

ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «АНАЛИТПРИБОР-МЕК»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ЗАО «Аналитприбор-Мек»



УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
ЗАО «Национальный институт
метрологии» Республики Армения
А. А. Бабаян



«01» августа 2019 г.

СОЛЕМЕРЫ
«СПИ03, СПИ04»
Методика поверки
АЖУ2.840.031 МИ

2019 г.

Солемеры «СПИ03, СПИ04» (далее солемеры) предназначены для непрерывного измерения массовой концентрации солей (солесодержания) в пересчете на хлорид натрия в водных растворах.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Возможно проведение поверки прибора в уменьшенном диапазоне измерений на основании письменного заявления владельца прибора с обязательным указанием в свидетельстве о поверке объема проведенных работ.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик: - определение основной приведенной погрешности измерений солесодержания.	6.3	Да	Да

При получении отрицательного результата по какой - либо из операций поверка прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяются средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип средства поверки	Обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
5, 6.2, 6.3	Рабочий эталон второго разряда кондуктометр лабораторный КЛ-С-1 (Пер. № 46635-11).	Диапазон измерений УЭП от 0,0001 См/м до 100 См/м, $\delta=0,25\%$
5, 6.2	Тераомметр ТО-3	Номинальное напряжение до 30 В·А от $0,9 \cdot 10^3$ до $1,6 \cdot 10^{15}$ Ом
5,6.2, 6.3	Вольтметр универсальный В7-54М (Пер. № 50973-12)	Диапазон измерений напряжения постоянного тока от 0,1 до 1000 В

5,6.2, 6.3	Источник питания PSW7 30-36	Выходное напряжение до 80 В, ток нагрузки от 7,2 до 100А
5,6.2, 6.3	Лабораторный автотрансформатор ЛАТР-1М	Диапазон регулировки напряжения от 0 до 240 В;
6.2, 6.3	Кондуктометр-солемер МАРК-602 (Рег. № 25807-16)	Диапазон измерений солесодержания в пересчете на хлористый натрий от 0 до 10000 мг/дм ³
6.2, 6.3	Термометр лабораторный ТЛ-4, (рег. № 303-91)	Диапазон измерений (0 - 50) °С, цена деления 0,1 °С
6.2, 6.3	Поверочные растворы натрия хлористого в воде (Приложение А)	Относительная погрешность массовой концентрации ±1 %

Примечание - Допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик сигнализаторов с требуемой точностью, допущенных к применению в Республике Армения и (или) в Российской Федерации.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 К проведению измерений при поверке солемеров и обработке результатов измерений допускаются лица, имеющие достаточную квалификацию и опыт работы в области аналитической химии, прошедшие необходимый инструктаж по технике безопасности.

3.2 При проведении поверки должны соблюдаться требования техники безопасности: при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.4.021-75; при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009 и ГОСТ 12.2.007.0-75.

3.3 При осмотре должны быть приняты меры, предохраняющие открытые приборы от попадания в них пыли и влаги.

3.4 Помещение, в котором осуществляется поверка, должна соответствовать требованиям пожарной безопасности и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 Условия окружающей среды:

- температура окружающего воздуха (25 ± 10) °С;
- относительная влажность (65 ± 15) %;
- атмосферное давление ($0,101 \pm 0,004$) МПа.

4.2 Параметры тока:

- напряжение питания (220/127) В;
- частота тока питания (400/50) Гц.

4.3 Параметры воды:

- температура (20 ± 5) °С;
- давление не более 10 МПа

4.4 Не допускается наличие следующих факторов: вибрация, удары, тряска, посторонние магнитные поля.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Промыть рабочую полость датчика дистиллированной водой, затем тщательно высушить сухим сжатым воздухом. При этом не допускается применение других источников тепла. О чистоте промывки датчика следует судить по сопротивлению его чувствительного элемента или удельной электрической проводимости воды. Сопротивление (удельная электрическая проводимость) чувствительного элемента отмытого датчика при протекании через него воды должно оставаться неизменным в течение одной минуты. В качестве нуля - индикатора использовать кондуктометр лабораторный КЛ-С-1.

