

УТВЕРЖДАЮ
Начальник ГЦИ СИ «Воентест»
32 ГНИИ МО РФ
А.Ю. Кузин

« 28 » _____ 2006 г.

СОГЛАСОВАНО
Зам. руководителя ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
В.С. Александров

« _____ » _____ 2006 г.

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ФГУП «НИТИ им. А.П. Александрова»
В.А. Василенко

« 20 » _____ 2006 г.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ СТЕНД
ДЛЯ КОМПЛЕКСНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИСПЫТАНИЙ СРЕДСТВ ХИМИЧЕСКОГО
КОНТРОЛЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ВОДНЫХ ТЕПЛОНОСИТЕЛЕЙ (ЭСХК-1/БП1)

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

Лист утверждения
03.068.0000.00 Д - ЛУ

СОГЛАСОВАНО
Ведущий научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП ВНИИМ
В.И. Суворов

« _____ » _____ 2006 г.

Главный метролог ФГУП
«НИТИ им. А.П. Александрова»
А.Е. Карусев

« _____ » _____ 2006 г.

Начальник отдела 5
А.А. Ефимов

« _____ » _____ 2006 г.

Руководитель темы,
зав. лабораторией 57
А.Г. Шматко

« _____ » _____ 2006 г.

Нормоконтролер
Л.В. Иванова

« _____ » _____ 2006 г.



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

УТВЕРЖДЕН
03.068.0000.00 Д – ЛУ

Код ЕКПС 6627

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ СТЕНД
ДЛЯ КОМПЛЕКСНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИСПЫТАНИЙ СРЕДСТВ ХИМИЧЕСКОГО
КОНТРОЛЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ВОДНЫХ ТЕПЛОНОСИТЕЛЕЙ (ЭСХК-1/БП1)**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

03.068.0000.00 Д

2006 г.

Настоящая методика поверки распространяется на стенд экспериментальный для комплексных исследований и испытаний средств химического контроля показателей качества водных теплоносителей (ЭСХК/БП1), обеспечивающий приготовление поверочных растворов с заданной концентрацией поверочных компонентов и нормируемыми характеристиками погрешностей, и устанавливает методы и средства первичной и периодических поверок при выпуске из производства, ремонте и эксплуатации.

Межповерочный интервал – 1 год.

Принятые в методике поверки сокращения:

РЭ – руководство по эксплуатации;

ТО – техническое описание и инструкция по эксплуатации;

МВИ – методика выполнения измерения;

ПП – первичный преобразователь;

ВП – вторичный преобразователь;

ВВЧ – вода высокой чистоты;

УЭП – удельная электропроводность;

РСИ – рабочие средства измерений;

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

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
1 Операции поверки	4
2 Средства поверки	4
3 Требования к квалификации поверителей	6
4 Требования безопасности	6
5 Условия поверки	6
6 Подготовка к поверке	6
7 Проведение поверки	6
7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности	6
7.2 Опробование	6
7.3 Определение метрологических характеристик	7
8 Оформление результатов поверки	17
Приложение А – Перечень РСИ в составе ЭСХК/БП1	18
Приложение Б – Протокол поверки	19

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 ЭСХК/БП1	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 показателей качества деионизованной и обескислороженной воды	п. 7.3.3	+	+
3.4	Определение погрешности измерительного канала расхода дозируемого исходного раствора	п. 7.3.4	+	+
3.5	Определение погрешности измерительного канала расхода поверочного раствора	п. 7.3.5	+	+
3.6	Определение погрешности измерительного канала температуры поверочного раствора	п. 7.3.6	+	+*
3.7	Определение погрешности приготовления поверочных растворов	п. 7.3.7	+	+

