

378

УТВЕРЖДАЮ
Начальник 32 ГНИИ МО РФ



В.Н. Храменков

« 17 »

2003 г.

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор ФГУП
«НИИИ им. А.П. Александрова»



В.А. Василенко

2003 г.

УНИФИЦИРОВАННЫЙ СТЕНД ДЛЯ ПОВЕРКИ И РЕГУЛИРОВКИ
КОРАБЕЛЬНЫХ ВОДНО-ХИМИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ (УСПР)

Лист утверждения

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
01.030.0000.00 ДЗ - ЛУ

СОГЛАСОВАНО
Зам. Генерального директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



В.С. Александров

« »

2003 г.

Командир в/ч 81224

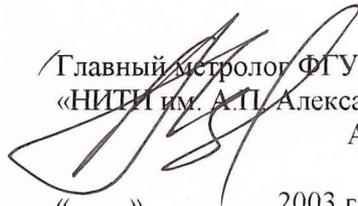


О.А. Панин

« 14 »

2003 г.

Главный метролог ФГУП
«НИИИ им. А.П. Александрова»

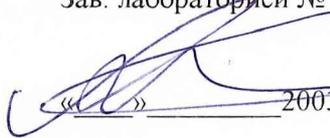


А.Е. Карусев

« »

2003 г.

Руководитель темы,
Зав. лабораторией № 57



А.Г. Шматко

« »

2003 г.

2003 г.



**ФГУП НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
им. А.П. АЛЕКСАНДРОВА**

УТВЕРЖДЕН
01.030.0000.00 ДЗ – ЛУ

Код ЕКПС 6627

**УНИФИЦИРОВАННЫЙ СТЕНД ДЛЯ ПОВЕРКИ И РЕГУЛИРОВКИ
КОРАБЕЛЬНЫХ ВОДНО-ХИМИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЙ (УСПР)**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

01.030.0000.00 ДЗ

Настоящая методика поверки распространяется на унифицированный стенд для поверки и регулировки корабельных водно-химических лабораторий приборного типа ВХЛ-ПТ-2, ВХЛПТ-103 и ВХЛПТ-Р (в дальнейшем УСПР), обеспечивающий приготовление поверочных растворов с заданной концентрацией поверочных компонентов и нормируемыми характеристиками погрешностей, и устанавливает методы и средства первичной и периодических поверок при выпуске УСПР из производства, его ремонте и эксплуатации.

Межповерочный интервал – 2 года.

Принятые в методике поверки сокращения:

РЭ – руководство по эксплуатации;

ТО – техническое описание и инструкция по эксплуатации;

МВИ – методика выполнения измерения;

РМИ – рабочее место инженера;

ПП – первичный преобразователь;

ВП – вторичный преобразователь;

ВВЧ – вода высокой чистоты;

УЭП – удельная электропроводность;

РСИ – рабочие средства измерений;

КСРП – комплект технических средств и реактивов для поверки УСПР;

КСР – комплект технических средств и реактивов для приготовления исходных растворов;

КСРХ – комплект технических средств и реактивов для ионного хроматографа;

КСТ – комплект соединительных трубопроводов.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
1 Операции поверки	4
2 Средства поверки	4
3 Требования к квалификации поверителей	7
4 Требования безопасности	7
5 Условия поверки	7
6 Подготовка к поверке	7
7 Проведение поверки	7
7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности	7
7.2 Опробование	7
7.3 Определение метрологических характеристик	7
8 Оформление результатов поверки	22
Приложение А – Перечень РСИ в составе УСПР	23
Приложение Б – Методика выполнения измерений расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора	24
Приложение В – Протокол поверки	29

1 Операции поверки

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

Таблица 1- Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	№ пункта методики поверки	Проведение операции при поверке	
			первичной	периодической
1	Внешний осмотр, проверка комплектности	п. 7.1	+	+
2	Опробование УСПР	п. 7.2	+	+
3	Определение метрологических характеристик	п. 7.3		
3.1	Определение погрешности измерительного канала удельной электропроводности	п. 7.3.1	+	+
3.2	Определение погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода	п. 7.3.2	+	+
3.3	Определение погрешности измерительного канала массовой концентрации хлорид-ионов	п. 7.3.3	+	+
3.4	Определение показателей качества деионизованной и обескислороженной воды	п. 7.3.4	+	+
3.5	Определение погрешности измерительного канала расхода дозируемого исходного раствора	п. 7.3.5	+	+
3.6	Определение погрешности измерительного канала расхода поверочного раствора	п. 7.3.6	+	+
3.7	Определение погрешности измерительного канала температуры поверочного раствора	п. 7.3.7	+	+
3.8	Определение погрешности приготовления поверочных растворов	п. 7.3.8	+	+

*Примечание – При периодической поверке определение погрешности измерительного канала температуры поверочного раствора производится только при температуре +25 °С.

Операции первичной поверки могут быть совмещены с прямо-сдаточными испытаниями УСПР.

2 Средства поверки

При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование средств поверки	Обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования к средству поверки и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Принадлежность к комплекту
Средства измерений		
Кондуктометр типа КЛ – 4 (в составе первичного преобразователя и измерительного блока)	5Ж2.840.047 ТУ Приведенная погрешность $\pm 1\%$ в диапазоне $10^{-6} \div 10^{-4}$ См/м	КСРП
Весы аналитические типа ВЛР – 200г	ТУ 25-06-499-69 Абсолютная погрешность $\pm 0,0002$ г	не входит в состав УСПР
Миллиамперметр постоянного	ГОСТ 22261-94	не входит в

тока	Предел измерения от 0 до 20 мА, класс точности – 0,5	состав УСПР
Барометр-анероид метеорологический типа БАММ-1	ТУ 25-11.1513-79 Диапазон измерений 80-106 кПа, предел допускаемой погрешности $\pm 0,2$ кПа	КСР
Термометр типа ТЛ - 4	ТУ 25 – 2021.003 - 88 Диапазон измерений от 0 до 55 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,2$ °С	КСР
Термометр типа ТЛ-2М	ТУ 25-2021.003-88 Диапазон измерений от 0 до 150 °С Абсолютная погрешность ± 1 °С	КСР
Секундомер типа СОСпр-26-2-010	ТУ 25-1894.003-80 $\pm 0,6$ с за 60 минут	КСР
Колба мерная 2 класса точности вместимостью 1дм ³ , 4шт	ГОСТ 1770 – 74 Абсолютная погрешность $\pm 0,8$ см ³	КСРП КСР
Колба мерная 2 класса точности вместимостью 250 см ³ , 3шт.	ГОСТ 1770-74 Абсолютная погрешность $\pm 0,3$ см ³	КСРХ
Пипетка 2 класса точности вместимостью 100 см ³ , 1шт.	ГОСТ 29166-91 Абсолютная погрешность $\pm 0,15$ см ³	КСРП
Пипетка 2 класса точности вместимостью 10 см ³	ГОСТ 29166-91 Абсолютная погрешность $\pm 0,05$ см ³	КСРХ
Пипетка 2 класса точности вместимостью 5 см ³	ГОСТ 29166-91 Абсолютная погрешность $\pm 0,03$ см ³	КСРП
Цилиндр мерный 2 кл. точности вместимостью 1000 см ³	ГОСТ 1770-74 Абсолютная погрешность ± 10 см ³	КСРХ
Цилиндр мерный 2 кл. точности вместимостью 500 см ³	ГОСТ 1770-74 Абсолютная погрешность ± 5 см ³	КСРП
Цилиндр мерный 2 кл. точности вместимостью 25 см ³	ГОСТ 1770-74 Абсолютная погрешность $\pm 0,5$ см ³	КСРХ
Пипетка автоматическая, переменного объема вместимостью от 0,2 до 1,0 см ³	ТУ 9452-001-3318998-95 Относительная погрешность $\pm 1,5$ %	КСРХ
Вспомогательное оборудование		
Печь муфельная типа ПЛ-5/1250 Т=1250 °С	ГОСТ 16370-80	не входит в состав УСПР
Эксикатор	ГОСТ 25336-82	КСВМ
Склянка с тубусом вместимостью 5 дм ³	ГОСТ 25336-82	КСРП
Банка из полиэтилена	Вместимость 250 см ³	КСРХ
Ячейка проточная «ЯП»	01.030.3100.00	КСРП
Устройство для крепления ПП кондуктометра КЛ-4	01.030.3200.00	КСРП
Переходник Г4 для теплообменника ТО1, 2шт.	01.030.3300.00	КСРП
Переходник Г5 для ПП кондуктометра КАЦ-037, 2 шт.	01.030.3400.00	КСРП
Переходник Г3 для ПП кислородомера КМА-08М.3	01.030.3500.00	КСРП
Пробка с трубкой № 41	01.030.3600.00	КСРП
Пробка с трубкой № 31	01.030.3700.00	КСРП
Переходник dy4/dy8	01.030.3000.01	КСРП
Зажим винтовой		КСРП
Канистра полиэтиленовая	Вместимость 5 дм ³	КСР
Гайка накидная М27×1,5, 2шт.	01.030.0710.001	КСТ
Ниппель dy3, 2шт.	01.030.0700.001	КСТ

Разъем с кабелем для поверки кислородомера КМА-08М.З		КСРП
Ключ специальный «VALVETOOL» для феррул		КСРХ
Химические реактивы		
ГСО состава хлорид-ионов 10 мг/см ³	ГСО 7436-98 Относительная погрешность ± 1%	КСРХ
Натрий хлористый «хч»	ГОСТ 4233-77 Массовая доля основного вещества в прокаленном препарате 99,9%	КСР
Натрий сернистоокислый, ч.д.а.	ТУ 6-09-5313-86	КСРП
Кобальт двухлористый, ч	ТУ-6-09-012-711-87	КСРП
Натрий углекислый, х.ч.	ГОСТ 83-73	КСРХ
Натрий углекислый кислый, х.ч.	ГОСТ 4201-78	КСРХ
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204-77	КСРХ
ВВЧ	ОСТ 5.4296-88	-
Спирт этиловый ректификационный, высшего сорта	ГОСТ 18300-72	-
Материалы		
Петля для отбора пробы V = 50 мм ³		КСРП
Трубка ПВХ dy4	ТУ 64-1-28/3-75	КСРП
Трубка силиконовая медицинская dy4	ТУ 9436-152-001-4935-97	КСРП
Трубка силиконовая медицинская dy10	ТУ 9436-152-001-4935-97	КСРП
Трубка стандартная John Guerst	Ø1/4 "	КСРП
Груша резиновая №3	ТУ 2537-002-343225966-96	КСР
Шприц медицинский	Вместимость 5 см ³	КСРХ

Допускается использование аналогичных средств поверки, обеспечивающих заданные пределы и точность измерений.

3 Требования к квалификации поверителей

К проведению измерений при поверке и обработке их результатов допускаются сотрудники аккредитованных организаций, аттестованные Госстандартом РФ в качестве поверителя средств измерения физико-химических величин.

Для проведения поверки поверителям необходимо ознакомиться с содержанием настоящей методики поверки и со следующими документами:

- Руководство по эксплуатации (РЭ) УСПР, № 01.030.0000.00 РЭ;
- Техническое описание и инструкция по эксплуатации (ТО) на кондуктометр КЛ – 4.5Ж2.840.047 ТО.

4 Требования безопасности

При проведении поверки следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с «Основными правилами безопасной работы в химических лабораториях» и правилами по технике безопасности, указанными в руководстве по эксплуатации УСПР.