5.2 Собрать схему электрическую соединений солемеров, предназначенных для измерения соледержания согласно Приложениям Б.

5.3 Проверить электрическое сопротивление изоляции цепей датчика согласно РЭ (раздел 2.2).

5.4 Проверить электрическое сопротивление изоляции цепей измерительного преобразователя согласно РЭ (раздел 2.2).

5.5 Собрать установку для приготовления поверочных растворов согласно Приложению В (Рис. В1).

Все соединения между элементами установки произвести стеклянными и резиновыми трубками минимальной длины. Все элементы установки и соединительные трубки предварительно обмыть и обезжирить для исключения выделения загрязнений при повышенной температуре.

5.6 Приготовить поверочные растворы, соответствующие верхней и нижней границе, а также середине диапазона измерений поверяемого экземпляра, по методике Приложения А.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

– соответствие комплектности представленного в поверку солемера прилагаемой документации;

– отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность и нормированные метрологические характеристики;

– наличие четких обозначений условного наименования, товарного знака предприятия-изготовителя, номера прибора по системе нумерации предприятия-изготовителя и года выпуска.

6.2 Опробование

6.2.1 Обеспечить полное заполнение водой погружных датчиков, или проток контролируемой воды через проточный датчик, убедиться в отсутствии утечки контролируемой воды.

6.2.2 Подать напряжение питания и прогреть солемеры в течение 2 ч.

Проверить исправность солемеров, для чего подать выпрямленный двухполупериодный ток с частотой пульсации не ниже 100 Гц или постоянный ток напряжением 27 В к зажимам 3с; 4с колодки ХР1 преобразователя ПИН.

При подаче на зажим 4с полярности «плюс» на выходе преобразователя появится сигнал, равный $(50 \pm 10) \%$ от максимального значения выходного напряжения или выходного тока независимо от параметров контролируемой воды в диапазоне измерений.

После чего солемер готов к поверке.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение основной приведенной погрешности измерений соледержания (в пересчете на NaCl).

6.3.1.1 Приготовить поверочный раствор по методике Приложения А с концентрацией, соответствующей (или близкой к) верхней и нижней границе, а также середине диапазона измерений (C , мг/дм³) согласно Таблице 3.

6.3.1.2 Поместить приготовленный раствор в бутылку-смеситель (6 на схеме Приложения В, рис. В1) и с помощью насоса прогнать через датчик проточного типа по замкнутому контуру. Датчики погружного исполнения предварительно поместить в сосуд, вход и выход которого подключить к трубопроводу контура. Заданное значение соледержания контролируется кондуктометром-солемером МАРК-602. При этом следует выбирать такое исполнение кондуктометра, погрешность которого меньше погрешности поверяемого прибора в 2 и более раз.

Для поддержания постоянной температуры раствор пропустить через термостат, установленный перед датчиком, контролировать температуру раствора на входе и выходе датчика.

Диапазоны измерений соледержания приведены в табл. 3

Таблица 3

Тип датчика	Значение постоянной датчика ДСВ (К, м ⁻¹)	Диапазон измерений соледержания (С, мг/дм ³)
20 и 24	0,2	от 1 до 10; от 4 до 40
21 и 25	2	от 2 до 20; от 4 до 40
22 и 26	20	от 10 до 100; от 40 до 400
23 и 27	200	от 100 до 1000; от 400 до 4000

6.3.1.3 Зафиксировать значение соледержания C , мг/дм³ с помощью кондуктометра-солемера МАРК-602 и показания выходной величины солемера.

Рассчитать измеренное значение соледержания ($C_{и}$, мг/дм³), по формулам (1) и (2).

