКА на передней панели прибора. В левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение рН буферного раствора 1,65 рН, скорректированное в соответствии с таблицей 4. Если значение отсутствует или не соответствует значениям, приведенным в таблице 4, установить требуемое значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;

- промыть электрод дистиллированной водой и остатки воды удалить с помощью фильтровальной бумаги, опустить в раствор со значением 9,18 рН и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- в левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение рН буферного раствора 9,18 рН, скорректированное в соответствии с таблицей 4. Если значение отсутствует или не соответствует значениям, приведенным в таблице 4, установить требуемое значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА (после нажатия кнопки прозвучит звуковой сигнал, означающий завершение градуировки прибора).

Провести измерения рН буферного раствора со значением 4,01 рН.

ВНИМАНИЕ: ПОСЛЕ КАЖДОГО ИЗМЕРЕНИЯ ПРОМЫВАТЬ ЭЛЕКТРОД ДИСТИЛЛИРОВАННОЙ ВОДОЙ С ДВУХКРАТНОЙ СМЕНОЙ ВОДЫ.

При расхождении измеренных значений со значениями рН измеряемых буферных растворов более чем на 0,05 рН следует повторить градуировку и измерения.

Определить основную абсолютную погрешность измерения рН по формуле (3):

$$\Delta_{рХ} = K_1 - K_{эт} \quad (3)$$

где

$\Delta_{рХ}$ - основная абсолютная погрешность прибора при измерении рН, рН

K_1 - показание прибора, рН;

$K_{эт}$ - значения рН, приведенные в таблице 4, рН.

Результат операции поверки считать положительным, если основная абсолютная погрешность при измерении рН не превышает 0,05 рН. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.4 Определение диапазона, основной абсолютной погрешности измерения Eh.

Определение основной абсолютной погрешности измерения Eh прибором провести в указанной далее последовательности.

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам прибора ИЗМ. и ВСП. соответственно.

Установить на приборе режим измерения Eh (режим № «2»).

Установить на выходе компаратора напряжение 1500 мВ.

После установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Провести аналогичные измерения, устанавливая поочередно на выходе компаратора следующие значения напряжения: минус 1500 мВ; $\pm 750,0$ мВ; $\pm 375,0$ мВ; $\pm 187,5$ мВ; $\pm 93,7$ мВ; $\pm 46,9$ мВ.

Определить основную абсолютную погрешность измерения Eh по формуле (4):

$$\Delta = E_1 - E_2 \quad (4)$$

где

Δ - основная абсолютная погрешность измерения Eh, мВ

E_1 - значение ЭДС, считанное с табло прибора, мВ;

E_2 - значение ЭДС, установленное на выходе компаратора, мВ.

Результат операции поверки считать положительным, если основная абсолютная погрешность при измерении Eh не превышает:

$\pm 1,0$ мВ в диапазоне от минус 999,9 до 999,9 мВ;

$\pm 2,0$ мВ в диапазоне от минус 1500 до минус 1000 мВ и от 1000 до 1500 мВ.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.5 Определение основной относительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов

6.3.5.1 Определение основной относительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов прибором провести в указанной далее последовательности (при имитации раствора).

Отсоединить рН электрод от прибора.

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам прибора ИЗМ и ВСП. соответственно.

Установить на приборе режим измерения концентрации нитрат-ионов (режим «№ 7»).

Установить имитируемое значение температуры ($20,0 \pm 0,1$) °С путем изменения величины сопротивления магазина сопротивлений от 1060 до 1100 Ом.

Установить размерность «мг/кг» кнопкой РАЗМЕРНОСТЬ.

Установить значение рХи равным 0,00 рН путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку «рНи»;
- набрать значение 0,00 на цифровой клавиатуре и вновь нажать кнопку «рНи»;

Устанавливать на компараторе напряжения в соответствии с таблицей 5 и, после установления показаний, считывать с табло прибора измеренные значения концентрации нитрат-ионов.

Примечание - при проведении измерений имитировать установку стаканчика с раствором путем кратковременного (на 1 - 2 с) отсоединения штекера от гнезда ИЗМ. прибора.

Таблица 5 - Значения напряжение на выходе компаратора в зависимости от имитируемого значения концентрации нитрат-ионов.

Концентрация нитрат-ионов при установленной степени разведения 1:5, мг/кг	Температура раствора, °С			
	10	20	30	40
	Значение напряжения, мВ			
31000	257,9	259,9	261,9	263,9
9800	286,0	289,0	292,9	295,0
3100	314	318	322	326
980	342,2	347,2	352,2	357,1
310	370,3	376,3	382,3	388,2
98	398,5	405,4	412,3	419,3
31	426,6	434,5	442,4	450,4
9,8	454,7	463,6	472,5	481,5
3,1	482,8	492,7	502,6	512,6

Определить основную относительную погрешность измерения концентрации нитрат-ионов по формуле (5):

$$\delta_0 = \frac{\hat{E}_1 - K_{\text{NO}_3}}{K_{\text{NO}_3}} \cdot 100\% \quad (5)$$

где

δ_0 - основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов, %;

\hat{E}_1 - показание прибора, мг/кг;

K_{NO_3} - значение концентрации нитрат-ионов, приведенное в таблице 5, мг/кг

Результат операции поверки считать положительным, если основная относительная погрешность при измерении концентрации нитрат-ионов не превышает 5%. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.5.2 Определение диапазона, основной относительной погрешности при измерении концентрации нитрат-ионов прибором в составе с нитрат-селективным электродом провести в указанной далее последовательности.

Отсоединить прибор от измерительной установки и подсоединить нитрат-селективный и вспомогательный хлор-серебрянный электроды к разъемам ИЗМ. и ВСП. прибора соответственно.

Установить размерность «мг/кг» кнопкой РАЗМЕРНОСТЬ.

Установить значение рХи равным 0,00 рН путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку «рНи»;
- набрать значение 0,00 на цифровой клавиатуре и вновь нажать кнопку «рНи»;

Подсоединить термокомпенсатор к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора и опустить его в стакан с водой на глубину не менее 20 мм.

Приготовить растворы с содержанием нитрат-ионов 10, 200 и 5000 мг/дм³, в соответствии с указаниями, приведенными в приложении 2 МИ 1990-89. Нитратомеры. Методика поверки.

Приготовить растворы сравнения со значениями концентрации нитрат-ионов 0,1; 0,01; 0,001; 0,0001 моль/дм³, в соответствии с 2.2 ГОСТ 13496. 19-93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье Методы определения содержания нитрат-ионов и нитритов.

Перед проведением градуировки промыть электрод дистиллированной водой (ГОСТ 6709) в течении двух минут погрузить электрод в раствор сравнения концентрацией 0,01 моль/дм³ и выдержать не менее суток.

Провести градуировку в указанной далее последовательности.

Для проведения градуировки по приготовленным растворам выполнить следующие операции:

- установить на приборе режим измерения концентрации нитрат-ионов (режим «№ 5»);
- промыть электроды дистиллированной водой с двукратной сменой воды, остатки воды удалить с помощью фильтровальной бумаги. Погрузить электроды в раствор сравнения с концентрацией нитрат-ионов 0,0001 моль/дм³ и выдержать до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА и установить кнопками «◀» или «▶» число стандартов 4;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА. В левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение рСNO₃ раствора сравнения: «4,00». Если значение отсутствует или не соответствует указанному, установить нужное значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- промыть электроды раствором сравнения с концентрацией нитрат-ионов 0,001 моль/дм³, погрузить электроды в свежий раствор и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;

- в левом нижнем окне табло прибора должно отобразиться значение $p\text{CNO}_3$ раствора сравнения: «3,00». Если значение отсутствует или не соответствует указанному, установить нужное значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА.
- промыть электроды раствором сравнения с концентрацией нитрат-ионов $0,01 \text{ моль/дм}^3$, погрузить электроды в свежий раствор и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- в левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение $p\text{CNO}_3$ раствора сравнения «2,00». Если значение отсутствует или не соответствует указанному, установить нужное значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА.
- промыть электроды раствором сравнения с концентрацией нитрат-ионов $0,1 \text{ моль/дм}^3$, погрузить электроды в свежий раствор и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- в левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение $p\text{CNO}_3$ раствора сравнения «1,00». Если значение отсутствует или не соответствует указанному, установить нужное значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА (после нажатия кнопки прозвучит звуковой сигнал, означающий завершение градуировки прибора).

Провести измерения концентрации нитрат-ионов в растворах с содержанием нитрат-ионов 10, 200 и 5000 мг/дм^3 . Измерения начинать с раствора меньшей концентрации.

ВНИМАНИЕ: ПОСЛЕ КАЖДОГО ИЗМЕРЕНИЯ ПРОМЫВАТЬ ЭЛЕКТРОДЫ РАСТВОРОМ, НА КОТОРОМ ПРЕДПОЛАГАЕТСЯ ПРОВОДИТЬ ИЗМЕРЕНИЯ.

При отличии измеренных значений концентрации нитрат-ионов от значений концентрации измеряемых растворов сравнения более чем на 16 % следует повторить градуировку и измерения.

Определить основную относительную погрешность измерения концентрации нитрат-ионов по формуле (5), принимая в качестве значения K_{NO_3} значение концентрации нитрат-ионов измеряемого раствора сравнения.