5 Условия поверки

Определение метрологических характеристик УСПР производится в нормальных условиях:

- | | |
|--|------------------|
| - температура окружающего воздуха | от 15 до 35°C |
| - относительная влажность | от 45 до 75 % |
| - атмосферное давление | от 86 до 106 КПа |
| - напряжение питания | от 198 до 242 В |
| - частота питания | от 49 до 51 Гц |
| - отсутствие вибрации | |
| - отсутствие внешних электромагнитных полей, кроме земного | |

6 Подготовка к поверке

6.1 Перед проведением поверки необходимо подготовить используемое оборудование в соответствии с эксплуатационной документацией.

6.3 Провести техническое обслуживание УСПР в соответствии с РЭ УСПР.

6.4 Перед проведением поверки все рабочие средства измерений (РСИ) в составе УСПР должны быть поверены в соответствии с ПР 50.2.006-2001. Перечень РСИ в составе УСПР, метрологические характеристики, средства и методы их поверки приведены в приложении А.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие УСПР следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работу.
- комплектность УСПР должна соответствовать требованиям руководства по эксплуатации 01.030.0000.00 РЭ.

7.2 Опробование УСПР

Опробование УСПР необходимо провести, выполнив операции в соответствии с разделом 2.1.5 (п.п. 2.1.5.1 – 2.1.5.11) РЭ УСПР.

7.3 Определение метрологических характеристик

Принятые в данном разделе сокращения приведены в соответствии с руководством по эксплуатации УСПР.

7.3.1 Определение погрешности измерительного канала удельной электропроводности

Схема гидравлических соединений для определения погрешности измерительного канала УЭП приведена на рис. 1.

7.3.1.1 Определение погрешности измерительного канала

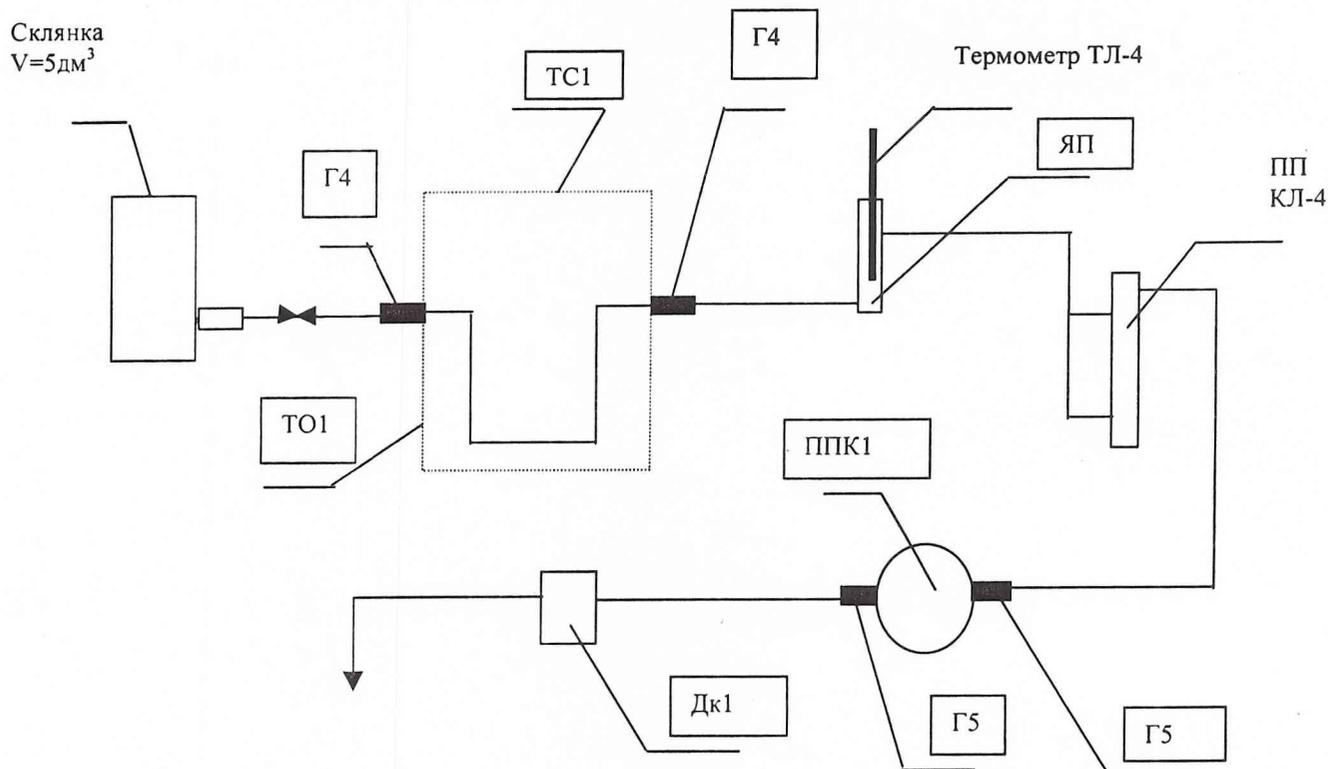


Рис. 1 – Схема гидравлических соединений для определения погрешности измерительного канала УЭП.

Для определения погрешности измерительного канала удельной электропроводности необходимо провести следующие операции:

- перекристаллизовать натрий хлористый по методике, приведенной в приложении Г к РЭ УСРП и прокалить его до постоянного веса;
- отсоединить патрубки от входного и выходного штуцеров блока датчиков (первичного преобразователя) кондуктометра КАЦ-037 ППК1;
- к входному и выходному штуцерам ППК1 подсоединить переходники Г5;
- отсоединить патрубки от входного и выходного штуцеров теплообменника ТО1;
- к входному и выходному штуцерам теплообменника ТО1 подсоединить переходники Г4;
- в маркированных отверстиях на стойке приборной закрепить устройство для крепления первичного преобразователя (ПП) кондуктометра КЛ-4 и установить в нем ПП КЛ-4;
- на рабочем столе разместить измерительный блок кондуктометра КЛ-4 и соединить его с помощью кабеля с ПП кондуктометра КЛ-4;
- в маркированном кронштейне для крепления ячейки проточной ЯП установить ячейку проточную ЯП;
- установить термометр ТЛ-4 в ЯП, для этого, открутить верхнюю крышку ячейки проточной ЯП, и, соблюдая осторожность, вставить термометр через резиновое кольцо до упора, крышку закрутить;
- отсоединить силиконовую трубку от верхней оливки коллектора дренажного Дк1;
- на нижний патрубок склянки V= 5 дм³ надеть трубку ПВХ Ду=4 мм и винтовой зажим, зажим закрыть;
- приготовить 5 дм³ поверочного раствора NaCl с концентрацией 8 мг/дм³, для этого на аналитических весах взвесить 40 мг перекристаллизованного натрия хлористого «хч», навеску поместить в склянку и довести до метки ВВЧ;
- склянку с раствором разместить на крышке бани термостатирующей ТС1;

- с помощью трубок ПВХ Ду=4 мм соединить последовательно согласно рисунку 1 следующие элементы: склянка $V=5 \text{ дм}^3$ вход теплообменника (Г4); выход теплообменника (Г4) ↔ нижняя оливка ЯП; верхняя оливка ЯП ↔ входная оливка ПП КЛ-4; выходная оливка ПП КЛ-4 ↔ входной штуцер ППК1 (Г5);
 - на выходной штуцер ППК1 (Г5) надеть трубку ПВХ длиной 70 см;
 - установить на полу мерный цилиндр вместимостью 500 см^3 , и завести в него свободный конец трубки ПВХ от выходного штуцера ППК1;
 - открыть винтовой зажим на склянке $V=5 \text{ дм}^3$ и установить с его помощью расход поверочного раствора $\text{NaCl } 3,0 \pm 0,5 \text{ дм}^3/\text{ч}$ ($50 \pm 8 \text{ см}^3/\text{мин}$), измерения расхода произвести с помощью цилиндра вместимостью 500 см^3 и секундомера;
 - трубку от выходного штуцера ППК1 (Г5) соединить с верхней оливкой коллектора дренажного Дк1 и обеспечить проток поверочного раствора;
 - подготовить к работе кондуктометр КЛ-4 в соответствии с техническим описанием и руководством по эксплуатации 5Ж2.840.047 ТО;
 - включить сетевое питание ВП кондуктометра КАЦ-037, на СДИ должно появиться значение приведенной к температуре $25 \text{ }^\circ\text{C}$ УЭП поверочного раствора, заполняющего ячейку;
 - кнопкой «Константа» вызвать на СДИ значение кондуктометрической константы (А) датчика УЭП, при этом расхождение с величиной, указанной на блоке датчиков и в паспорте кондуктометра КАЦ-037, не должно превышать ± 5 единиц младшего значащего разряда;
 - одновременным нажатием кнопок «Температура» и «Константа» вызвать на СДИ значение сопротивления датчика температуры при температуре $25 \text{ }^\circ\text{C}$ (R_{25}) которое не должно отличаться от указанного на блоке датчиков и в паспорте кондуктометра значения более чем на $\pm 5 \text{ Ом}$;
 - нажатием кнопки «Температура» вывести на СДИ значение температуры заполняющего ячейку поверочного раствора, которое не должно отличаться от показаний термометра ТЛ-4, измеряющего температуру поверочного раствора, более чем на $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

Если отклонения температуры или величин А и R_{25} больше допустимых, необходимо провести программирование параметров кондуктометра КАЦ-037 в соответствии с разделом 5 руководства по эксплуатации КАЦ 114.00.00.000 РЭ.

- нажатием кнопки «УЭП(t)» вывести на СДИ значение при фактической температуре раствора УЭП (χ_t);
- рассчитать приведенную к температуре $25 \text{ }^\circ\text{C}$ УЭП (χ_{25}) по результатам измерений температуры (t) и фактической УЭП поверочного раствора (χ_t) по формуле

$$\chi_{25} = \frac{\chi_t}{1 + 0,02(t - 25)}, \quad (1)$$

- где χ_t – значение УЭП при фактической температуре поверочного раствора;
t – значение фактической температуры поверочного раствора по показаниям термометра ТЛ-4.

Полученное значение не должно отличаться от выведенного на СДИ при первоначальном включении ВП кондуктометра более, чем на $\pm 2,5 \%$.

- включить баню термостатирующую ТС1, установить в ней температуру $25 \text{ }^\circ\text{C}$ и дождаться выхода на рабочий режим;
- пять раз, с интервалом в 5 минут, зарегистрировать значения УЭП поверочного раствора по показаниям на СДИ кондуктометра КАЦ-037 и по показаниям образцового кондуктометра КЛ-4, результаты занести в таблицу 3;

Таблица 3

УЭП, мкСм/см	χ_1	χ_2	χ_3	χ_4	χ_5
КАЦ-037					
КЛ-4					
$\delta, \%$					

- определение погрешности измерительного канала удельной электропроводности проводить методом непосредственного сличения показаний образцового кондуктометра КЛ-4 $\chi_{\text{КЛ}}$ с показаниями на СДИ кондуктометра КАЦ-037 $\chi_{\text{КАЦ}}$;

- относительную погрешность измерения определить по формуле

$$\delta = 100\% * \frac{\chi_{КАЦ} - \chi_{КЛ}}{\chi_{КЛ}}, \quad (2)$$

где $\chi_{КАЦ}$ – удельная электропроводность поверочного раствора по показаниям кондуктометра КАЦ-037;

$\chi_{КЛ}$ – удельная электропроводность поверочного раствора по показаниям кондуктометра КЛ-4.

- перекрыть винтовой зажим и вылить остатки поверочного раствора из склянки;
- приготовить последовательно поверочные растворы с массовой концентрацией хлористого натрия 23 мг/дм³ (растворением 46 г NaCl «хч» в 2 дм³ ВВЧ) и 46 мг/дм³ (растворением 92 г NaCl «хч» в 2 дм³ ВВЧ);
- определить погрешность измерения УЭП по приведенной выше методике для поверочных растворов NaCl с массовой концентрацией 23 мг/дм³ и 46 мг/дм³.