Для солемера с выходным сигналом в виде постоянного напряжения от 0 до 1 В (СПИ03)

$$C_{и} = \frac{U}{1} \cdot C_{диап.} + C_{н.пр.}, \quad (1)$$

Для солемера с выходным сигналом в виде постоянного напряжения от 0 до 10 В (СПИ04)

$$C_{и} = \frac{U}{10} \cdot C_{диап.} + C_{н.пр.}, \quad (2)$$

где: U – измеренное значение выходного напряжения преобразователя, В;
 $C_{н.пр.}$ - нижний предел диапазона измерений соледержания, мг/дм³.

6.3.1.4 На основании полученных показаний солемера определить основную при-

веденную погрешность измерений солесодержания ($\gamma_{\text{осн.}}$, %) по формуле (3).

$$\gamma_{\text{осн.}} = \frac{C_{\text{и}} - C}{C_{\text{в.пр}}} \cdot 100, \quad (3)$$

где: $C_{\text{и}}$ – значение солесодержания, измеренное (или рассчитанное по выходной характеристике) с помощью солемера, мг/дм³;

C – значение солесодержания, измеренное с помощью кондуктометра-солемера МАРК-602, мг/дм³;

$C_{\text{в.пр}}$ – верхний предел диапазона измерений солесодержания, мг/дм³.

6.3.1.5 Солемер считается прошедшим поверку по данному параметру, если значение $\gamma_{\text{осн.}}$ не превышает пределов, указанных в Приложении Г.

7. Оформление результатов поверки

7.1 Оформить результаты поверки протоколом по форме, приведенной в приложении Д.

7.2 Положительные результаты поверки солемеров оформляют свидетельством о поверке в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 1815 от 2 июля 2015 г. или вносят запись в паспорт солемеров. Знак поверки наносят на свидетельство о поверке или на паспорт солемеров.

7.3 Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие хотя бы по одному из пунктов настоящей методики.

7.4 Отрицательные результаты поверки оформляют выдачей извещения о непригодности.

Приложение А

Методика приготовления поверочных растворов натрия хлористого

1. Назначение и область применения методики

Методика устанавливает порядок приготовления поверочных растворов натрия хлористого с солесодержанием от 1,0 до 4000 мг/дм³ для поверки солемеров «СПИ03, СПИ04».

2. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий пределы допускаемой относительной погрешности массовой концентрации поверочных растворов не превышают $\pm 1,0\%$

3. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

3.1 Средства измерений

- весы лабораторные с максимальным пределом взвешивания не более 150 г, класс точности высокий (II) по ГОСТ Р 53228-2008, пределы допускаемой погрешности не более $\pm 1,0$ мг;

- колбы мерные 1-500-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770-74;

- пипетки с одной отметкой 1-2-1, 2-2-2, 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100, 2-2-200 по ГОСТ 29169-91;

- цилиндры мерные 1-10-2, 1-25-2, 1-50-2 по ГОСТ 1770;

- термометр лабораторный ТЛ-4, диапазон измерения (0 – 50) °С, цена деления 0,1 °С, рег. № 303-91.

3.2 Вспомогательное оборудование

- стакан Н-1-100 ТХС по ГОСТ 25336-82;

- муфельная печь.

3.3 Реактивы

- вода дистиллированная ГОСТ 6709 – 72;

- натрий хлористый «х.ч.» ГОСТ 4233 – 77.

4. Подготовка реактивов

4.1 Подготовка дистиллированной воды

Дистиллированную воду обессолить, пропуская ее через ионообменный фильтр, для чего: лабораторный фильтр (Приложение В, рис. В2) загрузить смешанной шихтой, состоящей из катионита КУ-2 и анионита АВ-17 в рабочих формах. Скорость фильтрации должна находиться в пределах 15-30 дм³/ч для фильтров с внутренним диаметром ($d_{вн}=40$ мм), температура воды от 18 до 22°С.