Результат операции поверки считать положительным, если основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов в составе с нитрат-селективным не превышает 16 %. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.6 Определение дополнительной погрешности от влияния напряжения питания

6.3.6.1 Определение дополнительных погрешностей при изменении напряжения питания от 187 до 242 В провести в указанной далее последовательности (при питании от сети переменного тока частотой 50 Гц через внешний источник питания из комплекта прибора).

Примечание. Если данная операция поверки проводится после проведения поверки по 6.3.5.2 и (или) 6.3.3.2, то необходимо предварительно выполнить процедуры, указанные в 6.2.4 и (или) 6.2.5 соответственно.

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам ИЗМ. и ВСП. прибора соответственно на лицевой панели прибора.

Подсоединить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора.

Установить с помощью лабораторного автотрансформатора напряжение сети переменного тока 220 В.

Провести измерения в соответствии с 6.3.2, 6.3.3.1, 6.3.4, 6.3.5.1

Значения имитируемой температуры (при измерении температуры) устанавливать с помощью магазина сопротивлений.

Измерения проводить в крайних точках рабочего диапазона.

Повторить измерения, устанавливая с помощью лабораторного автотрансформатора, напряжение сети переменного тока 187 и 242 В.

Определить дополнительные погрешности от влияния отклонения напряжения питания при изменении напряжения питания от 187 до 242 В при питании от сети переменного тока частотой 50 Гц по формулам (6), (7):

при измерении концентрации нитрат-ионов:

$$\delta_0 = \frac{K_1 - K_2}{K_{\text{NO}_3}} \cdot 100\% \quad (6)$$

при измерении температуры, рХ (рН), и Eh электродной системы:

$$\Delta = K_1 - K_2 \cdot \quad (7)$$

где:

δ_0 - значение дополнительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов при воздействии влияющего фактора, %

Δ - значение дополнительной погрешности измерения температуры, рХ (рН) и Eh при воздействии влияющего фактора,

K_1 - показание прибора, полученное при воздействии влияющего фактора;

K_2 - показание прибора, полученное в условиях определения основной погрешности.

K_{NO_3} - значение концентрации нитрат-ионов, приведенное в таблице 5, мг/кг;

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность от влияния напряжения питания не превышает 0,5 пределов от основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.6.2 Определение дополнительных погрешностей при изменении напряжения питания от 2,6 до 3,6 В провести в указанной далее последовательности (при питании от батареи гальванических элементов).

Примечание. Если данная операция поверки проводится после проведения поверки по 6.3.5.2 и (или) 6.3.3.2, то необходимо предварительно выполнить процедуры, указанные в 6.2.4 и (или) 6.2.5 соответственно.

Установить величину напряжения источника питания постоянного тока равной 3 В.

Отсоединить преобразователь статический от разъема ИСТОЧНИК ПИТАНИЯ и подсоединить источник питания постоянного тока к клеммам «+3 В» и «-3 В» отсека для установки гальванических элементов прибора. Включить прибор при помощи кнопки ВКЛ.

Провести измерения величины температуры контролируемого раствора, рН и Eh в соответствии с 6.3.2, 6.3.3.1, 6.3.4, 6.3.5.1

Измерения проводить в следующих точках диапазона: в режиме измерения температуры – при температурах раствора $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ и $(75 \pm 5)^\circ\text{C}$; в режиме измерения рН и Eh – в крайних точках рабочего диапазона. Значения температуры устанавливать с помощью магазина сопротивлений.

Повторить измерения при напряжении источника питания 2,6 и 3,6 В.

Значение дополнительной погрешности от влияния напряжения питания определяют по формулам (6), (7).

После проведения измерений установку восстановить в соответствии с используемой схемой (рисунки А.1 или Б.1).

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность от влияния напряжения питания составляет не более 0,5 от основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.7 Определение дополнительной погрешности от влияния температуры измеряемого раствора

Примечание. Если данная операция поверки проводится после проведения поверки по 6.3.5.2 и (или) 6.3.3.2, то необходимо предварительно выполнить процедуры, указанные в 6.2.4 и (или) 6.2.5 соответственно.

Определение дополнительной погрешности от влияния температуры измеряемого раствора провести в указанной далее последовательности.

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам прибора ИЗМ. и ВСП. соответственно.

Подсоединить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора.

Провести измерения в соответствии с 6.3.3.1, 6.3.5.1 в крайних точках рабочего диапазона, при температурах раствора (0, 20, 40, 60, 80, 100) °С при измерении рХ (рН) и (10, 20, 30, 40) °С при измерении концентрации нитрат-ионов.

Значения имитируемой температуры (при измерении температуры) устанавливать с помощью магазина сопротивлений.

Дополнительную погрешность от влияния температуры измеряемого раствора определить по формулам (6), (7).

После окончания измерений установить температуру раствора равной $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$.

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность от влияния напряжения питания не превышает 1,5 пределов от основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.8 Определение дополнительных погрешностей от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода в режиме измерения рХ (рН)

Примечание. Если данная операция поверки проводится после проведения поверки по 6.3.5.2 и (или) 6.3.3.2, то необходимо предварительно выполнить процедуры, указанные в 6.2.4 и (или) 6.2.5 соответственно.

Определение дополнительной погрешности от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода провести в указанной далее последовательности для ионов водорода.

Подключить клеммы «+» и «-» имитатора к соответствующим гнездам «Евн» компаратора, а клеммы ИЗМ., ВСП. имитатора к соответствующим гнездам ИЗМ и ВСП прибора (рисунки А.1 или А.2).

Установить на выходе компаратора напряжение минус 756,1 мВ.

Установить режим измерения рН (режим «№ 1»).

Установить сопротивление R_i имитатора равным 0 Мом, а сопротивление R равным 20 кОм. После установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Установить величину R_i равным 1000 МОм. После установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Установить на выходе компаратора напряжение 756,1 мВ. После установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Определить дополнительную погрешность от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода по формуле (7).

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность от влияния напряжения питания не превышает 0,5 пределов от основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.9 Определение дополнительных погрешностей от влияния сопротивления в цепи вспомогательного электродов в режиме измерения рХ (рН)

Примечание. Если данная операция поверки проводится после проведения поверки по 6.3.5.2 и (или) 6.3.3.2, то необходимо предварительно выполнить процедуры, указанные в 6.2.4 и (или) 6.2.5 соответственно.

Определение дополнительной погрешности от влияния сопротивления в цепи вспомогательного электрода провести в указанной далее последовательности для ионов водорода.

Подключить клеммы «+» и «-» имитатора к соответствующим гнездам «Евн» компаратора, а клеммы ИЗМ., ВСП. имитатора к соответствующим гнездам ИЗМ и ВСП прибора (рисунки А.1 или А.2).

Установить на выходе компаратора напряжение минус 756,1 мВ.

Установить режим измерения рН (режим «№ 1»);

Установить сопротивление R_i имитатора равным 0 Мом, а сопротивление R равным 0 кОм. После установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Установить величину R равным 20 кОм. После установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Установить на выходе компаратора напряжение 756,1 мВ. После установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Определить дополнительную погрешность от влияния сопротивления в цепи измерительного электрода по формуле (7).

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность от влияния напряжения питания не превышает 0,5 пределов от основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.10 Определение нестабильности показаний прибора

Определение нестабильности показаний прибора провести в указанной далее последовательности.

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам ИЗМ. и ВСП. соответственно на лицевой панели прибора.

Подсоединить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора.

Провести измерения в соответствии с 6.3.2 и 6.3.4 через 10 минут и через 8 часов после включения прибора.

Измерения имитируемой температуры раствора (25 ± 5) °С и (75 ± 5) °С проводить устанавливая температуру путем изменения сопротивления магазина сопротивлений, подключенного ко входу ТЕРМОКОМПЕНСАТОР поверяемого прибора.

Значение нестабильности показаний определить как максимальное отклонение измеренного значения, зафиксированного через 8 часов после включения прибора от значения, зафиксированного через 10 мин после включения прибора.

Результат операции поверки считать положительным, если нестабильность показаний поверяемого прибора не превышает основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.11 Проверка программного обеспечения.

Порядок проверки программного обеспечения приведен в приложении В.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При выполнении операций поверки результаты измерений, заносят в протокол. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении Б.

7.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006-94. На оборотной стороне свидетельства о поверке указывают информацию, о том, что поверка выполнена в соответствии с настоящей методикой поверки.