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

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	Метрологические и основные технические характеристики средства поверки
1	2	3
Кондуктометр типа КЛ-4 (в составе первичного преобразователя и измерительного блока)	5Ж2.840.047 ТУ	Предел основной приведенной погрешности в диапазоне измерений от 0,01 до 1 мкСм/см - $\pm 1,0\%$ от ближайшего верхнего значения десятичного разряда интервала измерений. Предел основной относительной погрешности в диапазоне измерений от 1 до $1,5 \cdot 10^6$ мкСм/см - $\pm 0,5\%$
Весы лабораторные типа ВЛР – 200г	ТУ 25-06-499-69	Абсолютная погрешность $\pm 0,0002$ г
Барометр-анероид метеорологический типа БАММ-1	ТУ 25-11.1513-79	Диапазон измерений 80-106 кПа, предел допускаемой погрешности $\pm 0,2$ кПа
Секундомер типа СОСпр-26-2-010	ТУ 25-1894.003-80	$\pm 0,6$ с за 60 минут

Продолжение таблицы 2

1	2	3
Хроматограф ионный «Стайер»	Регистрационный номер в Госреестре №16547-97	Диапазон измерения массовых концентраций хлорид-ионов 0,5÷20 мкг/дм ³
Поверочные газовые смеси ГСО ПГС	ТУ 6-162956-92	Диапазон объемных концентраций кислорода от 0,02 до 2 % Относительная погрешность 1,5 %
Термометр стеклянный ртутный для точных измерений типа ТР-1	ГОСТ 13646-68	Диапазон измерений от 20 до 60 °С, цена деления 0,01 °С
Термометр типа ТЛ - 4	ТУ 25 – 2021.003 - 88	Диапазон измерений от 0 до 55 °С, абсолютная погрешность ±0,2 °С
Термометр типа ТЛ-2	ТУ 25-2021.003-88	Диапазон измерений от 0 до 100 °С, абсолютная погрешность ±1 °С
Колба мерная 2 класса точности вместимостью 1дм ³ , 4шт	ГОСТ 1770 – 74	Абсолютная погрешность ±0,8 см ³
Колба мерная 2 класса точности вместимостью 250 см ³ , 3шт.	ГОСТ 1770-74	Абсолютная погрешность ± 0,3 см ³
Пипетка 2 класса точности вместимостью 100 см ³ , 1шт.	ГОСТ 29166-91	Абсолютная погрешность ± 0,15 см ³
Пипетка 2 класса точности вместимостью 50 см ³ , 1шт.	ГОСТ 29166-91	Абсолютная погрешность ± 0,10 см ³
Пипетка 2 класса точности вместимостью 10 см ³	ГОСТ 29166-91	Абсолютная погрешность ± 0,05 см ³
Пипетка 2 класса точности вместимостью 5 см ³	ГОСТ 29166-91	Абсолютная погрешность ± 0,03 см ³
Цилиндр мерный 2 кл. точности вместимостью 1000 см ³	ГОСТ 1770-74	Абсолютная погрешность ± 10 см ³
Цилиндр мерный 2 кл. точности вместимостью 500 см ³	ГОСТ 1770-74	Абсолютная погрешность ± 5 см ³
Цилиндр мерный 2 кл. точности вместимостью 25 см ³	ГОСТ 1770-74	Абсолютная погрешность ± 0,5 см ³
Печь муфельная типа ПЛ-5/1250	ГОСТ 16370-80	T=1250 °С
Эксикатор	ГОСТ 25336-82	
Склянка с тубусом вместимостью 5 дм ³	ГОСТ 25336-82	
Банка из полиэтилена	Вместимость 250 см ³	
Ячейка проточная	01.030.3100.00	
Пробка с трубкой № 41	01.030.3600.00	
Пробка с трубкой № 31	01.030.3700.00	
Зажим винтовой		
Натрий хлористый «хч»	ГОСТ 4233-77	Массовая доля осн. в-ва 99,9%
Натрий сернистокислый, ч.д.а.	ТУ 6-09-5313-86	
Кобальт двуххлористый, ч	ТУ-6-09-012-711-87	
Натрий углекислый, х.ч.	ГОСТ 83-73	
Натрий углекислый кислый, х.ч.	ГОСТ 4201-78	
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204-77	
Трубка ПВХ dy4	ТУ 64-1-28/3-75	
Трубка силиконовая медицинская dy4	ТУ 9436-152-001-4935-97	
Трубка силиконовая медицинская dy10	ТУ9436-152-001-4935-97	
Трубка термоизолирующая каучуковая Kaiflex dy6		