Подготовка ионитов для загрузки в фильтр производится следующим образом:

- катионит КУ-2 замочить на 1-2 ч. в дистиллированной воде, после чего произвести отмывку катионита дистиллятом до нейтральной реакции по метилоранжу;

- анионит АВ-17 отмыть дистиллятом до нейтральной реакции по фенолфталеину;

-отмытые иониты смешать в объемном соотношении 1:1 и приготовленную смешанную шихту хранить под водой в герметично закрывающейся стеклянной банке.

Для загрузки необходимо:

- одеть на верхний и нижний штуцера фильтра резиновые шланги;

- отвинтить верхнюю крышку фильтра;

- тщательно промыть фильтр и шланги дистиллятом;

- заполнить фильтр до половины дистиллятом;

-загрузить подложку, предварительно обезжиренную бензином марки Б-95 и отмытую горячим дистиллятом до полного отсутствия масла в пробах промывных вод.

Загружать смешанную шихту следует путем переливания ее с водой из банки с одновременным сливом воды через нижний штуцер, объем смешанной шихты, необходимой для загрузки в фильтр, приблизительно равен 400мл;

- установить верхнюю крышку на место и затянуть ее.

Для получения обессоленной воды необходимо открыть вентиль 7 и обеспечить проток воды через фильтр.

Качество полученной обессоленной воды контролируют кондуктометром КЛ-С-1 или кондуктометром-солемером МАРК-602.

Значение соледержание очищенной воды, используемой для приготовления поверочных растворов с массовой концентрацией от 1 до 10 мг/дм³ включительно, не должно превышать 0,01 мг/дм³, используемой для приготовления растворов свыше 10 мг/дм³ – 0,1 мг/дм³.

4.2 Подготовка натрия хлористого

Необходимую массу натрия хлористого, помещенного в фарфоровую чашку, высушить в муфельной печи при 150 °С

5 Процедура приготовления поверочных растворов (ПР)

5.1 Приготовление ПР с массовой концентрацией NaCl от 100 до 4000 (для поверки солемеров с датчиками ДСВ23, ДСВ27).

Навеску прокаленного NaCl массой 100 мг, измеренную на весах с погрешностью не более 1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и добавляют обессоленную воду до половины объема. Добиваются полного растворения навески, встряхивая колбу, и доводят объем раствора до метки обессоленной водой. Получают раствор с массовой концентрацией 100 мг/дм³. Аналогично готовят ПР с большей массовой концентрацией.

5.2 Приготовление ПР с массовой концентрацией NaCl от 0,4 до 80 мг/дм³ (для поверки солемеров с датчиками ДСВ20, ДСВ21, ДСВ22, ДСВ24, ДСВ25, ДСВ26).

Мерными пипетками отбирают аликвоты ПР, приготовленных по 5.1, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Используют мерные пипетки вместимостью, равной объему отбираемой аликвоты. Доводят объем раствора до метки обессоленной водой. Получают АС с массовой концентрацией NaCl (С, мг/дм³) значение которой рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{C_{\text{исх}}}{1000} \cdot V_a$$

Примеры приведены в табл. 4

Таблица 4

Массовая концентрация NaCl в исходном ПР, (C _{исх} , мг/дм ³)	Объем аликвоты, вместимость пипетки (V _a =V _п , см ³)	Массовая концентрация NaCl в приготовленном ПР, (С, мг/дм ³)
900	100	90
800 (400)	100 (200)	80
500	100	50
400 (200)	100 (200)	40
800	20	16
200 (100)	50 (100)	10
400	20	8
200	20	4
100	20	2
800	2	1,6
100	10	1

6. Требования безопасности

По степени воздействия на организм человека вредные вещества, необходимые для приготовления поверочных растворов, отнесены к четвертому классу опасности по ГОСТ12.1.007-76.

7. Требования к квалификации исполнителей

К приготовлению поверочных растворов допускаются лица, имеющие специальное образование и опыт работы с химическими реактивами.