7.3 При отрицательных результатах поверки оформляют извещение о непригодности в соответствии ПР 50.2.006-94.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)

Схемы стенда для поверки прибора

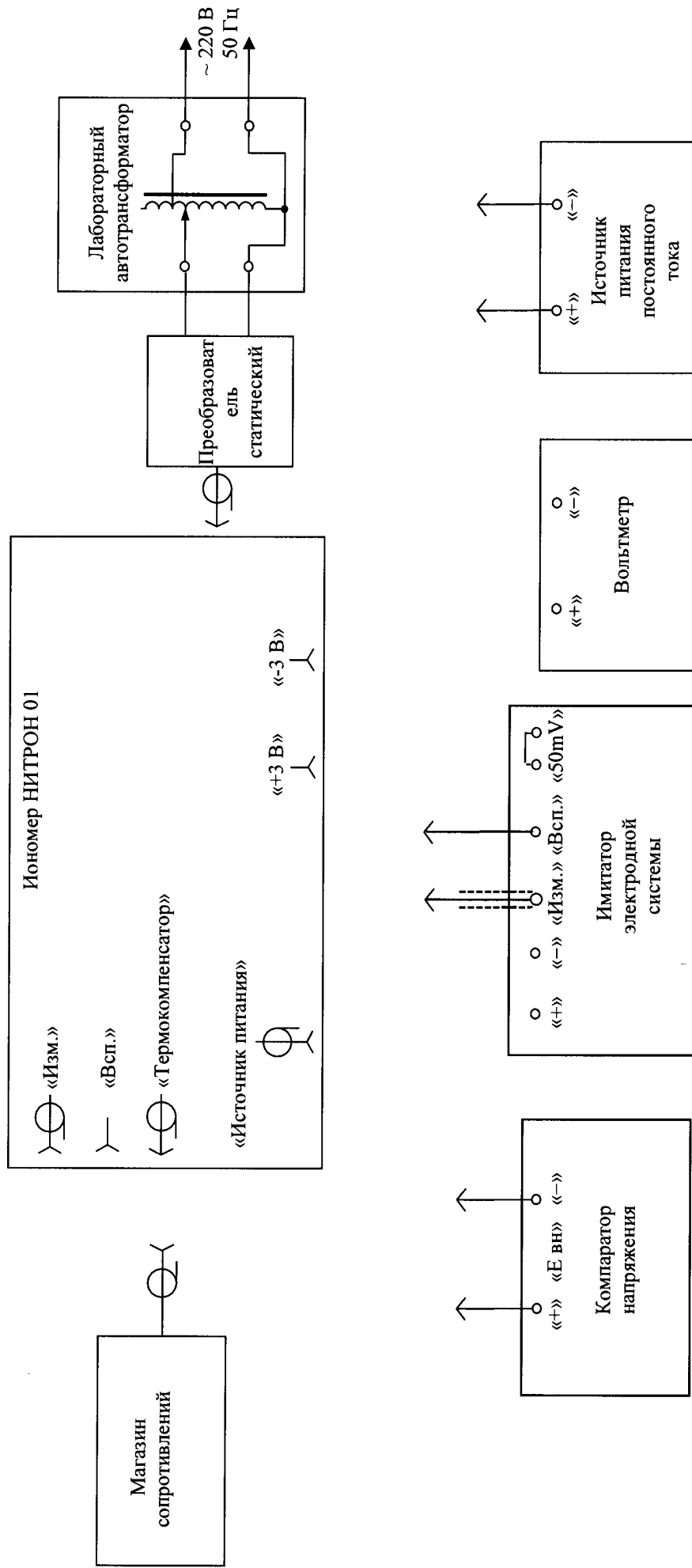


Рисунок А.1 – Схема с использованием имитатора электронной системы и компаратора напряжения

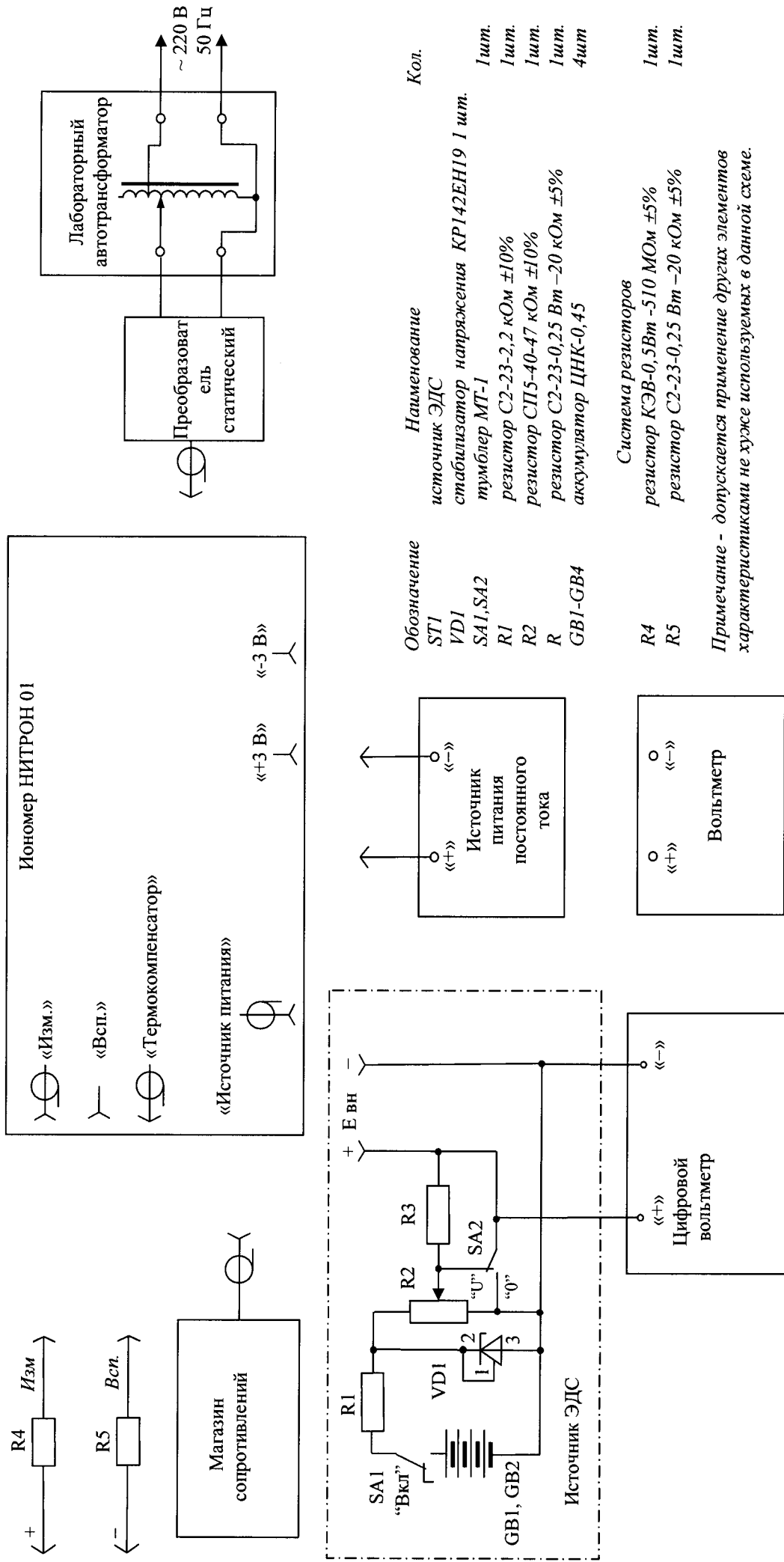


Рисунок А.2 - Схема стенда с использованием системы резисторов и цифрового вольтметра

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Протокол №

Тип _____

Заводской № _____

Предприятие-изготовитель _____

Представлен _____

Средства поверки _____
тип, разряд, заводской номер применяемых средств измерений

_____ срок действия и номер свидетельства о поверке (калибровке)

Условия проведения поверки

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 86 до 106 кПа;
- напряжение питания сети переменного тока $(220 \pm 10) \text{ В}$, $(50 \pm 0,5) \text{ Гц}$;
- измерительная схема должна быть надежно заземлена.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование _____

3 Основная абсолютная погрешность измерения рХ (рН) одновалентных ионов.

Таблица Б.1 - Основная абсолютная погрешность измерения рН преобразователем измерительным НИТРОН 01 (далее прибором) (режим № 1).

Проверяемое значение, рН	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН				Основная абсолютная погрешность измерения рН, рН
		1	2	3	Среднее	
-2	523,5					
0	407,2					
2	290,8					
4	174,5					
6	58,2					
7	0					
8	-58,2					
10	-174,5					
12	-290,8					
14	-407,2					
16	523,5					
18	639,8					
20	756,1					

Основная абсолютная погрешность измерения рН не должна превышать 0,02 рН.

Таблица Б.2 - Основная абсолютная погрешность измерения рН в составе с рН электродом (режим № 1).

Проверяемое значение, рН	Показание прибора, рН				Основная абсолютная погрешность измерения рН, рН
	1	2	3	Среднее.	
4,01					

Основная абсолютная погрешность измерения рН прибором в составе с рН электродом не должна превышать 0,05 рН.

4 Основная абсолютная погрешность измерения Eh.

Результаты измерения Eh приведены в таблице Б.3

Таблица Б.3 - Основная абсолютная погрешность измерения Eh

Проверяемое значение, мВ	Показание прибора, мВ				Основная абсолютная погрешность измерения Eh, мВ
	1	2	3	Среднее	
-1500					
-750,0					
-375,0					
-187,5					
-93,7					
46,9					
0					
46,9					
93,7					
187,5					
375,0					
750,0					
1500					

Основная абсолютная погрешность прибора при измерении Eh не должна превышать:

± 1 мВ в диапазоне от минус 999,9 мВ до 999,9 мВ;

± 2 мВ в диапазоне от минус 1500 до минус 1000 мВ и от 1000 мВ до 1500 мВ.

5 Основная относительная погрешность прибора при измерении концентрации нитрат-ионов.