Измерительный канал удельной электропроводности считается выдержавшим поверку, если максимальное значение относительной погрешности не превышает $\pm 1,5\%$.

7.3.1.2 Порядок завершения работ

После окончания измерений необходимо выполнить следующие операции:

- залить в склянку 2 дм³ ВВЧ и произвести промывку собранной гидравлической линии;
- подсоединить ППК1 и ТО1 к гидравлической линии УСПР.

7.3.2 Определение погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода.

Схема гидравлических соединений для определения погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода приведена на рисунке 2.

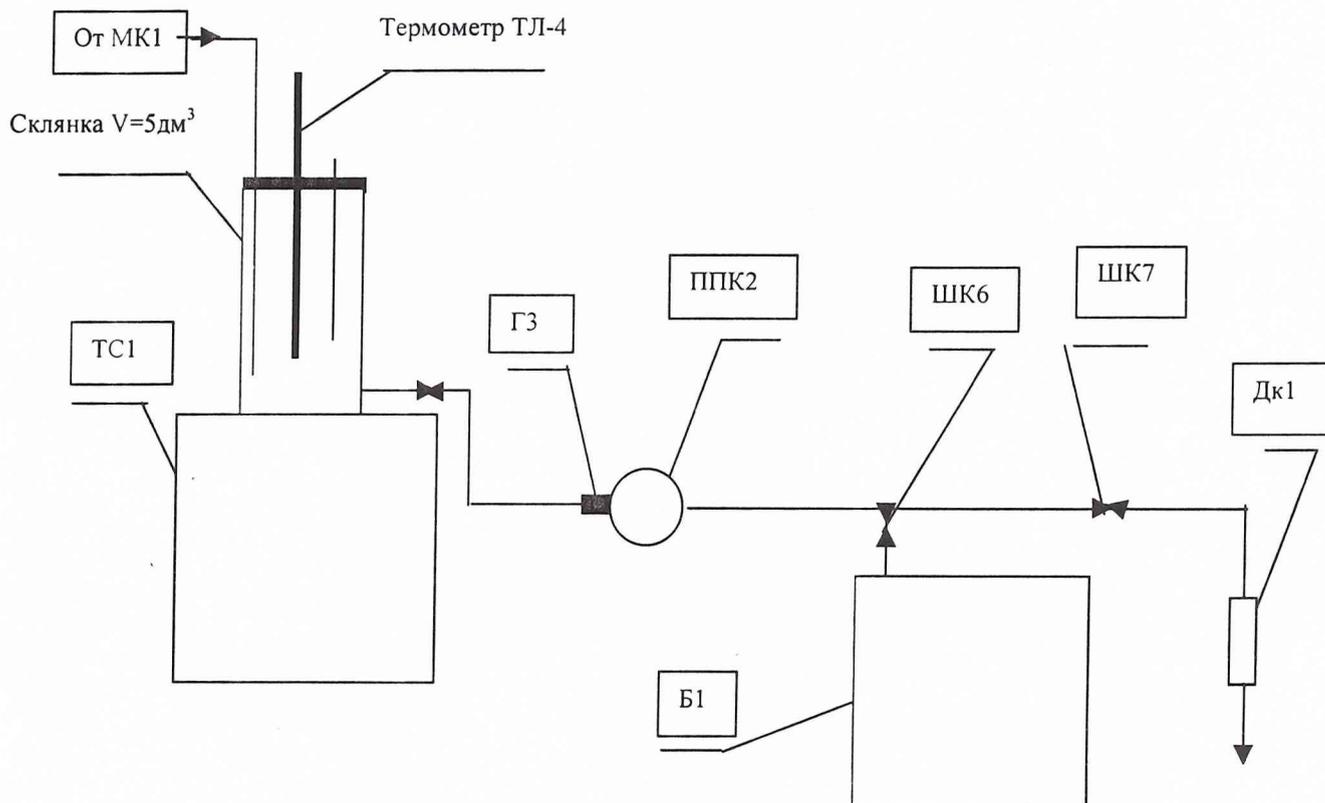


Рис. 2 – Схема гидравлических соединений для определения погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода

7.3.2.1 Определение погрешности измерительного канала.

Для определения погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода необходимо выполнить следующие операции:

- отсоединить разъем «Выход» от блока измерительного (вторичного преобразователя – ВП) кислородомера КМА-08М.3 и с помощью разъема с кабелем «КМА-мА» (из состава КСРП), соединить блок измерительный с миллиамперметром;
- от входного штуцера ППК2 отсоединить трубопровод и подсоединить к нему переходник ГЗ из состава КСРП;
- нижний патрубок склянки вместимостью $V=5 \text{ дм}^3$ с помощью трубки ПВХ Ду=4 (длиной 0,7 м) с винтовым зажимом соединить с ГЗ, зажим закрыть;
- на выходную трубку крана ШК7 надеть трубку ПВХ (Ду=4) и соединить ее с верхней оливкой коллектора дренажного Дк1;
- залить в склянку 3 дм^3 ВВЧ, вставить в горловину пробку с металлической трубкой из состава КСРП, и поместить склянку в баню термостатирующую ТС1;
- приготовить исходный раствор, насыщенный кислородом воздуха, по методике, приведенной в приложении Г к РЭ УСПР (п.3.4) и рассчитать истинное значение массовой концентрации растворенного кислорода в исходном растворе ($C_{и}$, мг/дм³);
- закрыть кран ШК6, и открыть кран ШК7;
- подать исходный раствор из склянки вместимостью $V=5 \text{ дм}^3$ на вход ППК2, для чего достать склянку из бани термостатирующей, поставить на крышку, открыть винтовой зажим, входной, а затем выходной клапаны ППК2;
- с помощью винтового зажима отрегулировать минимальный расход через ППК2 на уровне $3 \pm 0,5 \text{ дм}^3/\text{час}$, (контроль – по наличию протока раствора через переливное устройство);
- включить миллиамперметр;
- с интервалом 10 минут фиксировать показания ВП кислородомера КМА-08М.3, пока не будет достигнут установившийся режим (режим можно считать установившимся, если разница между двумя последовательными отсчетами не превышает $100 \text{ мкг}/\text{дм}^3$);
- в установившемся режиме с интервалом 5 минут зафиксировать не менее пяти значений выходного тока по миллиамперметру и соответствующих им показаний массовой концентрации растворенного кислорода на СДИ ВП кислородомера КМА-08М.3 ($C_{изм}$, мг/дм³), результаты измерений занести в таблицу 4;

Таблица 4

№ измерений	1	2	3	4	5
$C_{и} \times 10^3$, мкг/дм ³					
I, мА					
$C_{ток}$, мкг/дм ³					
$C_{изм}$, мкг/дм ³					
$\Delta C_1 = C_{ток} - C_{и} \times 10^3$					
$\Delta C_2 = C_{изм} - C_{и} \times 10^3$					
δ_1 , %					
δ_2 , %					

- не прекращая протока раствора через ППК2, закрыть сначала - выходной, затем входной клапаны ППК2;
- рассчитать значения массовой концентрации кислорода ($C_{ток}$, мкг/дм³), соответствующие значениям выходного тока по формуле

$$C_{ток} = \frac{C_{\max} I}{20}, \quad (3)$$

где C_{\max} – верхний предел поддиапазона измерения кислородомера, мг/дм³;
 I – значение выходного тока кислородомера, мА;

***Примечание** – на протоке раствора, насыщенного кислородом воздуха, автоматически устанавливается поддиапазон 0 - 19,99 мг/дм³.

- результаты вычислений занести в таблицу 4;
 - рассчитать значение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации растворенного кислорода ΔC_1 (ΔC_2), мг/дм³, как разность между расчетным по току (измеренным) значением массовой концентрации кислорода и его истинным значением, по формуле

$$\Delta C_{1(2)} = C_{\text{ток(изм)}} - C_{\text{и}} \times 10^3, \quad (4)$$

где $C_{\text{ток(изм)}}$ – расчетное (или измеренное) значение массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм³;

$C_{\text{и}} \times 10^3$ – истинное значение массовой концентрации растворенного кислорода, мг/дм³.

- результаты вычислений занести в таблицу 4;
 - приведенную погрешность измерения определить, как отношение максимального значения соответствующей абсолютной погрешности к верхнему пределу поддиапазона измерения по формуле

$$\delta_{1(2)} = 100\% * \frac{\Delta C_{1(2)\max}}{C_{\max}}, \quad (5)$$

где $\Delta C_{1(2)\max}$ – максимальное значение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации растворенного кислорода по току (по показаниям СДИ ВП КМА-08М.3), мг/дм³;

C_{\max} – верхний предел поддиапазона измерения, мг/дм³.

- закрыть винтовой зажим на силиконовой трубке, отсоединить силиконовую трубку от переходника ГЗ, снять пробку со склянки и удалить оставшийся раствор;

- приготовить 2 дм³ деионизованной воды с нулевым содержанием растворенного кислорода, для чего залить в склянку 2 дм³ ВВЧ и растворить в ней 20 г безводного сульфита натрия и 20 мг кобальта хлористого;

Внимание: срок хранения раствора в закрытом сосуде – 24 часа.

- установить склянку на крышку бани термостатирующей ТС1;
 - соединить силиконовую трубку с переходником ГЗ;

Внимание: кран ШК6 должен быть закрыт, кран ШК7 открыт.

- подать обескислороженную воду на вход ППК2 с минимальным расходом, обеспечивающим работу переливного устройства, для чего открыть зажим, затем входной и выходной клапана ППК2 и через 15 минут закрыть клапана (сначала - выходной, затем входной);

- через 2 часа начать фиксировать с интервалом 10 минут показания кислородомера КМА-08М.3, пока не будет достигнут установившийся режим; режим можно считать установившимся, если разница между двумя последовательными отсчетами не превышает 0,5 мг/дм³;

- в установившемся режиме с интервалом 5 минут зафиксировать не менее пяти значений выходного тока по миллиамперметру и соответствующих им показаний массовой концентрации растворенного кислорода на СДИ ВП кислородомера КМА-08М.3 ($C_{\text{изм}}$, мг/дм³), результаты измерений занести в таблицу 4;

- по формуле (3) рассчитать значения массовых концентраций растворенного кислорода по выходному току*, результаты вычислений занести в таблицу 4;

***Примечание** – на протоке обескислороженного раствора автоматически устанавливается поддиапазон измерения 19,99 мг/дм³.

- рассчитать значения абсолютной погрешности измерений по формуле (4), здесь $C_{и}=0$ мкг/дм³, результаты вычислений занести в таблицу 4;
- определить приведенную погрешность измерений по формуле (5).

Измерительный канал массовой концентрации растворенного кислорода считается выдержавшим поверку, если максимальное значение приведенной погрешности измерений для исходного раствора, насыщенного кислородом воздуха, и обескислороженной воды не превышает ± 4 %.

7.3.2.2 Порядок завершения работ

После окончания измерений необходимо выполнить следующие операции:

- залить в склянку 5 дм³ ВВЧ и произвести промывку собранной гидравлической линии;
- подсоединить ППК2 к гидравлической линии УСНР.

7.3.3 Определение погрешности измерительного канала массовой концентрации хлорид-ионов.