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 метрологических 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) ЭСХК-1/БП1, № 03.068.0000.00 РЭ;
- Руководство по эксплуатации на кондуктометр КЛ-4, №5Ж2.840.047 ПС.

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 ЭСХК-1/БП1.

5 Условия поверки

Определение метрологических характеристик ЭСХК-1/БП1 производится в нормальных условиях:

- | | |
|--|------------------|
| - температура окружающего воздуха | от 15 до 35 °С |
| - относительная влажность | от 45 до 80 % |
| - атмосферное давление | от 84 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 ЭСХК-1/БП1 в соответствии с РЭ.

6.4 Перед проведением поверки все рабочие средства измерений (РСИ) в составе ЭСХК-1/БП1 должны быть поверены в соответствии с ПР 50.2.006-2001. Перечень РСИ в составе ЭСХК-1/БП1, 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 ЭСХК-1/БП1 следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работу.
- комплектность ЭСХК-1/БП1 должна соответствовать требованиям руководства по эксплуатации 03.068.0000.00 РЭ.

7.2 Опробование ЭСХК-1/БП1

Опробование ЭСХК-1/БП1 необходимо провести, выполнив операции в соответствии с разделами 2.1.3 и 2.2.1 РЭ.

7.3 Определение метрологических характеристик

Принятые в данном разделе сокращения приведены в соответствии с руководством по эксплуатации ЭСХК-1/БП1.

7.3.1 Определение погрешности измерительного канала удельной электропроводности (УЭП)