Таблица Б.4 - Основная относительная погрешность прибора при измерении концентрации нитрат-ионов.

Проверяемое значение, мг/дм ³	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, мг/кг				Основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов, %
		1	2	3	Среднее	
31000	259,9					
9800	289,0					
3100	318					
980	376,3					
310	405,4					
98	492,7					
31						

Основная относительная погрешность прибора при измерении концентрации нитрат-ионов не должна превышать 5 %.

Таблица Б.5 - Основная относительная погрешность прибора при измерении концентрации нитрат-ионов в составе с нитрат-селективным электродом.

Проверяемое значение, мг/дм ³	Показание прибора, мг/дм ³				Основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов, %
	1	2	3	Среднее	
5000					
200					
10					

Основная относительная погрешность прибора при измерении концентрации нитрат-ионов в составе с нитрат-селективным электродом не должна превышать 16 %.

6 Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи измерительного электрода при измерении рХ (рН)

Таблица Б.6 - Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи измерительного электрода при измерении рН (режим № 1).

Сопротивление в цепи электрода, МОм	Проверяемое значение, рН					
	-2			20		
	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН
0	407,2			-407,2		
1000	407,2			-407,2		

Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи измерительного электрода не должна превышать 0,5 предела основной погрешности измерения рН.

7 Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи вспомогательного электрода при измерении рХ (рН).

Таблица Б.7 - Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи вспомогательного электрода при измерении рН (режим № 1).

Сопротивление в цепи электрода, кОм	Проверяемое значение рН					
	-2			20		
	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН
0	407,2			-407,2		
20	407,2			-407,2		

Дополнительная погрешность прибора от влияния изменения сопротивления в цепи вспомогательного электрода не должна превышать 0,5 предела основной погрешности измерения рН.

8 Дополнительная погрешность прибора от влияния температуры контролируемых растворов.

Таблица Б.8 - Дополнительная погрешность прибора от влияния температуры контролируемых растворов (режим №1).

Температура контролируемого раствора, °С	Проверяемое значение, рН					
	-2			20		
	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность, рН	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, рН	Дополнительная погрешность рН
0	379,4			- 379,4		
20	407,2			- 407,2		
40	434,9			- 434,9		
60	462,7			- 462,7		
80	490,6			- 490,6		
100	518,3			- 518,3		

Дополнительная погрешность прибора от влияния температуры контролируемых растворов не должна превышать 1,5 предела основной погрешности измерения рН.

9 Основная абсолютная погрешность измерения температуры.

Таблица Б.9 - Основная абсолютная погрешность измерения температуры

Проверяемые отметки, °С	Показание эталонного термометра, °С	Показание прибора, °С	Основная абсолютная погрешность, °С
25			
50			
75			

Основная абсолютная погрешность при измерении температуры не должна превышать $\pm 0,2$ °С.

10 Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания

Таблица Б.10 - Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания при питании от сети переменного тока 220 В 50 Гц.

Проверяемое значение	Измеряемый параметр	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Напряжение питания, В				
			220	187		242	
			Показание прибора	Показание прибора	Дополнительная погрешность	Показание прибора	Дополнительная погрешность
-2 рН 20 рН	рН	407,2 - 407,2					
-2 рН 20 рН	рН	407,2 - 407,2					
31000 мг/кг 3,1 мг/кг	Концентрация нитрат-ионов	259,9 492,6					
-1500 мВ 1500 мВ	Eh	-1500 1500					
25 °С 75 °С	T раствора	-					

Таблица Б.11 - Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания при питании от батареи гальванических элементов.

Проверяемое значение	Измеряемый параметр	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Напряжение питания, В				
			2,6	3		3,6	
			Показание прибора	Показание прибора	Дополнительная погрешность	Показание прибора	Дополнительная погрешность
-2 рН 20 рН	рН	407,2 - 407,2					
-2 рН 20 рН	рН	407,2 - 407,2					
31000 мг/кг 3,1 мг/кг	Концентрация нитрат-ионов	259,9 492,6					
-1500 мВ 1500 мВ	Eh	-1500 1500					
25 °С 75 °С	T _{раствора}	-					

Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания не должна превышать 0,5 предела основной погрешности измерения соответствующего параметра.

11 Время прогрева прибора и нестабильность показаний.

Таблица Б.12 - Время прогрева прибора и нестабильность показаний при измерении Eh.

Время считывания показаний (после включения прибора)	Проверяемое значение Eh, мВ			
	1500		-1500	
	Показание прибора, мВ	Нестабильность показаний, мВ	Показание прибора, мВ	Нестабильность показаний, мВ
Через 10 мин. Через 8 часов				

Таблица Б.13 - Время прогрева прибора и нестабильность показаний при измерении температуры.

Время считывания показаний (после включения прибора)	Проверяемое значение имитируемой температуры, °С			
	0		100	
	Показание прибора, °С	Нестабильность показаний, °С	Показание прибора, °С	Нестабильность показаний, °С
Через 10 мин. Через 8 часов				

Время прогрева не должно превышать 10 мин.

Нестабильность показаний не должна превышать значения основной погрешности измерения соответствующего параметра.

12 Время установления показаний при измерении Eh _____ с.

Время установления показаний при измерении Eh не должно превышать 10 с.

13 Время измерения концентрации нитрат-ионов _____ с.

Время измерения концентрации нитрат-ионов не должно превышать 16 с.

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Дата поверки _____ 20 __ г.

Поверитель _____ / _____ /
подпись расшифровка подписи

ПРИЛОЖЕНИЕ В (Обязательное)

Проверка программного обеспечения (ПО)

В.1 Проверка встроенного ПО

Проверка проводится для подтверждения соответствия встроенного программного обеспечения (ПО) прибора зафиксированному при испытаниях в целях утверждения типа средства измерений.

Проверку встроенного ПО проводят путем проверки его целостности и определения номера версии программы управления микроконтроллера прибора. Заключение о целостности встроенного ПО делают после визуального осмотра прибора и установления целостности пломбы (наклейки) изготовителя, нанесенной на корпус (6.1.1).

Для отображения номера версии встроенного ПО на табло прибора необходимо выполнить следующие действия:

- выключить прибор нажатием кнопки ВКЛ/ОТКЛ (если прибор был включен);
- нажать и удерживать кнопку «▶» на лицевой панели прибора;
- удерживая кнопку «▶», нажать кнопку ВКЛ/ОТКЛ, после чего раздается звуковой сигнала кнопку ВКЛ/ОТКЛ;
- после звукового сигнала отпустить, продолжая удерживать кнопку «▶», при этом на табло прибора должен отобразиться номер версии ПО. «Н 22.02»; информация сохраняется на табло до тех пор, пока удерживается в нажатом состоянии кнопка «▶».

(кроме номера версии отображается заводской номер прибора)

В.2 Проверка автономного ПО (сервисной программы «Нитрон SUP»)¹

Проверку автономного ПО проводят путем определения номера версии и цифрового идентификатора исполняемого файла сервисной программы «Нитрон SUP».

Номер версии исполняемого файла «IonSerialLog_v002.exe» сервисной программы «Нитрон SUP» определяется средствами операционной системы Windows XP при отображении свойств требуемого файла.

Вид окна «Свойства» для исполняемого файла «IonSerialLog_v002.exe» приведен на рисунке В.1.

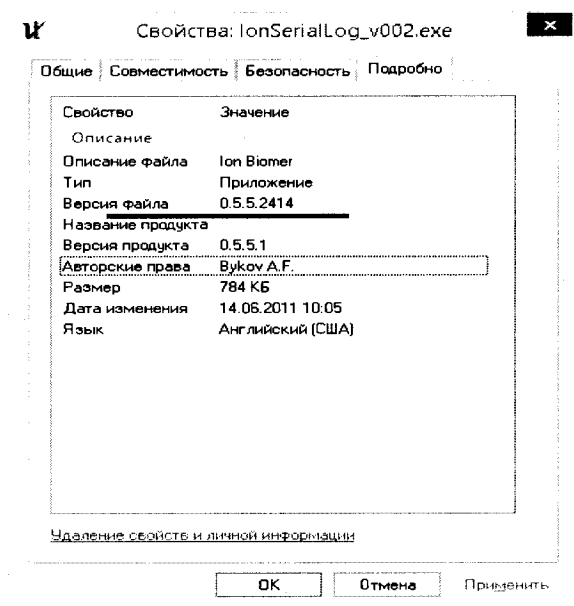


Рисунок В.1 – Отображение номера версии сервисной программы «Нитрон SUP» контрольной суммы исполняемого файла

Окно «Свойства» открывается при указании на требуемый файл курсором и нажатии на правую кнопку компьютерного манипулятора («мыши»). Номер версии сервисной программы «Нитрон SUP» отображается в поле «версия файла» («0.5.5.2414»).

Цифровой идентификатор автономного ПО определяют путем расчета контрольной суммы исполняемого файла «IonSerialLog_v002.exe» сервисной программы «Нитрон SUP», по алгоритму md5 при помощи программы (утилиты) «WinMD5 free», находящейся в свободном доступе сети Internet (сайт www.winmd5.com).