7.3.3.1 Подготовка к работе

Перед началом работ необходимо выполнить следующие операции:

- после подготовки устройства водоподготовки к работе для функционирования в режиме «1» согласно п. 1.6.1.1 при достижении значения УЭП деионизованной воды $\leq 0,1$ мкСм/см, отобрать из патрубка отбора воды УСНР (ШК7) 5 дм³ деионизованной воды;
- приготовить регенерирующий раствор согласно приложению А к РЭ УСНР, заполнить приготовленным раствором емкость Е7, навинтить крышку и установить в штатное положение в стойке приборной;
- приготовить элюент согласно приложению А к РЭ УСНР, заполнить приготовленным раствором емкость Е5, навинтить крышку, установить в штатное положение на кронштейн, расположенный рядом с колбонагревателем КН1;
- приготовить поверочный раствор с массовой концентрацией хлорид-ионов 10 мг/дм³ для определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, для этого 0,25 см³ ГСО хлорид-ионов с массовой концентрацией 10 мг/см³ (10 г/дм³) внести в мерную колбу вместимостью 250 см³ с помощью пипетки автоматической переменного объема (0,2-1,0 см³) и довести объем до метки деионизованной водой, перемешать, приготовленный раствор перелить в чистую полиэтиленовую емкость вместимостью 250 см³, срок хранения раствора не более 3 месяцев;
- приготовить поверочный раствор с массовой концентрацией хлорид-ионов 0,2 мг/дм³ для определения предела детектирования, для этого в мерную колбу вместимостью 250 см³ с помощью пипетки вместимостью 5 см³ отобрать 5 см³ раствора с массовой концентрацией хлорид-ионов 10 мг/дм³, объем довести до метки деионизованной водой, перемешать и перелить в чистую полиэтиленовую емкость вместимостью 250 см³, раствор использовать свежеприготовленным;
- включить в сеть кондуктометрический детектор, насос Н2 и персональный компьютер из состава РМИ;
- на коммутаторе потоков КП2 заменить петлю $V=1000$ мм³ на петлю $V=50$ мм³ (из состава КСРП) при помощи специального ключа «VALVETOOL» для феррул, после замены убедиться в отсутствии протечек по резьбе феррул;
- коммутатор потоков КП1 перевести в положение «Колонка», а КП2 - в положение «Отбор»;
- соединить емкость Е5 с фильтровальной камерой ФК1 с помощью силиконовой трубки, подсоединив ее к патрубку «Выход» в крышке емкости Е5;
- на патрубок «Вход» в крышке емкости Е5 надеть силиконовую трубку, другой конец трубки подсоединить к резиновой груше;
- закрыть Кр5, открыть Кр2, Кр3 и Кр4;
- с помощью резиновой груши создать в емкости Е5 избыточное давление и произвести заполнение бюреток вместимостью 5 см³ и 25 см³ из состава блока измерения расходов Бр2 элюентом;
- закрыть Кр2, открыть Кр5 и слить элюент из бюреток и ФК1 в дренажную линию;
- процедуру промывки бюреток и фильтровальной камеры повторить еще два раза;
- после промывки заполнить бюретки элюентом и закрыть Кр5;

- произвести промывку головки насоса Н2 элюентом, для чего открыть кран «*промывка/готовность линии*» против часовой стрелки, подсоединить шприц $V=20 \text{ см}^3$, включить кнопку «*промывка*», создать шприцем разрежение, при этом происходит заполнение шприца элюентом;
- выключить кнопку «*промывка*», и дождавшись полной остановки насоса, отсоединить шприц и закрыть вращением по часовой стрелке кран «*промывка/готовность линии*».
- установить на пульте управления насоса Н2 скорость дозирования $1,5 \text{ см}^3/\text{мин}$, нажать кнопку «*пуск*» и проверить при закрытых Кр2, Кр3 и Кр5 работу насоса по убыли элюента в бюретке вместимостью 25 см^3 ;
- открыть Кр2 и дать поработать насосу в режиме протекания элюента через колонку, химический подаватель (емкость Е7) в течение 10 минут;
- в процессе снижения фоновой проводимости установить на пульте управления кондуктометрического детектора коэффициент усиления выходного сигнала (Gain), соответствующий 10;
- произвести запуск программы «МультиХром», руководствуясь приложением А к РЭ УСПР.

7.3.3.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Для определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала необходимо выполнить следующие операции:

- установить КП2 в положение «Анализ», при этом диалоговое окно активируется, изменяя белый цвет на голубой, на экране монитора появляется сигнал базовой линии;
- базовую линию регистрировать в течение 30 минут;
- уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принять равным амплитуде (h , мВ) повторяющихся колебаний базовой линии, с периодом не более 20 секунд.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала не должен превышать 1 мВ;

Дрейф нулевого сигнала в течение 1 часа не должен превышать 2 мВ.

7.3.3.3 Определение предела детектирования

Для определения предела детектирования необходимо выполнить следующие операции:

- перевести КП2 в положение «Отбор»;
- выкрутить верхнюю крышку емкости «Е6» и несколько раз ополоснуть Е6 поверочным раствором с массовой концентрацией хлорид-ионов $0,2 \text{ мг}/\text{дм}^3$;
- в емкость Е6 залить поверочный раствор, закрутить крышку и установить Е6 в штатное положение на стойке приборной;
- выкрутить заглушку УШВ1 (красного цвета) отбора пробы и вставить в отверстие шприц $V=5 \text{ см}^3$;
- создать шприцем разрежение и промыть петлю объемом 2 см^3 поверочного раствора;
- КП2 перевести в положение «Анализ» и снять хроматограмму, руководствуясь приложением А к РЭ УСПР;
- определить высоту пика хлорид-ионов (h , мВ);
- рассчитать предел детектирования (C_{\min} , г) по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot C_1 \cdot V}{10^6 \cdot h}, \quad (6)$$

- где ΔX – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, мВ;
 C_1 – массовая концентрация хлорид-ионов в поверочном растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$;
 V – объем петли, см^3 ;
 h – высота пика, мВ.

Предел детектирования не должен превышать $5 \cdot 10^{-9}$ г.

7.3.3.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала в изократическом режиме

Для определения относительного среднего квадратического отклонения необходимо выполнить следующие операции:

- перевести КП2 в положение «Отбор»;
- выкрутить верхнюю крышку емкости Е6 и несколько раз ополоснуть ее поверочным раствором с массовой концентрацией хлорид-ионов 10 мг/дм³;
- в емкость Е6 залить поверочный раствор, закрутить крышку и установить Е6 в штатное положение стойки приборной;
- выкрутить заглушку УШВ1 (красного цвета) отбора пробы и вставить в отверстие шприц V=5 см³;
- создать шприцом разрежение и промыть петлю объемом 2 см³ поверочного раствора;
- КП2 перевести в положение «Анализ» и снять хроматограмму, руководствуясь приложением А к РЭ УСНР;
- поверочный раствор внести в петлю не менее 10 раз, определяя на хроматограммах значения выходных сигналов (площадь пика, время удерживания) и найти средние арифметические значения выходных сигналов;
- относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитать по формуле

$$\sigma = 100 \sqrt{\frac{\sum (X_{cp.} - X_i)^2}{n-1} \cdot \frac{1}{X_{cp.}}}, \quad (7)$$

- где σ – относительное среднее квадратическое отклонение;
 X_{cp} – среднее значение выходного сигнала;
 X_i – i-ое значение выходного сигнала (площади или времени удерживания);
 n – число измерений.

Измерительный канал массовой концентрации хлорид-ионов считается выдержавшим поверку, если максимальное значение

- предела детектирования не превышает $5 \cdot 10^{-9}$ г;
- относительного среднего квадратического отклонения не превышают, соответственно, по площади пика - $\pm 5\%$, по времени удерживания - $\pm 2\%$;

7.3.3.5 Порядок завершения работ

После окончания измерений необходимо выполнить следующие операции:

- заменить петлю V= 50 мм³ на петлю V= 1000 мм³;
- емкость Е6 несколько раз ополоснуть деионизованной водой;
- заполнить Е6 деионизованной водой;
- перевести КП2 в положение «Отбор»;
- создать шприцом разрежение и произвести промывку петли объемом 2 см³ деионизованной воды;
- КП2 перевести в положение «Анализ» и снять хроматограмму;
- убедиться в том, что значение массовой концентрации хлорид-ионов в деионизованной воде не превышает 0,005 мг/дм³, при превышении указанного значения повторить промывку Е6 и петли.

7.3.4 Определение показателей качества деионизованной и обескислороженной воды.

7.3.4.1 Для определения показателей качества деионизованной воды устройство водоподготовки необходимо подготовить к работе в **режиме «1»**.

Для этого выполнить следующие операции:

- закрыть ВН1, ВН2, ВН4;
- включить электропитание стойки приборной;
- открыть ВН3, Др1;
- включить насос Н1 и произвести циркуляцию воды через ионообменный фильтр Ф1 в течение 15 минут;
- произвести измерение значения удельной электропроводности деионизованной воды по показаниям кондуктометра КАЦ-037;

- при значении УЭП $\leq 0,1$ мкСм/см произвести отбор воды в канистру, вместимостью 5 дм³ и емкость Е6 для определения значения массовой концентрации хлорид-ионов в деионизованной воде методом ионной хроматографии. Анализ провести согласно методике, приведенной в приложении А к РЭ УСПР.

7.3.4.2 Для определения показателей качества обескислороженной воды устройство водоподготовки необходимо подготовить к работе в **режиме «2»**.

Для этого выполнить следующие операции:

- при включенном насосе Н1 открыть ВН1, ВН2;
- закрыть ВН3 и ВН4;
- в первичном преобразователе ППК2 открыть сначала входной, затем выходной клапана;
- произвести циркуляцию обескислороженной воды в течение 15 минут;
- произвести измерение значения массовой концентрации растворенного кислорода в обескислороженной воде с помощью кислородомера КМА-08М.3.

УСПР считается выдержавшим поверку, если значения показателей качества деионизованной и обескислороженной воды не превышают нормируемых пределов:

• для деионизованной воды:

- удельная электропроводность при 25 °С, мкСм/см 0,1
- массовая концентрация хлорид-ионов, мг/дм³ 0,005

• для обескислороженной воды:

- массовая концентрация растворенного кислорода, мг/дм³ 0,01.

7.3.5 Определение погрешности измерительного канала расхода дозируемого исходного раствора.

Для определения погрешности канала измерения расхода дозируемого исходного раствора необходимо выполнить следующие операции:

- приготовить исходный раствор хлористого натрия с массовой концентрацией $C_2 = 13,14$ мг/дм³ в соответствии с приложением Г к РЭ УСПР;
- произвести промывку блока измерения расхода дозируемого исходного раствора, для этого:
- заполнить емкость Е3 деионизованной водой, установить ее в штатное положение на кронштейн и соединить с фильтровальной камерой ФК1 с помощью силиконовой трубки с зажимом Кр2, подсоединив ее к патрубку «Вых.» в крышке емкости Е3;
- на патрубок «Вх.» в крышке емкости Е3 надеть силиконовую трубку $d_y = 4$ мм; $L = 10-15$ см;
- закрыть Кр5, открыть Кр2, Кр3 и Кр4;
- с помощью резиновой груши создать в емкости Е3 избыточное давление и произвести заполнение бюреток вместимостью 5 см³ и 25 см³ из состава блока измерения расходов Бр2 деионизованной водой;
- закрыть Кр2, открыть Кр5, сбросить промывочный раствор в дренаж, повторить процедуру промывки несколько раз;
- включить Н2, открыть кран «промывка/готовность линии», включить кнопку «промывка», подсоединить шприц вместимостью 20 см³ и произвести промывку головки насоса «Н2» в течение 1-2 мин.; выключить кнопку «промывка», и дождавшись полной остановки насоса, закрыть кран «промывка/готовность линии»;

- емкость Е1 заполнить исходным раствором с массовой концентрацией натрия хлористого $C_2 = 13,14 \text{ мг/дм}^3$;
- снять силиконовую трубку с патрубком «Вых» в крышке емкости Е3, заменить емкость Е3 на емкость Е1 с исходным раствором и произвести им промывку ФК1 и бюреток три раза;
- на пульте управления насоса Н2 установить скорость дозирования $g = 1,00 \text{ мл/мин}$ и включить подачу дозируемого исходного раствора;
- с помощью блока измерения расхода Бр2 и секундомера произвести 7 раз с интервалом 20 минут по три параллельных измерения расхода дозируемого исходного раствора;
- обработку результатов произвести в соответствии с приложением Б к данной методике поверки;
- аналогичные операции произвести при скорости дозирования насоса Н2 $g = 5,00$ и $9,00 \text{ мл/мин}$.
- после окончания работ произвести промывку блока измерения расхода дозируемого исходного раствора Бр2 из емкости Е3 с деионизованной водой.