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

7.3.1.1 Определение погрешности измерительного канала

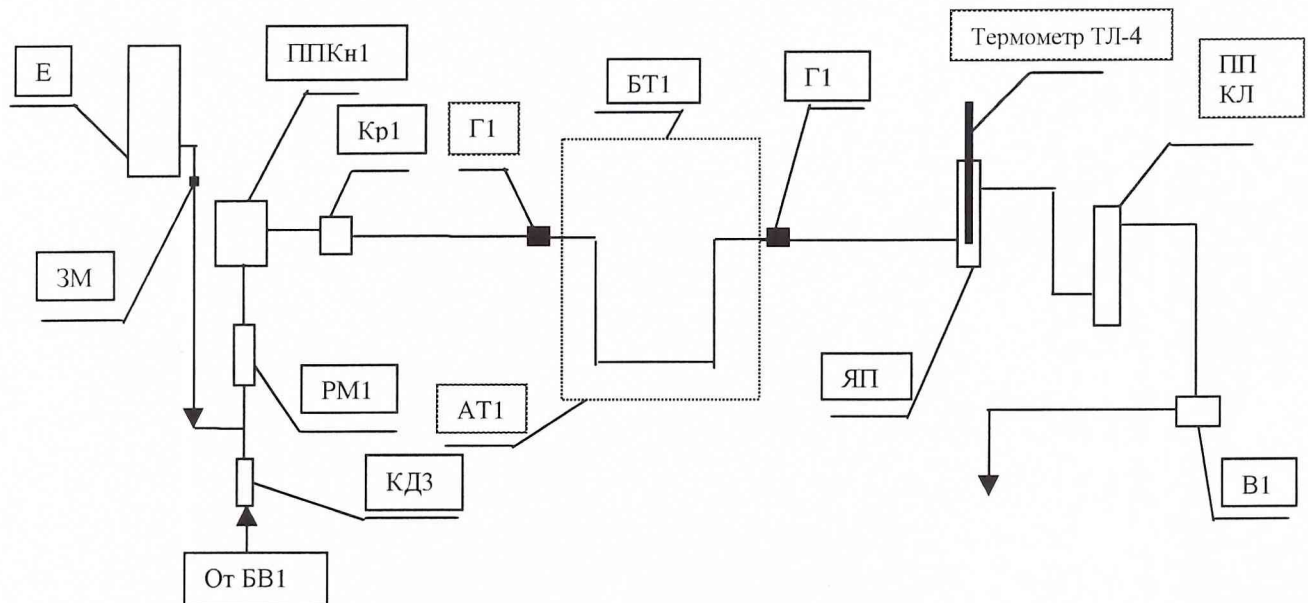


Рис. 1 – Схема гидравлических соединений для определения погрешности измерительного канала УЭП.

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

- перекристаллизовать натрий хлористый по методике, приведенной в приложении (А) к РЭ и прокалить его до постоянного веса;
- в соответствии с рис.1 вход и выход теплообменника АТ1 отсоединить от гидравлической линии и подсоединить к ним переходники Г1;
- при помощи трубки ПВХ du4 соединить последовательно следующие элементы: распределитель Кр1↔теплообменник АТ1↔ячейка проточная (ЯП) для измерения температуры↔первичный преобразователь (ПП) кондуктометра КЛ-4↔коллектор В1;
- в ЯП установить термометр ТЛ-4;
- обеспечить термоизоляцию гидравлической линии после выходного штуцера теплообменника АТ1;
- подготовить к работе кондуктометр КЛ-4 в соответствии с руководством по эксплуатации;
- включить баню термостатирующую БТ1, установить в ней температуру 25 °С и дождаться выхода режим стабилизации температуры;
- подготовить БП1 к работе в **режиме «1»** в соответствии с п.п. 1-3) раздела 2.1.3.2 РЭ;
- переключить Кр1 в положение «Отбор воды»;
- открыть КДЗ и установить расход деионизованной воды через ППКн1 при помощи ротаметра Рм1 не менее 6 дм³/час;
- контролировать температуру по термометру ТЛ-4;
- после достижения установившихся показаний по 1 каналу контроллера анализатора АТОН-801МП (АТОН) менее 0,1 мкСм/см зафиксировать значения приведенной к 25 °С

УЭП₂₅ деионизованной воды по анализатору АТОН и по образцовому кондуктометру КЛ-4, результаты занести в таблицу 3;

- закрыть КДЗ;
- в емкости Е вместимостью 5 дм³ приготовить 3 дм³ воды, насыщенной углекислым газом воздуха, в соответствии с методикой приложения (А) к РЭ;
- соединить нижний патрубок емкости с ротаметром Рм1 через тройник при помощи силиконовой трубки с зажимом в соответствии с рис. 1;
- открыть зажим и установить расход воды через ППКн1 при помощи ротаметра Рм1 не менее 6 дм³/час;
- контролировать температуру по термометру ТЛ-4;
- после достижения установившихся показаний по 1 каналу контроллера анализатора АТОН зафиксировать значения УЭП₂₅ насыщенной воды по анализатору АТОН и по образцовому кондуктометру КЛ-4, результаты занести в таблицу 3;
- приготовить последовательно по 3 дм³ контрольных растворов с массовыми концентрациями натрия хлористого 36 и 180 мг/дм³ в соответствии с методикой приложения (А) к РЭ и провести вышеуказанные измерения, результаты занести в таблицу 3;

Таблица 3

УЭП, мкСм/см	χ ₁			χ ₂			χ ₃			χ ₄		
АТОН												
КЛ-4												
δ, %												

- определение погрешности измерительного канала УЭП проводить методом непосредственного сличения показаний образцового кондуктометра КЛ-4 χ_{КЛ} с показаниями анализатора АТОН χ_{ППКн1};

- относительную погрешность измерения определить по формуле

$$\delta = 100\% * \frac{\chi_{ППКн1} - \chi_{КЛ}}{\chi_{КЛ}}, \quad (1)$$

где χ_{ППКн1} – удельная электропроводность поверочного раствора по показаниям АТОН;
χ_{КЛ} – удельная электропроводность поверочного раствора по показаниям кондуктометра КЛ-4.