Для расчета цифрового идентификатора необходимо выполнить следующие операции:

- запустить программу «WinMD5 free» (вид окна программы приведен на рисунке Г.2);
- нажать кнопку «Browse» и в появившемся диалоговом окне «Открыть» указать путь к расположению исполняемого файла «IonSerialLog_v002.exe». После выбора файла программа автоматически произведет расчет контрольной суммы. Результат будет отражен в поле «Current file MD5 checksum value:».

Цифровой идентификатор должен соответствовать указанному на рисунке Г.2: d1942313c2b07e96ef7c86fb4144b68e.

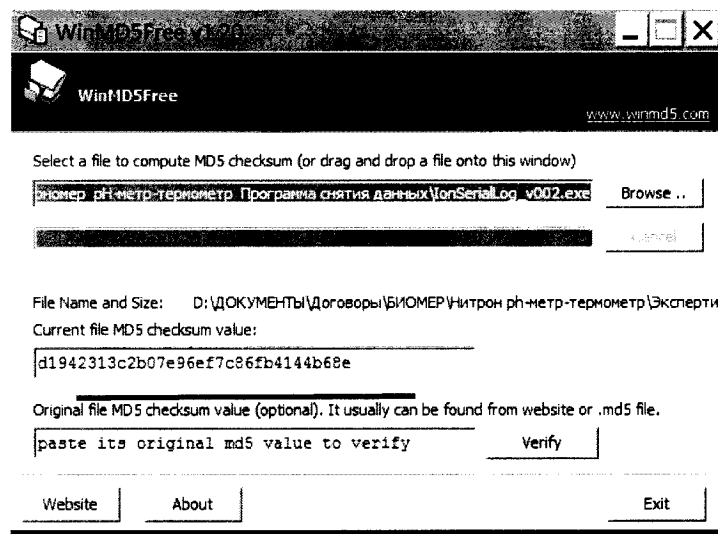


Рисунок В.2 - Результат расчета контрольной суммы исполняемого файла сервисной программы «Нитрон SUP»

Результат проверки считать положительным если целостность пломбы не нарушена, номер версии встроенного ПО не ниже «Н 22.02», а идентификационные данные автономного ПО соответствует приведенным на рисунках В.1, В.2.

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ГЦИ СИ ФГУП «СНИИМ»

 В.И. Евграфов

20 " февраля 2010 г.



Иономер НИТРОН 02

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

ИНК 302.00.000 МП

С ИЗМЕНЕНИЕМ №1,
утвержденным
ГЦИ СИ «ФГУП СНИИМ»
20 октября 2014 года

г. Новосибирск
2010 г.

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на иономеры НИТРОН 02 предназначенный для измерения концентрации нитрат-ионов, температуры в жидких средах и устанавливает методы и средства его первичной и периодической эксплуатации поверок.

Периодичность поверки - один раз в год.

Поверка прибора проводится органами метрологической службы, аккредитованными на право поверки в установленном порядке.

1 Операции поверки

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

1.2 Определение основной относительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов (6.3.3) допускается проводить по 6.3.3.1 или 6.3.3.2.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта МП	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Проверка программного обеспечения	6.3.6	Да	Нет
Опробование	6.2	Да	Да
Определение времени измерения концентрации нитрат-ионов	6.3.1	Да	Нет
Определение основной относительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов	6.3.3	Да	Да
Определение основной абсолютной погрешности измерения температуры	6.3.2	Да	Да
Определение дополнительной погрешности от влияния напряжения питания	6.3.4	Да	Нет
Определение нестабильности показаний	6.3.5	Да	Нет

2 Средства поверки

2.1 Средства измерений, используемые при поверке должны быть поверены в установленном порядке.

2.2 Перечень оборудования и средств измерений, используемых при поверке, приведен в таблице 2.

2.3 Оборудование, приведенное в таблице 2, может быть заменено аналогичным, обеспечивающим определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

Имитатор электродной системы (далее имитатор) может быть заменен системой из двух резисторов, имитирующих сопротивление электродов, а компаратор напряжения (далее компаратор) – цифровым вольтметром постоянного тока.

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип средств поверки	Основные технические характеристики
6.2; 6.3.3.1; 6.3.4 - 6.3.5	Компаратор напряжения Р3003	Диапазон измерения от 0 до 2,1 В, класс точности 0,02
6.2; 6.3.3.1; 6.3.4 - 6.3.5	Вольтметр В7-46	Диапазон измерения напряжения от 0 до 2 В, класс точности 0,02
6.3.4.2	Вольтметр В7-21А	Диапазоны измерения: напряжений от 0 до 500 В; токов от 10^{-3} до 1 А. Класс точности 0,2
6.2; 6.3.3.1; 6.3.4 - 6.3.5	Магазин сопротивлений Р33	Класс точности 0,2 предел измерений 10^4 Ом
6.3.4.1	Лабораторный автотрансформатор РНО – 250 - 05	Диапазон напряжений от 0 до 250 В, мощность нагрузки 0,5 кВт
6.3.4.2	Источник питания постоянного тока Б5-47	Рабочий ток до 5А, диапазон напряжений от 0 до 29,9 В
6.3.1	Секундомер СОПСпр-2а-3;	ТУ 25-1819.0021-90
6.3.2	Термостат жидкостный VT18-1	Диапазон поддерживаемой температуры от 20 °С до 100 °С Точность поддержания температуры $\pm 0,1$ °С
6.3.2	Термометр ЛТ-300	Диапазон измерения температуры от 0 до 100 °С цена деления от 0,01 °С
6.3.3.2	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
6.3.3.2	Квасцы алюмокалиевые, ч. д. а.	ГОСТ 4329
6.3.3.2	Калий азотнокислый, х. ч.	ГОСТ 4217

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки необходимо соблюдать “Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем”, “Правила эксплуатации электроустановок потребителем” а также требования ГОСТ 12.2.007.0 «Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

4 Условия поверки

4.1 Испытания проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха плюс (20 ± 2) °С
- относительная влажность воздуха не более 80%;
- атмосферное давление от 86 до 106 кПа;
- напряжение питания сети переменного тока (220 ± 10) В, $(50 \pm 0,5)$ Гц;

5 Подготовка к поверке

5.1 Для проведения поверки необходимо собрать стенд в соответствии со схемами, приведенными в приложении А: рисунок А.1 с использованием имитатора и компаратора или рисунок А.2 с использованием системы резисторов и цифрового вольтметра.

В случае использования системы резисторов и цифрового вольтметра имитацию установки напряжения на выходе электродной системы проводить путем вращения резистора R1 (рисунок А.2), величину напряжения измерять цифровым вольтметром,

скачкообразное изменение напряжения обеспечить путем замыкания (от ± 1500 мВ до $0,0$ мВ) или размыкания (от $0,0$ мВ до ± 1500 мВ) тумблера SA1 (рисунок А.2), имитацию изменения сопротивлений электродов проводить путем подсоединения или отсоединения резисторов R4 и R5 (рисунок А.2), при этом резистор R5 следует подсоединять между разъемом ВСП. прибора и клеммой «-» выхода «Евн» источника ЭДС, а резистор R4 – между разъемом ИЗМ. прибора и клеммой «+» выхода «Евн» источника ЭДС (рисунок А.2).

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемого иономера НИТРОН 02 следующим требованиям:

- комплектность (без запасных частей) – в соответствии с паспортом;
- прибор должен быть чистым, без следов коррозии;
- надписи и маркировки, нанесенные на корпус преобразователя измерительного (далее прибора) должны быть четкими и содержать следующую информацию: условное обозначение прибора; товарный знак предприятия- изготовителя; порядковый номер по системе нумерации предприятия - изготовителя; обозначение органов управления.
- прибор не должен иметь внешних повреждений (разбитое стекло на передней панели, расшатанные или поврежденные гнезда, кнопки и т.д.), должна быть сохранена целостность пломбы (наклейки), нанесенной на корпус прибора.

6.1.2 Результат операции поверки считать положительным, если комплектность соответствует указанной в паспорте и не выявлено внешних повреждений прибора.

В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.2 Опробование

6.2.1 Установить батареи гальванических элементов в отсек на задней панели прибора или соединить разъем преобразователя статического из комплекта поставки (далее источник питания) с разъемом ИСТОЧНИК ПИТАНИЯ прибора и подключить источник питания к сети 220 В.

6.2.2 Включить прибор нажатием кнопки ВКЛ/ОТКЛ на лицевой панели и выдержать его во включенном состоянии не менее 10 минут.

6.2.3 Провести опробование в режиме измерения концентрации нитрат-ионов в следующем порядке.

Подключить (если они не подключены) клеммы «+» и «-» компаратора к гнездам ИЗМ. и ВСП. прибора соответственно.

Установить кнопками «◀» или «▶» режим измерения концентрации нитрат-ионов (режим «№ 7», отображается в нижней части табло)

Установить имитируемое значение температуры ($20,0 \pm 0,1$) °С путем изменения величины сопротивления магазина сопротивлений от 1060 до 1100 Ом.

Установить размерность «мг/кг» кнопкой РАЗМЕРНОСТЬ.

Установить значение рХи равным 0,00 рН путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку «рНи»;
- набрать значение 0,00 на цифровой клавиатуре и вновь нажать кнопку «рНи»;

Провести градуировку прибора путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- установить число стандартов «2» кнопками «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- установить на выходе компаратора величину напряжения 434,5 мВ (имитация раствора сравнения № 1 (4,00 рХ);
- после установления показаний нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- установить на выходе компаратора величину напряжения 259,9 мВ (имитация раствора сравнения № 2 (1,00 рХ);
- после установления показаний нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;

Установить на выходе компаратора величину напряжения 318,0 мВ, после установления показаний считать измеренное значение с табло прибора.