Измерительный канал расхода дозируемого исходного раствора считается выдержавшим поверку, если максимальное значение относительной погрешности не превышает $\pm 0,8 \%$.

7.3.6 Определение погрешности измерительного канала расхода поверочного раствора.

Для определения погрешности канала измерения расхода поверочного раствора необходимо произвести следующие операции:

- подготовить устройство водоподготовки к работе для функционирования в режиме «1» согласно п. 1.6.1.1 РЭ УСПР;
- надеть на штуцера «Выход» и «Вход» стойки приборной УСПР накидные гайки М27×1,5 с ниппелями (из КСТ);
- соединить посредством силиконовой трубки $d_{\text{у}}4$ «Выход» и «Вход» стойки приборной;
- открыть ВН4 и по ротаметру РР2 с помощью Др2 и РД1 установить расход деионизованной воды на уровне $6 \text{ дм}^3/\text{час}$;
- произвести промывку блока измерения расхода дозируемого исходного раствора деионизованной водой согласно п. 7.3.5;
- включить подачу насосом Н2 деионизованной воды из емкости Е3 со скоростью дозирования 5 мл/мин ;
- при помощи блока измерения расхода Бр1 и секундомера произвести 7 раз с интервалом 20 минут по три параллельных измерения расхода поверочного раствора;
- обработку результатов измерений произвести в соответствии с приложением Б к данной методике поверки УСПР;
- аналогичные операции произвести с расходом деионизованной воды на уровне 4 и $8 \text{ дм}^3/\text{час}$.

Измерительный канал расхода поверочного раствора считается выдержавшим поверку, если максимальное значение относительной погрешности не превышает $\pm 0,5 \%$.

7.3.7 Определение погрешности измерительного канала температуры поверочного раствора

Для определения погрешности измерительного канала температуры необходимо произвести следующие операции:

- подготовить устройство водоподготовки к работе для функционирования в режиме «1» согласно п. 1.6.1.1 (РЭ) УСПР;
- в кронштейне для крепления ячейки проточной ЯП закрепить ячейку проточную ЯП;
- установить термометр ТЛ-4 в ЯП, для этого, открутить верхнюю крышку ЯП, вставить термометр через резиновое кольцо до упора, соблюдая предосторожность, и закрутить крышку;
- надеть на штуцера «Выход» и «Вход» стойки приборной УСПР накидные гайки М27×1,5 с ниппелями (из КСТ);
- соединить последовательно посредством силиконовых трубок следующие элементы: «Выход» стойки приборной, входную оливку ячейки проточной ЯП, выходную оливку ячейки проточной ЯП, «Вход» стойки приборной;
- включить баню термостатирующую ТС1 и установить температуру $20 \text{ }^\circ\text{C}$, дождаться выхода на рабочий режим;

- открыть ВН4 и по ротаметру РР2 с помощью Др2 и РД1 установить расход деионизованной воды на уровне 4-8 дм³/час;
- при помощи термометра ТЛ-4 произвести семь измерений температуры поверочного раствора на выходе УСПР с интервалом 20 минут;
- определить абсолютную погрешность измерения температуры по формуле

$$\Delta T_i = T_{i_{изм}} - T_{i_{тс}}, \quad (8)$$

где $T_{i_{изм}}$ – значение температуры поверочного раствора, измеренное при помощи термометра ТЛ-4, °С;

$T_{i_{тс}}$ – значение температуры, установленной в бане термостатирующей ТС1, °С.

Результаты измерений занести в таблицу 5.

Таблица 5

№ _{изм}	1	2	3	4	5	6	7
$T_{i_{тс}}, ^\circ\text{C}$							
$T_{i_{изм}}, ^\circ\text{C}$							
$\Delta T_i, ^\circ\text{C}$							

- аналогичные операции провести при температуре, установленной в бане термостатирующей «ТС1», 25 и 30 °С.

Измерительный канал температуры поверочного раствора считается выдержавшим поверку, если максимальное значение абсолютной погрешности не превышает ± 1 °С.

7.3.8 Определение погрешности приготовления поверочных растворов

Для определения погрешности приготовления поверочных растворов необходимо произвести следующие операции:

- подготовить устройство водоподготовки к работе для функционирования в режиме «1» согласно п. 1.6.1.1 (РЭ) УСПР;
- значение удельной электропроводности деионизованной воды по показаниям кондуктометра КАЦ-037 пересчитать согласно РД5.ИМЯН.037-88 в солесодержание при 25 °С по формуле

$$C_1 = a\chi - b, \quad (9)$$

где χ - удельная электропроводность деионизованной воды, мкСм/см;
а и b – температурные коэффициенты, соответственно равные при 25 °С 0,461 и 0,024.

- приготовить исходный раствор хлористого натрия с массовой концентрацией $C_2 = 13,14$ мг/дм³ в соответствии с приложением Г к РЭ УСПР;
- на стойке приборной установить устройство для крепления блока первичного преобразователя (ПП) КЛ-4 в маркированных отверстиях и закрепить в нем ПП кондуктометра КЛ-4;
- на рабочем столе разместить измерительный блок кондуктометра КЛ-4 и соединить его с помощью штатного кабеля с ПП кондуктометра КЛ-4;
- надеть на штуцера «Выход» и «Вход» стойки приборной УСПР накидные гайки М27×1,5 с ниппелями (из КСТ);
- в кронштейне для крепления ячейки проточной ЯП закрепить ячейку проточную ЯП;
- установить термометр ТЛ-4 в ЯП, для этого, открутить верхнюю крышку ЯП, вставить термометр через резиновое кольцо до упора, соблюдая предосторожность, и закрутить крышку;
- соединить последовательно посредством силиконовых трубок и трубок John Guerst (из состава КСРП) следующие элементы: «Выход» стойки приборной, входную оливку ЯП, выходную оливку ЯП, входную оливку ПП КЛ-4, выходную оливку ПП КЛ-4, «Вход» стойки приборной;
- произвести промывку бока измерения расхода дозируемого исходного раствора согласно п. 7.3.5;

- емкость Е1 заполнить исходным раствором хлористого натрия с массовой концентрацией $C_2 = 13,14$ мг/дм³;

- включить баню термостатирующую ТС1, установить температуру 25 °С и дождаться выхода на рабочий режим;
- открыть ВН4 и по ротаметру РР2 с помощью Др1 и РД1 установить расход деионизованной воды на уровне 6 дм³/час;
- на пульте управления насоса-дозатора Н2 установить расход дозирования $g = 1,22$ см³/мин и включить подачу дозируемого исходного раствора;
- подготовить к работе кондуктометр КЛ-4 в соответствии с техническим описанием и руководством по эксплуатации 5Ж2.840.047 ТО;
- через 3 минуты после начала дозирования зафиксировать начало интервала времени (T_1) оценки стабильности смешивания;
- с помощью бюретки вместимостью 5 см³ из состава блока измерения расхода Бр2 и секундомера произвести не менее трех измерений времени отбора 5 см³ дозируемого исходного раствора, рассчитать значение расхода дозируемого исходного раствора по формуле

$$g = \frac{V_1}{t} * 60 \quad (10)$$

где V_1 – объем дозируемого исходного раствора, см³;
 t – время отбора дозируемого исходного раствора, с.

- рассчитать среднее значение расхода дозируемого исходного раствора по формуле

$$\bar{g} = \frac{\sum g_i}{N}, \quad (11)$$

где g_i – значение i -измерения расхода, см³/мин;
 N – количество параллельных измерений.

- провести проверку сходимости параллельных измерений расходов по размаху между максимальным и минимальным значениями параллельных измерений

$$|g_{\max} - g_{\min}| \leq 0,01 \cdot d \cdot \bar{g} \quad (12)$$

где g_{\max} и g_{\min} – максимальное и минимальное значения параллельных измерений;
 d – норматив контроля сходимости параллельных измерений, 0,3% (приложение Б);
 \bar{g} – среднее арифметическое расхода, см³/мин или дм³/ч.

При выполнении условия (12) результаты параллельных измерений считать удовлетворительными. При невыполнении условия (12) повторить эксперимент по измерению расходов.

- с помощью бюретки из состава блока измерения расхода «Бр1» и секундомера произвести не менее трех измерений расхода поверочного раствора, рассчитать расход деионизованной воды по формуле

$$G = \frac{V_2}{T} * 60 - \bar{g}, \quad (13)$$

где V_2 – объем поверочного раствора, 100 см³;
 T – время отбора 100 см³ поверочного раствора, с;
 \bar{g} – среднее значение расхода дозируемого исходного раствора, см³/мин;

- рассчитать среднее значение расхода деионизованной воды по формуле

$$\bar{G} = \frac{\sum G_i}{N}, \quad (14)$$

где G_i – значение i -измерения расхода, см³/мин;
 N – количество параллельных измерений.

- провести проверку сходимости параллельных измерений расходов по размаху между максимальным и минимальным значениями параллельных измерений по формуле

$$|G_{\max} - G_{\min}| \leq 0,01 \cdot d \cdot \bar{G} \quad (15)$$

где G_{\max} и G_{\min} - максимальное и минимальное значения параллельных измерений;
 d - норматив контроля сходимости параллельных измерений, 0,6 % (приложение Б);
 \bar{G} - среднее арифметическое расхода, см³/мин.

При выполнении условия (15) результаты параллельных измерений считать удовлетворительными. При невыполнении условия (15) повторить эксперимент по измерению расходов.

- после завершения измерений расходов зафиксировать показания кондуктометра КЛ-4 и момент (T_2) окончания интервала времени оценки стабильности смешивания;
 - провести проверку стабильности смешивания по размаху между минимальным и максимальным значениями УЭП ПВКА, зафиксированными при помощи РМИ (приложение Б к РЭ УСПР) за интервал времени $[T_1-T_2]$ * по формуле

$$\chi_{\max} - \chi_{\min} \leq 0,06, \quad (16)$$

где χ_{\max} - максимальное значение УЭП ПВКА, мкСм/см;
 χ_{\min} - минимальное значение УЭП ПВКА, мкСм/см.

*Примечание - для обеспечения выполнения условия стабильности смешивания интервал времени $[T_1-T_2]$, как правило, не должен превышать 20 минут.

- при соблюдении условия стабильности (16) рассчитать значение массовой концентрации хлористого натрия в поверочном растворе C_x (мг/дм³) по формуле

$$C_x = \frac{C_1 \bar{G} + C_2 \bar{g}}{\bar{G} + \bar{g}} \quad (17)$$

где C_1 - массовая концентрация хлористого натрия в деионизованной воде, мг/дм³;
 C_2 - массовая концентрация хлористого натрия в исходном растворе, мг/дм³;
 \bar{G} - расход деионизованной воды (среднее арифметическое за три измерения), см³/мин;
 \bar{g} - расход дозируемого исходного раствора (среднее арифметическое за три измерения), см³/мин.