8. Требования к упаковке и маркировке

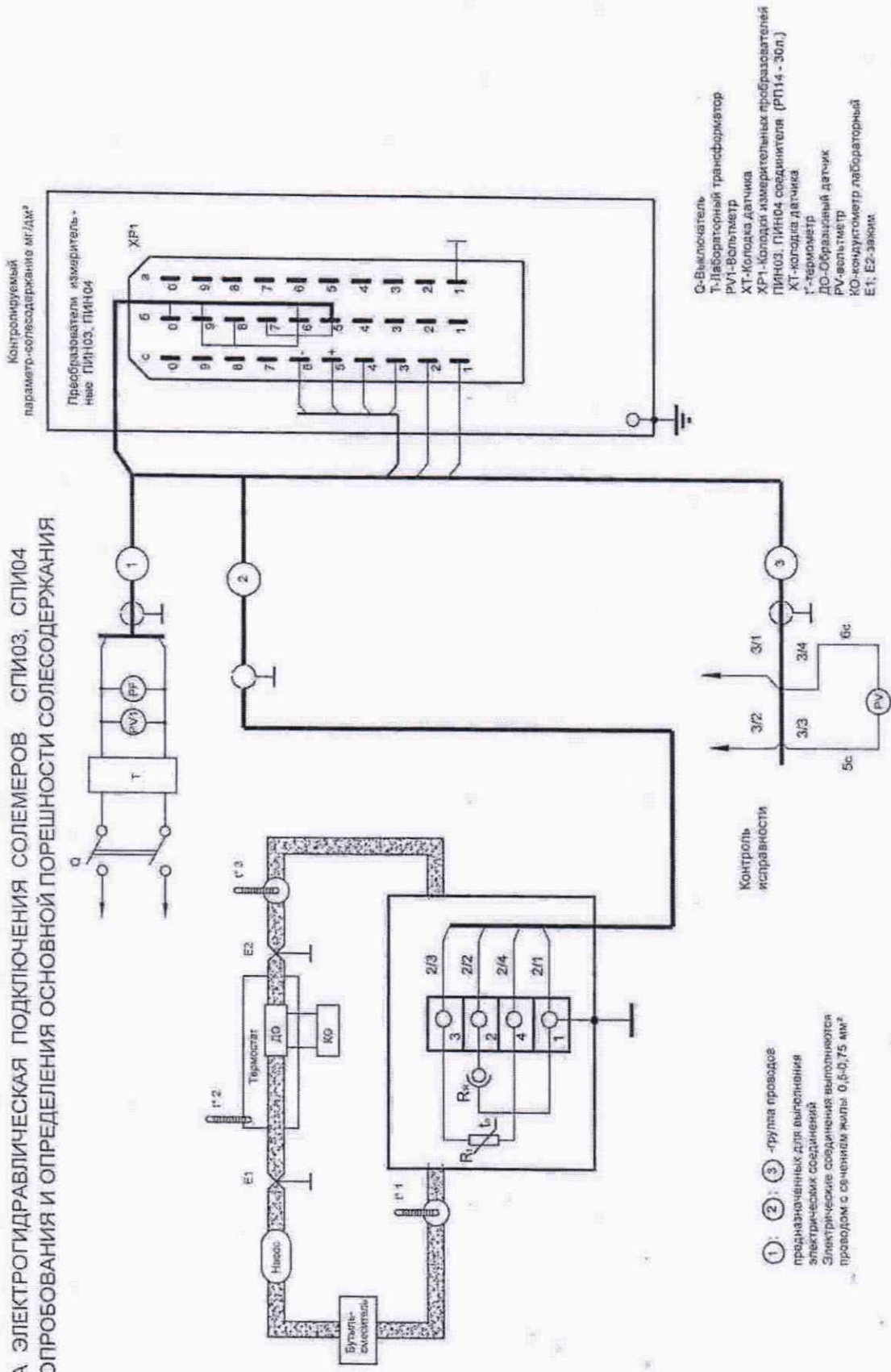
Поверочный раствор поместить в колбу с пришлифованной пробкой. На колбу нанести маркировку с указанием солесодержания.