Показания прибора должны соответствовать (3100 ± 150) мг/кг.

6.2.4 Результат операции поверки считать положительным при условии выполнения операций 6.2.1 - 6.2.3. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3 Определение метрологических характеристик.

6.3.1 Определение времени измерения концентрации нитрат-ионов

Определение времени измерения концентрации нитрат-ионов провести в указанной далее последовательности.

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам прибора ИЗМ. и ВСП. соответственно.

Подключить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР.

Установить на приборе режим измерения концентрации нитрат-ионов (режим «№ 5»).

Установить на выходе компаратора напряжение 0,0 мВ и отсоединить штекер от гнезда ИЗМ. прибора.

Установить на выходе компаратора напряжение 500 мВ и подсоединить штекер к гнезду ИЗМ. прибора.

Зафиксировать временной интервал (время измерения концентрации нитрат-ионов) при помощи секундомера от момента подсоединения штекера к разъему ИЗМ. прибора до момента отображения на табло прибора измеренного значения концентрации нитрат-ионов.

Результат операции поверки считать положительным, если время установления показаний при измерении концентрации нитрат-ионов не превышает 16 с. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают

6.3.2 Определение, основной абсолютной погрешности при измерении температуры

Определение диапазона, основной абсолютной погрешности и дискретности отсчета цифровой индикации при измерении температуры провести в указанной далее последовательности.

Отсоединить от прибора магазин сопротивлений (если он был подсоединен) и подсоединить термокомпенсатор к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР.

Установить на приборе режим измерения «№ 1».

Погрузить эталонный термометр и термокомпенсатор в термостат с интенсивно перемешиваемой водой температурой (25 ± 5) °С на глубину не менее 50 мм. После стабилизации показаний, зафиксировать температуру на термометре и на табло прибора..

Провести аналогичные измерения при температуре воды (50 ± 5) °С и (75 ± 5) °С.

Определить основную абсолютную погрешность измерения температуры по формуле (1):

$$\Delta = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт}} \quad (1)$$

где

Δ - основная абсолютная погрешность измерения температуры, °С

$t_{\text{изм}}$ - значение температуры воды, считанное с табло прибора, °С

$t_{\text{эт}}$ - значение температуры воды, измеренное эталонным термометром, °С

Результат операции поверки считать положительным если основная абсолютная погрешность при измерении температуры не превышает 0,2 °С. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.3 Определение основной относительной погрешности при измерении концентрации нитрат-ионов

6.3.3.1 Определение основной относительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов прибором провести в указанной далее последовательности (при имитации раствора).

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам прибора ИЗМ и ВСП. соответственно.

Установить на приборе режим измерения концентрации нитрат-ионов (режим «№ 7»).

Установить имитируемое значение температуры (20,0 ± 0,1) °С путем изменения величины сопротивления магазина сопротивлений от 1060 до 1100 Ом.

Установить размерность «мг/кг» кнопкой РАЗМЕРНОСТЬ.

Установить значение рХи равным 0,00 рН путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку «рНи»;
- набрать значение 0,00 на цифровой клавиатуре и вновь нажать кнопку «рНи»;

Устанавливать на компараторе напряжения в соответствии с таблицей 3 и, после установления показаний, считывать с табло прибора измеренные значения концентрации нитрат-ионов.

Таблица 3 - Значения напряжение на выходе компаратора в зависимости от имитируемого значения концентрации нитрат-ионов.

Концентрация нитрат-ионов при установленной степени разведения 1:5, мг/кг	Температура раствора, °С			
	10	20	30	40
	Значение напряжения, мВ			
31000	257,9	259,9	261,9	263,9
9800	286,0	289,0	292,9	295,0
3100	314	318	322	326
980	342,2	347,2	352,2	357,1
310	370,3	376,3	382,3	388,2
98	398,5	405,4	412,3	419,3
31	426,6	434,5	442,4	450,4
9,8	454,7	463,6	472,5	481,5
3,1	482,8	492,7	502,6	512,6

Определить основную относительную погрешность измерения концентрации нитрат-ионов по формуле (2):

$$\delta_0 = \frac{\hat{E}_1 - K_{\text{NO}_3}}{K_{\text{NO}_3}} \cdot 100\% \quad (2)$$

где

δ_0 - основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов, %;

\hat{E}_1 - показание прибора, мг/кг;

K_{NO_3} - значение концентрации нитрат-ионов, приведенное в таблице 3, мг/кг

Результат операции поверки считать положительным, если основная относительная погрешность при измерении концентрации нитрат-ионов не превышает 5 %. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.3.2 Определение диапазона, основной относительной погрешности при измерении концентрации нитрат-ионов прибором в составе с нитрат-селективным электродом провести в указанной далее последовательности.

Отсоединить прибор от измерительной установки и подсоединить нитрат-селективный и вспомогательный хлор-серебряный электроды к разъемам ИЗМ. и ВСП. прибора соответственно.

Установить размерность «мг/кг» кнопкой РАЗМЕРНОСТЬ.

Установить значение рХи равным 0,00 рН путем выполнения следующих операций:

- нажать кнопку «рНи»;
- набрать значение 0,00 на цифровой клавиатуре и вновь нажать кнопку «рНи»;

Подсоединить термокомпенсатор к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора и опустить его в стакан с водой на глубину не менее 20 мм.

Приготовить растворы с содержанием нитрат-ионов 10, 200 и 5000 мг/дм³, в соответствии с указаниями, приведенными в приложении 2 МИ 1990-89. Нитратомеры. Методика поверки.

Приготовить растворы сравнения со значениями концентрации нитрат-ионов 0,1; 0,01; 0,001; 0,0001 моль/дм³, в соответствии с 2.2 ГОСТ 13496. 19-93 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье Методы определения содержания нитратов и нитритов.

Перед проведением градуировки промыть электрод дистиллированной водой (ГОСТ 6709) в течении двух минут, погрузить электрод в раствор сравнения концентрацией 0,01 моль/дм³ и выдержать не менее суток.

Провести градуировку в указанной далее последовательности.

Для проведения градуировки по приготовленным растворам выполнить следующие операции:

Для проведения градуировки по приготовленным растворам выполнить следующие операции:

- установить на приборе режим измерения концентрации нитрат-ионов (режим «№ 5 »);
- промыть электроды дистиллированной водой с двукратной сменой воды, остатки воды удалить с помощью фильтровальной бумаги. Погрузить электроды в раствор сравнения с концентрацией нитрат-ионов 0,0001 моль/дм³ и выдержать до установления показаний прибора, но не менее трех минут;

- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА и установить кнопками «◀» или «▶» число стандартов 4;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА. В левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение $p\text{CNO}_3$ раствора сравнения: «4,00». Если значение отсутствует или не соответствует указанному, установить нужное значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА;
- промыть электроды раствором сравнения с концентрацией нитрат-ионов $0,001 \text{ моль/дм}^3$, погрузить электроды в свежий раствор и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- в левом нижнем окне табло прибора должно отобразиться значение $p\text{CNO}_3$ раствора сравнения: «3,00». Если значение отсутствует или не соответствует указанному, установить нужное значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА.
- промыть электроды раствором сравнения с концентрацией нитрат-ионов $0,01 \text{ моль/дм}^3$, погрузить электроды в свежий раствор и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- в левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение $p\text{CNO}_3$ раствора сравнения «2,00». Если значение отсутствует или не соответствует указанному, установить нужное значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА.
- промыть электроды раствором сравнения с концентрацией нитрат-ионов $0,1 \text{ моль/дм}^3$, погрузить электроды в свежий раствор и выдержать его до установления показаний прибора, но не менее трех минут;
- в левой нижней части табло прибора должно отобразиться значение $p\text{CNO}_3$ раствора сравнения «1,00». Если значение отсутствует или не соответствует указанному, установить нужное значение при помощи кнопок «◀» или «▶»;
- нажать кнопку ГРАДУИРОВКА (после нажатия кнопки прозвучит звуковой сигнал, означающий завершение градуировки прибора).

Провести измерения концентрации нитрат-ионов в растворах с содержанием нитрат-ионов 10, 200 и 5000 мг/дм^3 . Измерения начинать с раствора меньшей концентрации.

ВНИМАНИЕ: ПОСЛЕ КАЖДОГО ИЗМЕРЕНИЯ ПРОМЫВАТЬ ЭЛЕКТРОДЫ РАСТВОРОМ, НА КОТОРОМ ПРЕДПОЛАГАЕТСЯ ПРОВОДИТЬ ИЗМЕРЕНИЯ.

При отличии измеренных значений концентрации нитрат-ионов от значений концентрации измеряемых растворов сравнения более чем на 16 % следует повторить градуировку и измерения.

Определить основную относительную погрешность измерения концентрации нитрат-ионов по формуле (2), принимая в качестве значения K_{NO_3} значение концентрации нитрат-ионов измеряемого раствора сравнения.