- значение удельной электропроводности поверочного раствора по показаниям кондуктометра КЛ-4 пересчитать в солесодержание ($C_{кл}$, мг/дм³) при 25 °С по формуле (9), здесь χ - значение удельной электропроводности поверочного раствора, мкСм/см;

- определить абсолютную погрешность приготовления поверочных растворов по формуле

$$\Delta = C_x - C_{кл} \quad (18)$$

где C_x - расчетное значение массовой концентрации хлористого натрия в поверочном растворе по процедуре приготовления, мг/дм³;

$C_{кл}$ - значение солесодержания, пересчитанное из значений удельной электропроводности по показаниям кондуктометра КЛ-4, мг/дм³.

Результаты измерений заносить в таблицу 6.

Таблица 6

№ изм.	Скорость дозирования, см ³ /мин	V ₁ , см ³	t, сек	V ₂ , см ³	T, сек	g, см ³ /мин	G, см ³ /мин	C _x , мг/дм ³	C _{кл} , мг/дм ³	Δ, мг/дм ³
1	1,22									
2	4,61									
3	9,41									

Провести вышеуказанные операции при скоростях дозирования насоса Н2 4,61 и 9,41 см³/мин.

Примечание – при скорости дозирования 9,41 см³/мин расход дозируемого исходного раствора рассчитывать по формуле (10), измеряя время отбора 25 см³ дозируемого исходного раствора при помощи бюретки вместимостью 25 см³.

УСПР считается выдержавшим поверку, если максимальное значение абсолютной погрешности приготовления поверочных растворов не превышает $\pm 0,013$ мг/дм³.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 При проведении поверки необходимо вести протокол записи результатов по форме, рекомендованной в приложении В.

8.2 Результаты поверки считаются положительными, если УСПР удовлетворяет всем требованиям настоящей методики.

8.3 Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке по установленной Госстандартом форме и клеймением поверяемого УСПР. При этом результаты и дата первичной поверки фиксируются записью в формуляре, запись удостоверяется клеймом.

8.4 Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие УСПР хотя бы по одному из требований настоящей методики.

8.5 Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности УСПР и изъятии его из эксплуатации с указанием причины непригодности. При этом аннулируется свидетельство о поверке или гасится клеймо, или вносится соответствующая запись в паспорт.

Приложение А
(справочное)

Перечень РСИ в составе УСНР

Перечень РСИ в составе УСНР приведен в таблице А1.

Таблица А1

Рабочие средства измерений	Измеряемая величина	Диапазон измерения	Норма погрешности	Назначение
1	2	3	4	5
Колба мерная по ГОСТ 1770-74, 2-го класса точности	Вместимость, см ³	1000	±0,8 см ³	Приготовление исходных и поверочных растворов
Пипетка по ГОСТ 29169-91, 2-го класса точности	Вместимость, см ³	100	±0,15 см ³	Приготовление исходных растворов
Бюретка по ГОСТ 29251-91, 2-го класса точности	Вместимость, см ³	5 10 25 100	±0,02 см ³ ±0,05 ±0,1 ±0,2 см ³	Приготовление поверочных растворов. измерение расходов
Секундомер типа СОСпр-26-2-010 по ТУ 25-1894.003-80	Время, с	Период непрерывной работы без подзаводки 8 часов	±0,6 с за 60 мин.	Измерение расходов при приготовлении поверочных растворов
Пипетки автоматические переменного объема* по ТУ 9452-001-3318998-95	Объем дозирования, мкл	20-200 200-1000	±1,5 %	Приготовление калибровочных растворов для ионной хроматографии
Термометры типа ТЛ-4 типа ТЛ-2М по ТУ 25-2021.003-88	Температура, °С	0-55 0-150	± 0,2 °С ± 1°С	Измерение температуры раствора при приготовлении исходных растворов, температуры поверочных растворов
Барометр-анероид метеорологический типа БАММ-1 по ТУ 21-11.1513-79	Давление, кПа	80-106	±0,2 кПа	Приготовление исходных растворов кислорода в воде
Ареометры типа АНТ-1 по ГОСТ 18481-81	Плотность, кг/м ³	890-1070	±1 кг/м ³	Приготовление поверочных растворов воды в турбинных маслах
Манометр типа ДМ 2005СгУ3	Давление, kgf/cm ³	0÷25	Класс точности 1,5	Контроль давления деионизованной или обескислороженной воды
Кондуктометр лабораторный автоматизированный, КЛ-4 Импульс	Удельная электропроводность, См/м	1×10 ⁻⁶ ÷1×10 ⁻⁴	Приведенная погрешность ±1 %	Определение погрешности измерительного канала удельной электропроводности. определение погрешности приготовления поверочных растворов

* Поверка производится при выпуске из производства, периодической поверке изделия не подлежат.

**Приложение Б
(Обязательное)**

Методика выполнения измерений расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора

Вводная часть

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора с помощью измерительных бюреток и секундомера.

Данная методика реализуется в составе унифицированного стенда для поверки и регулировки корабельных водно-химических лабораторий (УСПР), обеспечивающего задание, поддержание и измерение расходных характеристик поверочных растворов в требуемых диапазонах расходов (УСПР, Руководство по эксплуатации №01.030.0000.00РЭ). Результаты измерений используются при расчете массовых концентраций компонентов в поверочных растворах.

Продолжительность трех параллельных измерений расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора не превышает 18 минут.

Б1 Характеристики погрешности измерений

Б1.1 Границы относительной погрешности результатов измерений и ее составляющих, выполняемых по данной методике, приведены в таблицах Б1 и Б2.

Таблица Б1 - Характеристики погрешности МВИ расхода дозируемого исходного раствора в диапазоне измерений 0,8 - 9,5 см³/мин

Характеристика погрешности	Характеристика случайной составляющей погрешности	Характеристика систематической составляющей погрешности	Норматив контроля сходимости параллельных измерений (с вероятностью P=0,95)
(граница интервала, в котором погрешность находится с вероятностью P=0,95)	(среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности)	(граница интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с вероятностью P=0,95)	
$\pm \delta$, %	$\pm \sigma(\delta)$, %	$\pm \sigma(\delta_s)$, %	d , %
0,8	0,1	0,5	0,3

Таблица Б2- Характеристики погрешности МВИ расхода поверочного раствора в диапазоне измерений 4 - 8 дм³/ч

Характеристика погрешности	Характеристика случайной составляющей погрешности	Характеристика систематической составляющей погрешности	Норматив контроля сходимости параллельных измерений (с вероятностью P=0,95)
(граница интервала, в котором погрешность находится с вероятностью P=0,95)	(среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности)	(граница интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с вероятностью P=0,95)	
$\pm \delta$ %	$\pm \sigma(\delta)$, %	$\pm \sigma(\delta_s)$, %	d , %

Б2 Вычисление результатов анализа

Для определения расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора производят семь раз по 3 параллельных измерения обоих расходов.

Б2.1 Определение значения расхода дозируемого исходного раствора

Измеряется время (t, с) отбора 5 или 25 см³ (V₁, см³) дозируемого исходного раствора из бюретки. Вычисляется значение расхода (см³/мин) дозируемого исходного раствора по формуле

$$X_g = V_1/t \cdot 60, \quad (Б1)$$

где 60 - коэффициент пересчета см³/с в см³/мин.

Б2.2 Определение значения расхода поверочного раствора

Измеряется время (T, с) поступления в бюретку 100 см³ (V₂, см³) поверочного раствора. Вычисляется значение расхода (см³/мин или дм³/ч) поверочного раствора по формулам

$$X_{(G+g)} = V_2/T \cdot 60, \quad (Б2)$$

$$X_{(G+g)} = V_2/T \cdot 3,6 \quad (Б3)$$

где 60 - коэффициент пересчета см³/с в см³/мин;
3,6 - коэффициент пересчета см³/с в дм³/ч (3600/1000).

Б2.3 Определение среднего значения

Среднее значение расхода дозируемого раствора (X_N, см³/мин) или расхода поверочного раствора (X_N, см/мин, дм³/ч) вычисляют по формуле

$$\bar{X}_N = \sum_{n=1}^N x_n / N, \quad (Б4)$$

где x_n - значение n- измерения расхода, см³/мин или дм³/ч;
N=3 - количество параллельных измерений.

Б2.4 Проверку сходимости параллельных измерений расходов производят по размаху между максимальным и минимальным значениями параллельных измерений

$$|X_{\max} - X_{\min}| \leq 0,01 \cdot d \cdot \bar{X}_N \quad (Б5)$$

где X_{max} и X_{min} - максимальное и минимальное значения параллельных измерений;
d - норматив контроля сходимости параллельных измерений, % (таблицы Б1 и Б2);

\bar{X}_N - среднее арифметическое величины расхода, см³/мин или дм³/ч.

При выполнении условия (Б4) результаты параллельных измерений считаются удовлетворительными. При невыполнении условия (Б4) повторяют эксперимент по измерению расходов. При повторном превышении норматива сходимости измерения приостанавливают и выясняют причину неудовлетворительной сходимости измерений.

Б3 Оценивание характеристик погрешности измерений расхода

Б3.1 Расчет характеристик случайной составляющей погрешности измерений расхода

Выборочная дисперсия результатов параллельных определений (S_N²) расхода рассчитывается по формуле

$$S_N^2 = \sum_{n=1}^N (x_n - \bar{X}_N)^2 / (N - 1), \quad (Б6)$$

На основе полученных значений выборочных дисперсий S_N², используя критерий Кохрена, проверяется гипотеза об однородности дисперсий.

Для этого рассчитывается значение G_{max} по формуле

$$G_{\max} = (S_N^2)_{\max} / \sum_{i=1}^L S_N^2 \quad (\text{Б7})$$

Полученное значение G_{\max} сравнивают с $G_{\text{табл.}}$ для числа степеней свободы $\nu=N-1$ и $f=L(N-1)$, принятой доверительной вероятности $P=0,95$ (см. таблицу Б.5, МИ-2336-95, при $L=7$ и $N=3$).

f	$\nu=N-1=2$
10	0,4450
12	0,3924
15	0,3346

Если $G_{\max} > G_{\text{табл.}}$, то дисперсии считаются однородными и соответствующие значения $(S_N^2)_{\max}$, которые приводят к превышению G_{\max} над $G_{\text{табл.}}$ из дальнейших расчетов исключают, процедуру исключения членов рассматриваемого ряда величин S_N^2 проводят до тех пор, пока $G_{\max} < G_{\text{табл.}}$.

Неисключенные из расчетов S_N^2 считают однородными и по ним оценивают СКО, характеризующее сходимость результатов параллельных определений.

СКО, характеризующее сходимость результатов параллельных определений ($S_{\text{СХ}}$), рассчитывается по формуле

$$S_{\text{СХ}} = \sqrt{\sum_{i=1}^L S_N^2 / L}, \quad (\text{Б8})$$

где сумма не содержит отброшенных значений.

СКО случайной составляющей погрешности $\sigma(\Delta)$ или показатель сходимости $\sigma_{\text{СХ}}$ результатов параллельных определений рассчитываются по формуле

$$\sigma(\Delta) = \sigma_{\text{СХ}} = S_{\text{СХ}} \cdot \gamma(f), \quad (\text{Б9})$$

где $\gamma(f)$ - коэффициент, учитывающий смещенность оценки $S_{\text{СХ}}$ для числа степеней свободы $f=L(N-1)$, находится по таблице Б.2 МИ-2336-95. При $L=7$ и $N=3$ $\gamma(f)=1,019$.

f	$\gamma(f)$
10	1,028
12	1,023
14	1,019

Норматив контроля сходимости результатов параллельных определений (d) рассчитывается по формуле

$$d = Q(P,n) \cdot \sigma_{\text{СХ}}, \quad (\text{Б10})$$

где $Q(P,n)$ - коэффициент, зависящий от доверительной вероятности (P) и числа параллельных определений, $Q(P,n) = 3,31$ при $N=3$ и $P=0,95$.