9. Условия хранения

Поверочные растворы подлежат использованию в день приготовления.

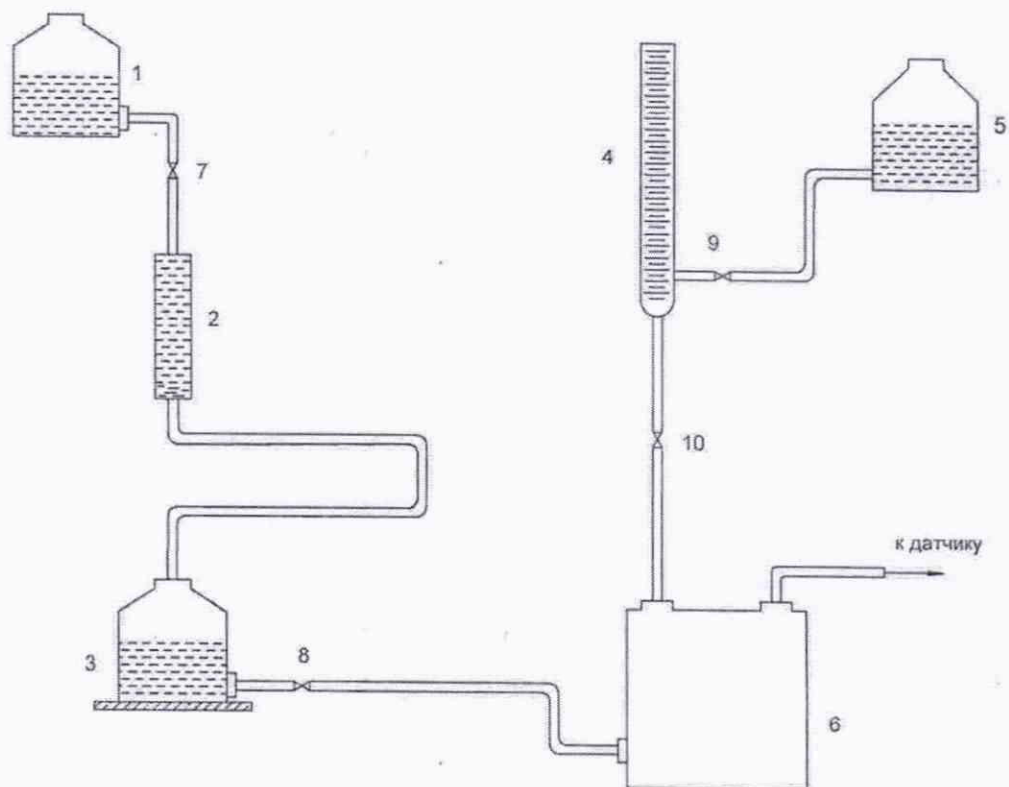
ПРИЛОЖЕНИЕ Б

СХЕМА ЭЛЕКТРОГИДРАВЛИЧЕСКАЯ ПОДКЛЮЧЕНИЯ СОЛЕМЕРОВ СПИ03, СПИ04 ДЛЯ ОПРОБОВАНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСНОВНОЙ ПОРЕШНОСТИ СОЛЕСОДЕРЖАНИЯ