Результат операции поверки считать положительным, если основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов в составе с нитрат-селективным не превышает 16 %. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.4 Определение дополнительной погрешности от влияния напряжения питания

Примечание. Если данная операция поверки проводится после проведения поверки по 6.3.3.2, то необходимо предварительно выполнить процедуры, указанные в 6.2.3.

6.3.4.1 Определение дополнительной погрешности измерения соответствующего параметра при изменении напряжения питания от 187 до 242 В провести в указанной далее последовательности (при питании от сети переменного тока частотой 50 Гц через внешний источник питания из комплекта прибора).

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам ИЗМ. и ВСП. прибора соответственно на лицевой панели прибора.

Подсоединить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора.

Установить с помощью лабораторного автотрансформатора напряжение сети переменного тока 220 В.

Провести измерения в соответствии с 6.3.2, 6.3.3.1.

Значения имитируемой температуры (при измерении температуры) устанавливать с помощью магазина сопротивлений.

Измерения проводить в крайних точках рабочего диапазона.

Повторить измерения, устанавливая с помощью лабораторного автотрансформатора, напряжение сети переменного тока 187 и 242 В.

Определить дополнительные погрешности от влияния отклонения напряжения питания при изменении напряжения питания от 187 до 242 В при питании от сети переменного тока частотой 50 Гц по формулам (3), (4):

при измерении концентрации нитрат-ионов:

$$\delta_0 = \frac{K_1 - K_2}{K_{\text{NO}_3}} \cdot 100\% \quad (3)$$

при измерении температуры:

$$\Delta = K_1 - K_2 \cdot \quad (4)$$

где:

δ_0 - значение дополнительной погрешности измерения концентрации нитрат-ионов при воздействии влияющего фактора, %

Δ - значение дополнительной погрешности измерения температуры при воздействии влияющего фактора,

K_1 - показание прибора, полученное при воздействии влияющего фактора;

K_2 - показание прибора, полученное в условиях определения основной погрешности.

K_{NO_3} - значение концентрация нитрат-ионов, приведенное в таблице 3, мг/кг;

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность от влияния напряжения питания составляет не более 0,5 от основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.4.2 Определение дополнительной погрешности измерения соответствующего параметра при изменении напряжения питания от 2,6 до 3,6 В провести в указанной далее последовательности (при питании от батареи гальванических элементов).

Установить величину напряжения источника питания постоянного тока равной 3 В.

Отсоединить преобразователь статический от разъема ИСТОЧНИК ПИТАНИЯ и подсоединить источник питания постоянного тока к клеммам «+3 В» и «-3 В» отсека для

установки гальванических элементов прибора. Включить прибор при помощи кнопки ВКЛ.

Провести измерения величины температуры контролируемого раствора и концентрации нитрат-ионов в соответствии с 6.3.2, 6.3.3.1.

Измерения проводить в следующих точках диапазона: в режиме измерения температуры – при температурах раствора (25 ± 5) °С и (75 ± 5) °С; в режиме измерения концентрации нитрат-ионов – в крайних точках рабочего диапазона. Значения температуры устанавливать с помощью магазина сопротивлений.

Повторить измерения при напряжении источника питания 2,6 и 3,6 В.

Значение дополнительной погрешности от влияния напряжения питания определяют по формулам (3), (4).

После проведения измерений установку восстановить в соответствии с используемой схемой (рисунки А.1 или А.2).

Результат операции поверки считать положительным, если дополнительная погрешность от влияния напряжения питания не превышает 0,5 пределов от основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.5 Определение нестабильности показаний прибора

Примечание. Если данная операция поверки проводится после проведения поверки по 6.3.3.2, то необходимо предварительно выполнить процедуры, указанные в 6.2.3.

Определение нестабильности показаний прибора провести в указанной далее последовательности.

Подключить клеммы компаратора «+» и «-» к гнездам ИЗМ. и ВСП. соответственно на лицевой панели прибора.

Подсоединить магазин сопротивлений к разъему ТЕРМОКОМПЕНСАТОР прибора.

Провести измерения в соответствии с 6.3.2 и 6.3.3.1 через 10 минут и через 8 часов после включения прибора.

Измерения имитируемой температуры раствора (25 ± 5) °С и (75 ± 5) °С проводить устанавливая температуру путем изменения сопротивления магазина сопротивлений, подключенного ко входу ТЕРМОКОМПЕНСАТОР поверяемого прибора.

Значение нестабильности показаний при измерении температуры определить как максимальное отклонение измеренного значения, зафиксированного через 8 часов после включения прибора от значения, зафиксированного через 10 мин после включения прибора.

Значение нестабильности показаний при измерении концентрации нитрат-ионов определить по формуле (5).

$$N = \frac{K_1 - K_2}{K_2} \cdot 100\% \quad (5)$$

где

N – значение нестабильности показаний прибора при измерении концентрации нитрат-ионов, %;

K_1 – показание прибора через 8 часов после включения прибора, мг/кг;

K_2 – показание прибора через 10 минут после включения прибора, мг/кг

Результат операции поверки считать положительным, если нестабильность показаний поверяемого прибора не превышает основной погрешности измерений соответствующего параметра. В противном случае прибор бракуют и к дальнейшей поверке не допускают.

6.3.6 Проверка программного обеспечения.

Порядок проверки программного обеспечения приведен в приложении В.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При выполнении операций поверки результаты измерений, заносят в протокол. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении В.

7.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с ПР 50.2.006-94. На оборотной стороне свидетельства о поверке указывают информацию, о том, что поверка выполнена в соответствии с настоящей методикой поверки.

7.3 При отрицательных результатах поверки оформляют извещение о непригодности в соответствии ПР 50.2.006-94.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(Обязательное)

Схемы стенда для поверки прибора

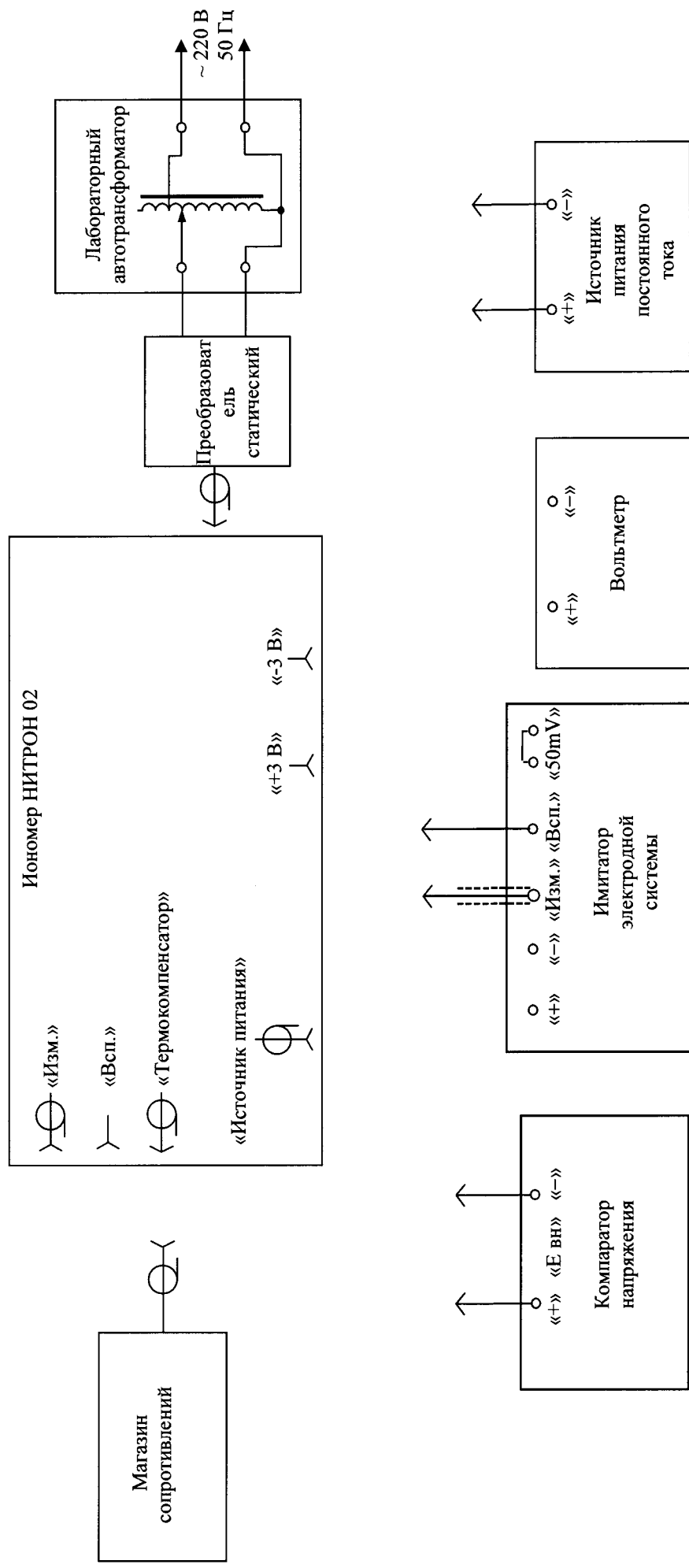


Рисунок А.1 – Схема с использованием имитатора электродной системы и компаратора напряжения