Б3.2 Оценивание характеристики систематической составляющей погрешности.

Б3.2.1 Систематическая составляющая погрешности измерения расхода, связанная с погрешностью применяемых СИ, определяется в соответствии с МИ 2334-95 по формуле

$$\sigma(\delta_{\text{с-си}}) = 100 \cdot \sqrt{(\Delta V/V)^2 + (\Delta t/t)^2}, \quad (\text{Б11})$$

где: $\sigma(\delta_{\text{с-си}})$ - относительная погрешность систематической составляющей погрешности, %;

V - объем измерительной бюретки, см^3 ;

ΔV - предел допускаемой погрешности вместимости измерительной бюретки, см^3 ;

Δt – погрешность измерения секундомера (0,6 с) за промежуток времени t , равный 10 минутам.

1) $\sigma(\delta_{с-си})_g$ - для расхода дозируемого исходного раствора определяется по формуле

$$\sigma(\delta_{с-си})_g = 100 \cdot \sqrt{(\Delta V_1/V_1)^2 + (\Delta t/t)^2}, \quad (\text{Б11-а})$$

где: V_1 – вместимость измерительной бюретки, 5 или 25 см³;

ΔV_1 – предел допускаемой погрешности вместимости измерительной бюретки, 0,02 см³ или 0,1 см³.

- Для бюретки вместимостью 5 см³ $\sigma(\delta_{с-си})_g = 100 \cdot \sqrt{(0,02/5)^2 + (0,6/600)^2} = 0,41 \%$

- Для бюретки вместимостью 25 см³ $\sigma(\delta_{с-си})_g = 100 \cdot \sqrt{(0,1/25)^2 + (0,6/600)^2} = 0,41 \%$

2) $\sigma(\delta_{с-си})_{(G+g)}$ - для расхода поверочной смеси определяется по формуле

$$\sigma(\delta_{с-си})_{(G+g)} = 100 \cdot \sqrt{(\Delta V_2/V_2)^2 + (\Delta t/t)^2}, \quad (\text{Б11-б})$$

где V_2 – объем измерительной бюретки, 100 см³;

ΔV_2 – предел допускаемой погрешности вместимости измерительной бюретки, 0,2 см³.

$\sigma(\delta_{с-си})_{(G+g)} = 100 \cdot \sqrt{(0,2/100)^2 + (0,6/600)^2} = 0,22 \%$

Б3.2.2 Абсолютное значение ($\Delta_{си}$, см³/мин или дм³/ч) систематической составляющей погрешности измерения расхода определяется по формуле

$$\Delta_{си} = 0,01 \cdot \sigma(\delta_{с-си}) \cdot \bar{X}_L \quad (\text{Б12})$$

где \bar{X}_L - среднее арифметическое значение расхода из L -измерений за период времени, равный 2-ум часам по формуле

$$\bar{X}_L = \sum_{l=1}^L X_{Ni} / L, \quad (\text{Б13})$$

где \bar{X}_{Ni} - среднее арифметическое параллельных определений l - измерения расхода, см³/мин или дм³/ч;

$L = 7$ - количество измерений в течение двух часов (с интервалом, равным 20 минутам).

Б3.2.3 Верхняя и нижняя границы интервала ($\Delta_{с-в}$ и $|\Delta_{с-н}|$, см³/мин или дм³/ч), в котором находится систематическая погрешность (Δ_c , см³/мин или дм³/ч) определяется по формуле

$$\Delta_{с-в} = |\Delta_{с-н}| = \Delta_c = \pm 1,1 \sigma(\Delta_c), \quad (\text{Б14})$$

где 1,1 - квантиль нормального распределения, соответствующий доверительной вероятности $P=0,95$.

Б3.3 Оценивание характеристики общей погрешности результатов измерения

СКО общей погрешности ($\sigma(\Delta)$, см³/мин или дм³/ч) результатов измерения определяется по формуле

$$\sigma(\Delta) = \sqrt{\sigma_L(\Delta)^2 + \sigma(\Delta_c)^2} \quad (\text{Б15})$$

Оценка верхней и нижней границы интервала погрешности (Δ_v и Δ_n , см³/мин или дм³/ч), в котором находится погрешность результатов измерений (Δ , см³/мин или дм³/ч) расходов, проводится в соответствии с МИ 2336-95 по формуле

Оценка верхней и нижней границы интервала погрешности (Δ_v и Δ_n , см³/мин или дм³/ч), в котором находится погрешность результатов измерений (Δ , см³/мин или дм³/ч) расходов, проводится в соответствии с МИ 2336-95 по формуле

$$\Delta_v = |\Delta_n| = \Delta = \pm 1,96 \sqrt{\sigma_L(\Delta)^2 + \sigma(\Delta_c)^2} \quad (\text{Б16})$$

где 1,96 - квантиль нормального распределения, соответствующий доверительной вероятности $P=0,95$.

Б4 Оформление результатов измерений

Результаты расчета погрешности измерения расходов для каждого значения расхода представляются в виде таблицы Б3.

Таблица Б3 – Расчет погрешности

№ п/п	Результаты параллельных определений расхода, см ³ /мин			Среднее значение, см ³ /мин	Дисперсия
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
Дисперсия max Сумма дисперсий Gmax					
				см ³ /мин	%
СКО-сх, Показатель сходимости Сходимость Ср. значение СКО сист Граница интервала сист. погрешности Общая погрешность					

Ведущий инженер ГЦИ СИ «Воентест»
32 ГНИИИ МО РФ



С. Калинин

Приложение В
(справочное)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Протокол № _____ от _____ 20__ г. поверки УСПР
принадлежащего _____, (предприятие изготовителя)

1 Тип – УСПР № _____

2 Основные технические характеристики

3 Условия поверки _____

4 Средства поверки _____
(тип и номер набора образцовых средств)

_____ (погрешность поверки)

5 Результаты поверки

5.1 Внешний осмотр

5.2 Определение метрологических характеристик

Наименование поверяемого параметра	Допустимое значение параметра по паспорту прибора, не более	Установленное значение параметра по результатам поверки	Заключение: соответствует, не соответствует

На основании результатов поверки выдано свидетельство № _____

Извещение о пригодности (непригодности) № _____

Поверитель _____

Дата поверки _____

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ*продолжение*

8.1 При проведении поверки необходимо вести протокол записи результатов по форме, рекомендованной в приложении В.

8.2 Результаты поверки считаются положительными, если УСПР удовлетворяет всем требованиям настоящей методики.

8.3 Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке по установленной Госстандартом форме и клеймением поверяемого УСПР. При этом результаты и дата первичной поверки фиксируются записью в формуляре, запись удостоверяется клеймом.

8.4 Результаты поверки считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие УСПР хотя бы по одному из требований настоящей методики.

8.5 Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности УСПР и изъятии его из эксплуатации с указанием причины непригодности. При этом аннулируется свидетельство о поверке или гасится клеймо, или вносится соответствующая запись в паспорт.

Приложение А
(справочное)

Перечень РСИ в составе УСПР

Перечень РСИ в составе УСПР приведен в таблице А1.

Таблица А1

Рабочие средства измерений	Измеряемая величина	Диапазон измерения	Норма погрешности	Назначение
1	2	3	4	5
Колба мерная по ГОСТ 1770-74, 2-го класса точности	Вместимость, см ³	1000	±0,8 см ³	Приготовление исходных и поверочных растворов
Пипетка по ГОСТ 29169-91, 2-го класса точности	Вместимость, см ³	100	±0,15 см ³	Приготовление исходных растворов
Бюретка по ГОСТ 29251-91, 2-го класса точности	Вместимость, см ³	5 10 25 100	±0,02 см ³ ±0,05 ±0,1 ±0,2 см ³	Приготовление поверочных растворов. измерение расходов
Секундомер типа СОСпр-26-2-010 по ТУ 25-1894.003-80	Время, с	Период непрерывной работы без подзаводки 8 часов	±0,6 с за 60 мин.	Измерение расходов при приготовлении поверочных растворов
Пипетки автоматические переменного объема* по ТУ 9452-001-3318998-95	Объем дозирования, мкл	20-200 200-1000	±1,5 %	Приготовление калибровочных растворов для ионной хроматографии
Термометры типа ТЛ-4 типа ТЛ-2М по ТУ 25-2021.003-88	Температура, °С	0-55 0-150	± 0,2 °С ± 1°С	Измерение температуры раствора при приготовлении исходных растворов, температуры поверочных растворов
Барометр-анероид метеорологический типа БАММ-1 по ТУ 21-11.1513-79	Давление, кПа	80-106	±0,2 кПа	Приготовление исходных растворов кислорода в воде
Ареометры типа АНТ-1 по ГОСТ 18481-81	Плотность, кг/м ³	890-1070	±1 кг/м ³	Приготовление поверочных растворов воды в турбинных маслах
Манометр типа ДМ 2005СгУ3	Давление, kgf/cm ³	0÷25	Класс точности 1,5	Контроль давления деионизованной или обескислороженной воды
Кондуктометр лабораторный автоматизированный, КЛ-4 Импульс	Удельная электропроводность, См/м	1×10 ⁻⁶ ÷1×10 ⁻⁴	Приведенная погрешность ±1 %	Определение погрешности измерительного канала удельной электропроводности. определение погрешности приготовления поверочных растворов

* Поверка производится при выпуске из производства, периодической поверке изделия не подлежат.

**Приложение Б
(Обязательное)**

Методика выполнения измерений расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора

Вводная часть

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора с помощью измерительных бюреток и секундомера.

Данная методика реализуется в составе унифицированного стенда для поверки и регулировки корабельных водно-химических лабораторий (УСПР), обеспечивающего задание, поддержание и измерение расходных характеристик поверочных растворов в требуемых диапазонах расходов (УСПР, Руководство по эксплуатации №01.030.0000.00РЭ). Результаты измерений используются при расчете массовых концентраций компонентов в поверочных растворах.

Продолжительность трех параллельных измерений расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора не превышает 18 минут.

Б1 Характеристики погрешности измерений

Б1.1 Границы относительной погрешности результатов измерений и ее составляющих, выполняемых по данной методике, приведены в таблицах Б1 и Б2.

Таблица Б1 - Характеристики погрешности МВИ расхода дозируемого исходного раствора в диапазоне измерений 0,8 - 9,5 см³/мин

Характеристика погрешности	Характеристика случайной составляющей погрешности	Характеристика систематической составляющей погрешности	Норматив контроля сходимости параллельных измерений (с вероятностью P=0,95)
(граница интервала, в котором погрешность находится с вероятностью P=0,95)	(среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности)	(граница интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с вероятностью P=0,95)	
$\pm \delta$, %	$\pm \sigma(\delta)$, %	$\pm \sigma(\delta_c)$, %	d, %
0,8	0,1	0,5	0,3

Таблица Б2- Характеристики погрешности МВИ расхода поверочного раствора в диапазоне измерений 4 - 8 дм³/ч

Характеристика погрешности	Характеристика случайной составляющей погрешности	Характеристика систематической составляющей погрешности	Норматив контроля сходимости параллельных измерений (с вероятностью P=0,95)
(граница интервала, в котором погрешность находится с вероятностью P=0,95)	(среднеквадратическое отклонение случайной составляющей погрешности)	(граница интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с вероятностью P=0,95)	
$\pm \delta$ %	$\pm \sigma(\delta)$, %	$\pm \sigma(\delta_c)$, %	d, %

Б2 Вычисление результатов анализа

Для определения расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочного раствора производят семь раз по 3 параллельных измерения обоих расходов.