ПРИЛОЖЕНИЕ В

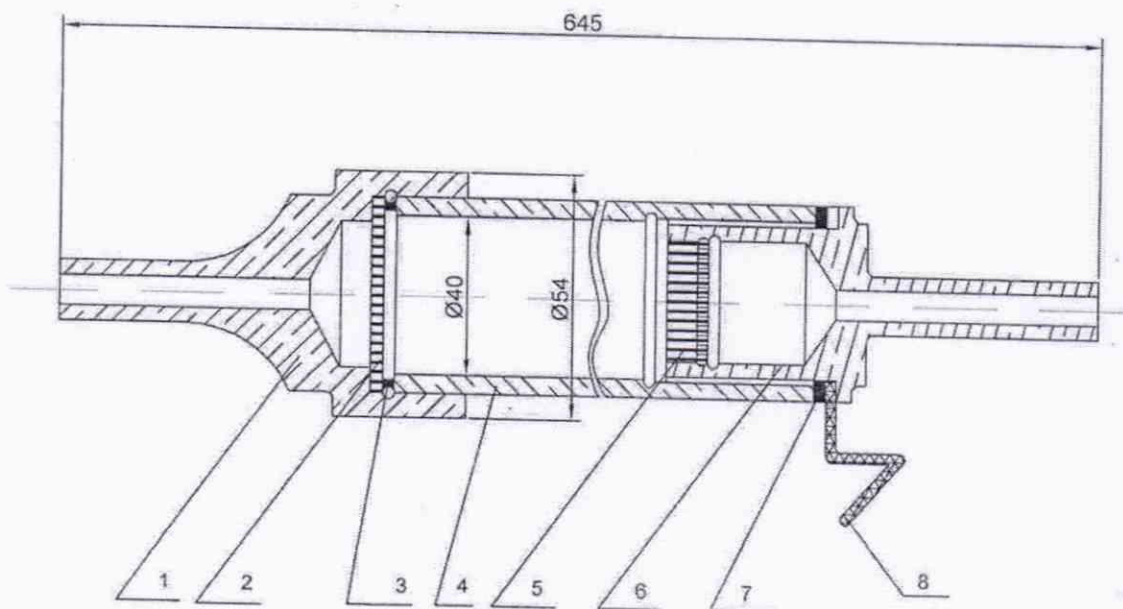
СХЕМА УСТАНОВКИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ NaCl



- 1-бутыл для дистиллированной воды вместимостью до 50 дм³
- 2-ионообменный фильтр
- 3-бутыл для обессоленной воды вместимостью до 50 дм³
- 4-бюретка для дозирования концентрированного раствора
- 5-бутыл для концентрированного раствора вместимостью 1 дм³
- 6-бутыл-смеситель вместимостью 6 дм³
- 7-10-вентили

Рис. В 1

Продолжение приложения В
ЛАБОРАТОРНЫЙ ФИЛЬТР



- 1-наконечник; 2-сетка; 3-прокладка
4-трубка; 5-сетка; 6-наконечник;
7-прокладка; 8-скоба

Рис. В 2

Приложение Г

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазоны измерений солесодержания в пересчете на NaCl, мг/дм ³	от 1 до 10; от 4 до 40; от 2 до 20; от 10 до 100; от 40 до 400; от 100 до 1000; от 400 до 4000
Пределы допускаемой основной приведенной погрешности измерений солесодержания, $\gamma_{\text{осн.}}$ % от верхнего предела диапазона измерений, не более	± 6

Приложение Д
 Протокол поверки
 Солемеров «СПИ03, СПИ04»
 Протокол №

№ _____ год выпуска _____
 изготовленного _____

Поверка проведена в _____

Условия поверки: _____

Средства поверки:

1 _____
 (наименование, номер, тип, погрешность)

2 _____

3 _____

4 _____

1 Внешний осмотр: _____

2 Опробование _____

3 Определение основной погрешности измерений солемера

Физическая величина	Заданное значение измерений	Значение, измеренное кондуктометром-солемером МАРК-602	Основная приведенная погрешность, $\pm \gamma$, %	
			Значение, полученное при поверке	Нормированные пределы
Солесодержание (С, мг/дм ³)				6

Заключение _____

Проверку проводил _____

Свидетельство № _____

Лист регистрации изменений

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в документе	№ документа	Входящий № сопроводительного документа и дата	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	аннулированных					