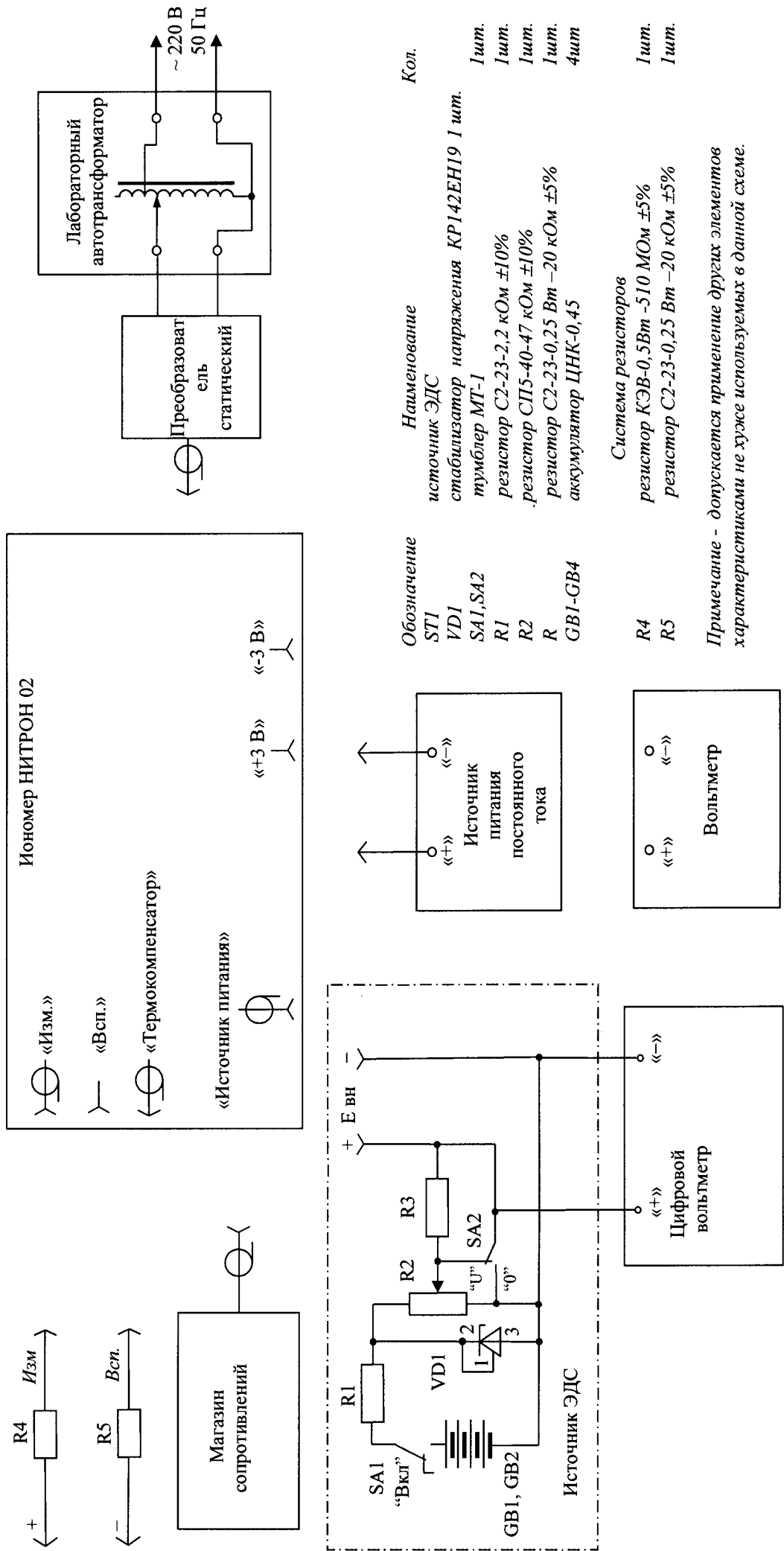


Рисунок А.2 - Схема стенда с использованием системы резисторов и цифрового вольтметра

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Протокол №

Тип _____

Заводской № _____

Предприятие-изготовитель _____

Представлен _____

Средства поверки _____
тип, разряд, заводской номер применяемых средств измерений

срок действия и номер свидетельства о поверке (калибровке)

Условия проведения поверки

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 86 до 106 кПа;
- напряжение питания сети переменного тока (220 ± 10) В, $(50 \pm 0,5)$ Гц;
- измерительная схема должна быть надежно заземлена.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование _____

3 Основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов преобразователем измерительным иономером НИТРОН 02 (далее прибором).

Таблица Б.1 - Основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов преобразователем измерительным НИТРОН 02 (далее прибором).

Проверяемое значение, мг/дм ³	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Показание прибора, мг/кг				Основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов, %
		1	2	3	Среднее	
31000	259,9					
9800	289,0					
3100	318					
980	376,3					
310	405,4					
98	492,7					
31						

Основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов прибором не должна превышать 5 %.

Таблица Б.2 - Основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов прибором в составе с нитрат-селективным электродом.

Проверяемое значение, мг/дм ³	Показание прибора, мг/дм ³				Основная относительная погрешность измерения концентрации нитрат-ионов, %
	1	2	3	Среднее	
5000					
200					
10					

Основная относительная погрешность прибора при измерении концентрации нитрат-ионов прибором в составе с нитрат селективным электродом не должна превышать 16 %.

4 Основная абсолютная погрешность измерения температуры.

Таблица Б.3 - Основная абсолютная погрешность измерения температуры

Проверяемые отметки, °С	Показание эталонного термометра, °С	Показание прибора °С	Основная абсолютная погрешность, °С
25			
50			
75			

Основная абсолютная погрешность при измерении температуры не должна превышать $\pm 0,2$ °С.

5 Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания

Таблица Б.4 - Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания (при питании от сети переменного тока 220 В 50 Гц через источник питания из комплекта прибора)

Проверяемое значение	Измеряемый параметр	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Напряжение питания, В				
			220	187		242	
			Показание прибора	Показание прибора	Дополнительная погрешность	Показание прибора	Дополнительная погрешность
31000 мг/кг	Концентрация нитрат-ионов	259,9					
3,1 мг/кг		492,6					
25 °С	Т _{раствора}	-					
75 °С							

Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания не должна превышать 0,5 предела основной погрешности измерения соответствующего параметра.

Таблица Б.5 - Дополнительная погрешность прибора от влияния напряжения питания (при питании от батареи гальванических элементов).

Проверяемое значение	Измеряемый параметр	Значение ЭДС на выходе компаратора, мВ	Напряжение питания, В				
			2,6	3		3,6	
			Показание прибора	Показание прибора	Дополнительная погрешность	Показание прибора	Дополнительная погрешность
31000 мг/кг	Концентрация нитрат-ионов	259,9					
3,1 мг/кг		492,6					
25 °С 75 °С	T _{раствора}	-					

6 Время прогрева прибора и нестабильность показаний.

Таблица Б.6 - Время прогрева прибора и нестабильность показаний при измерении концентрации нитрат-ионов.

Время считывания показаний (после включения прибора)	Проверяемое значение концентрации нитрат-ионов, мг/кг			
	31000		3,1	
	Показание прибора, мг/кг	Нестабильность показаний, %	Показание прибора, мг/кг	Нестабильность показаний, %
Через 10 мин. Через 8 часов				

Время прогрева не должно превышать 10 мин.

Таблица Б.7 - Время прогрева прибора и нестабильность показаний при измерении температуры.

Время считывания показаний (после включения прибора)	Проверяемое значение имитируемой температуры, °С			
	0		100	
	Показание прибора, °С	Нестабильность показаний, °С	Показание прибора, °С	Нестабильность показаний, °С
Через 10 мин. Через 8 часов				

Нестабильность показаний не должна превышать значения основной погрешности измерения соответствующего параметра.

7 Время измерения концентрации нитрат-ионов _____ с.

Время измерения концентрации нитрат-ионов не должно превышать 16 с.

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Дата поверки _____ 20__ г.

Поверитель _____ / _____ /
подпись / расшифровка подписи

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(Обязательное)

Проверка программного обеспечения

Проверка программного обеспечения иономера НИТРОН 02, представленного в виде встроенного программного обеспечения процессорного модуля (далее встроенное ПО), проводится для подтверждения соответствия указанного ПО зафиксированному при испытаниях в целях утверждения типа средства измерений.

Проверку встроенного ПО проводят путем проверки его целостности и определения номера версии программы управления микроконтроллера прибора. Заключение о целостности встроенного ПО делают после визуального осмотра прибора и установления целостности пломбы (наклейки) изготовителя, нанесенной на корпус (6.1.1).

Для отображения номера версии встроенного ПО на табло прибора необходимо выполнить следующие действия:

- выключить прибор нажатием кнопки ВКЛ/ОТКЛ (если прибор был включен);
- нажать и удерживать кнопку «▶» на лицевой панели прибора;
- удерживая кнопку «▶», нажать кнопку ВКЛ/ОТКЛ, после чего раздается звуковой сигнал кнопки ВКЛ/ОТКЛ;
- после звукового сигнала отпустить, продолжая удерживать кнопку «▶», при этом на табло прибора должен отобразиться номер версии ПО. «Н 22.02»; информация сохраняется на табло до тех пор, пока удерживается в нажатом состоянии кнопка «▶».

(кроме номера версии отображается заводской номер прибора)