Б2.1 Определение значения расхода дозируемого исходного раствора

Измеряется время (t, с) отбора 5 или 25 см³ (V₁, см³) дозируемого исходного раствора из бюретки. Вычисляется значение расхода (см³/мин) дозируемого исходного раствора по формуле

$$X_g = V_1/t \cdot 60, \quad (Б1)$$

где 60 - коэффициент пересчета см³/с в см³/мин.

Б2.2 Определение значения расхода поверочного раствора

Измеряется время (T, с) поступления в бюретку 100 см³ (V₂, см³) поверочного раствора. Вычисляется значение расхода (см³/мин или дм³/ч) поверочного раствора по формулам

$$X_{(G+g)} = V_2/T \cdot 60, \quad (Б2)$$

$$X_{(G+g)} = V_2/T \cdot 3,6 \quad (Б3)$$

где 60 - коэффициент пересчета см³/с в см³/мин;

3,6 - коэффициент пересчета см³/с в дм³/ч (3600/1000).

Б2.3 Определение среднего значения

Среднее значение расхода дозируемого раствора (X_N, см³/мин) или расхода поверочного раствора (X_N, см³/мин, дм³/ч) вычисляются по формуле

$$\bar{X}_N = \sum_{n=1}^N x_n / N, \quad (Б4)$$

где x_n - значение n- измерения расхода, см³/мин или дм³/ч;

N=3 - количество параллельных измерений.

Б2.4 Проверку сходимости параллельных измерений расходов производят по размаху между максимальным и минимальным значениями параллельных измерений

$$|X_{\max} - X_{\min}| \leq 0,01 \cdot d \cdot \bar{X}_N \quad (Б5)$$

где X_{max} и X_{min} - максимальное и минимальное значения параллельных измерений;
d - норматив контроля сходимости параллельных измерений, % (таблицы Б1 и Б2);

\bar{X}_N - среднее арифметическое величины расхода, см³/мин или дм³/ч.

При выполнении условия (Б4) результаты параллельных измерений считаются удовлетворительными. При невыполнении условия (Б4) повторяют эксперимент по измерению расходов. При повторном превышении норматива сходимости измерения приостанавливают и выясняют причину неудовлетворительной сходимости измерений.

Б3 Оценивание характеристик погрешности измерений расхода

Б3.1 Расчет характеристик случайной составляющей погрешности измерений расхода

Выборочная дисперсия результатов параллельных определений (S_N²) расхода рассчитывается по формуле

$$S_N^2 = \sum_{n=1}^N (x_n - \bar{X}_N)^2 / (N - 1), \quad (Б6)$$

На основе полученных значений выборочных дисперсий S_N², используя критерий Кохрена, проверяется гипотеза об однородности дисперсий.

Для этого рассчитывается значение G_{max} по формуле

$$G_{\max} = (S_N^2)_{\max} / \sum_{i=1}^L S_N^2 \quad (\text{Б7})$$

Полученное значение G_{\max} сравнивают с $G_{\text{табл.}}$ для числа степеней свободы $\nu=N-1$ и $f= L(N-1)$, принятой доверительной вероятности $P=0,95$ (см. таблицу Б.5, МИ-2336-95, при $L=7$ и $N=3$).

f	$\nu=N-1=2$
10	0,4450
12	0,3924
15	0,3346

Если $G_{\max} > G_{\text{табл.}}$, то дисперсии считаются однородными и соответствующие значения $(S_N^2)_{\max}$, которые приводят к превышению G_{\max} над $G_{\text{табл.}}$ из дальнейших расчетов исключают, процедуру исключения членов рассматриваемого ряда величин S_N^2 проводят до тех пор, пока $G_{\max} < G_{\text{табл.}}$.

Неисключенные из расчетов S_N^2 считают однородными и по ним оценивают СКО, характеризующее сходимость результатов параллельных определений.

СКО, характеризующее сходимость результатов параллельных определений ($S_{\text{СХ}}$), рассчитывается по формуле

$$S_{\text{СХ}} = \sqrt{\sum_{i=1}^L S_N^2 / L}, \quad (\text{Б8})$$

где сумма не содержит отброшенных значений.

СКО случайной составляющей погрешности $\sigma(\Delta)$ или показатель сходимости $\sigma_{\text{СХ}}$ результатов параллельных определений рассчитываются по формуле

$$\sigma(\Delta) = \sigma_{\text{СХ}} = S_{\text{СХ}} \cdot \gamma(f), \quad (\text{Б9})$$

где $\gamma(f)$ - коэффициент, учитывающий смещенность оценки $S_{\text{СХ}}$ для числа степеней свободы $f = L(N-1)$, находится по таблице Б.2 МИ-2336-95. При $L=7$ и $N=3$ $\gamma(f)=1,019$.

f	$\gamma(f)$
10	1,028
12	1,023
14	1,019

Норматив контроля сходимости результатов параллельных определений (d) рассчитывается по формуле

$$d = Q(P,n) \cdot \sigma_{\text{СХ}}, \quad (\text{Б10})$$

где $Q(P,n)$ - коэффициент, зависящий от доверительной вероятности (P) и числа параллельных определений, $Q(P,n) = 3,31$ при $N=3$ и $P=0,95$.

Б3.2 Оценивание характеристики систематической составляющей погрешности.

Б3.2.1 Систематическая составляющая погрешности измерения расхода, связанная с погрешностью применяемых СИ, определяется в соответствии с МИ 2334-95 по формуле

$$\sigma(\delta_{\text{с-си}}) = 100 \cdot \sqrt{(\Delta V/V)^2 + (\Delta t/t)^2}, \quad (\text{Б11})$$

где: $\sigma(\delta_{\text{с-си}})$ - относительная погрешность систематической составляющей погрешности, %;

V - объем измерительной бюретки, см^3 ;

ΔV - предел допускаемой погрешности вместимости измерительной бюретки, см^3 ;

Δt – погрешность измерения секундомера (0,6 с) за промежуток времени t , равный 10 минутам.

1) $\sigma(\delta_{с-СИ})_g$ - для расхода дозируемого исходного раствора определяется по формуле

$$\sigma(\delta_{с-СИ})_g = 100 \cdot \sqrt{(\Delta V_1/V_1)^2 + (\Delta t/t)^2}, \quad (\text{Б11-а})$$

где: V_1 – вместимость измерительной бюретки, 5 или 25 см³;

ΔV_1 – предел допускаемой погрешности вместимости измерительной бюретки, 0,02 см³ или 0,1 см³.

- Для бюретки вместимостью 5 см³ $\sigma(\delta_{с-СИ})_g = 100 \cdot \sqrt{(0,02/5)^2 + (0,6/600)^2} = 0,41 \%$

- Для бюретки вместимостью 25 см³ $\sigma(\delta_{с-СИ})_g = 100 \cdot \sqrt{(0,1/25)^2 + (0,6/600)^2} = 0,41 \%$

2) $\sigma(\delta_{с-СИ})_{(G+g)}$ - для расхода поверочной смеси определяется по формуле

$$\sigma(\delta_{с-СИ})_{(G+g)} = 100 \cdot \sqrt{(\Delta V_2/V_2)^2 + (\Delta t/t)^2}, \quad (\text{Б11-б})$$

где V_2 – объем измерительной бюретки, 100 см³;

ΔV_2 – предел допускаемой погрешности вместимости измерительной бюретки, 0,2 см³.

$$\sigma(\delta_{с-СИ})_{(G+g)} = 100 \cdot \sqrt{(0,2/100)^2 + (0,6/600)^2} = 0,22 \%$$

Б3.2.2 Абсолютное значение ($\Delta_{СИ}$, см³/мин или дм³/ч) систематической составляющей погрешности измерения расхода определяется по формуле

$$\Delta_{СИ} = 0,01 \cdot \sigma(\delta_{с-СИ}) \cdot X_L \quad (\text{Б12})$$

где \overline{X}_L - среднее арифметическое значение расхода из L -измерений за период времени, равный 2-ум часам по формуле

$$\overline{X}_L = \sum_{i=1}^L X_{Ni} / L, \quad (\text{Б13})$$

где \overline{X}_{Ni} - среднее арифметическое параллельных определений i - измерения расхода, см³/мин или дм³/ч;

$L = 7$ - количество измерений в течение двух часов (с интервалом, равным 20 минутам).

Б3.2.3 Верхняя и нижняя границы интервала ($\Delta_{с-в}$ и $|\Delta_{с-н}|$, см³/мин или дм³/ч), в котором находится систематическая погрешность (Δ_c , см³/мин или дм³/ч) определяется по формуле

$$\Delta_{с-в} = |\Delta_{с-н}| = \Delta_c = \pm 1,1 \sigma(\Delta_c), \quad (\text{Б14})$$

где 1,1 - квантиль нормального распределения, соответствующий доверительной вероятности $P=0,95$.

Б3.3 Оценивание характеристики общей погрешности результатов измерения

СКО общей погрешности ($\sigma(\Delta)$, см³/мин или дм³/ч) результатов измерения определяется по формуле

$$\sigma(\Delta) = \sqrt{\sigma_L(\Delta)^2 + \sigma(\Delta_c)^2} \quad (\text{Б15})$$

Оценка верхней и нижней границы интервала погрешности (Δ_v и Δ_n , см³/мин или дм³/ч), в котором находится погрешность результатов измерений (Δ , см³/мин или дм³/ч) расходов, проводится в соответствии с МИ 2336-95 по формуле

Оценка верхней и нижней границы интервала погрешности (Δ_v и Δ_n , см³/мин или дм³/ч), в котором находится погрешность результатов измерений (Δ , см³/мин или дм³/ч) расходов, проводится в соответствии с МИ 2336-95 по формуле

$$\Delta_v = |\Delta_n| = \Delta = \pm 1,96 \sqrt{\sigma_L(\Delta)^2 + \sigma(\Delta_c)^2} \quad (\text{Б16})$$

где 1,96 - квантиль нормального распределения, соответствующий доверительной вероятности $P=0,95$.

Б4 Оформление результатов измерений

Результаты расчета погрешности измерения расходов для каждого значения расхода представляются в виде таблицы Б3.

Таблица Б3 – Расчет погрешности

№ п/п	Результаты параллельных определений расхода, см ³ /мин	Среднее значение, см ³ /мин	Дисперсия
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
Дисперсия max Сумма дисперсий Gmax			
		см ³ /мин	%
СКО-сх, Показатель сходимости Сходимость Ср. значение СКО сист Граница интервала сист. погрешности Общая погрешность			

Ведущий инженер ГЦИ СИ «Воентест»
32 ГНИИИ МО РФ



С. Калинин

Приложение В
(справочное)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Протокол № _____ от _____ 20__ г. поверки УСПР
_____, (предприятие изготовителя)
принадлежащего _____

1 Тип – УСПР № _____

2 Основные технические характеристики

3 Условия поверки _____

4 Средства поверки _____
(тип и номер набора образцовых средств)

_____ (погрешность поверки)

5 Результаты поверки

5.1 Внешний осмотр

5.2 Определение метрологических характеристик

Наименование поверяемого параметра	Допустимое значение параметра по паспорту прибора, не более	Установленное значение параметра по результатам поверки	Заключение: соответствует, не соответствует

На основании результатов поверки выдано свидетельство № _____

Извещение о пригодности (непригодности) № _____

Поверитель _____

Дата поверки _____