Указанные действия произвести по три раза на каждом растворе.

Все операции, приведенные выше произвести с блоком датчика ППКн2, измеряя УЭП по 2 каналу контроллера анализатора АТОН и по образцовому кондуктометру КЛ-4, результаты занести в таблицу 3.

Измерительный канал УЭП считается выдержавшим поверку, если максимальное значение приведенной погрешности для каждого датчика и диапазона измерений анализатора АТОН не превышает ± 2 %.

7.3.1.2 Порядок завершения работ

После окончания измерений необходимо выполнить следующие операции:

- залить в емкость Е 2 дм³ деионизованной воды и произвести промывку собранной гидравлической линии;
- восстановить гидравлическую линию ЭХСК-1/БП1.

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.

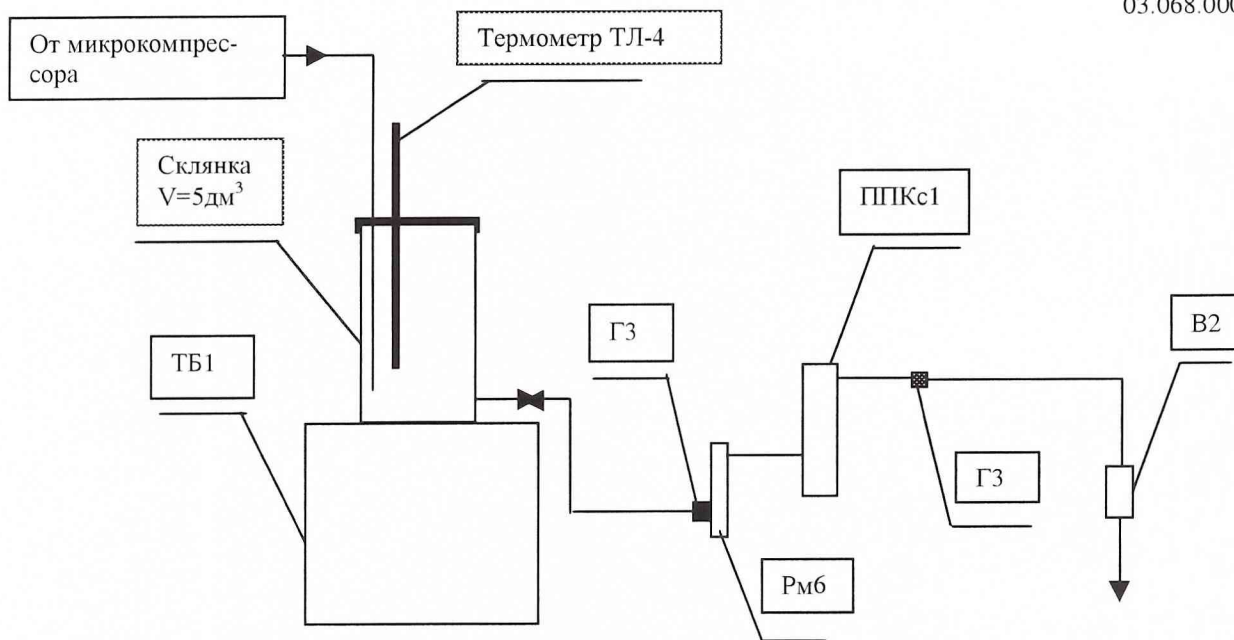


Рис. 2 – Схема гидравлических соединений для определения погрешности измерительного канала массовой концентрации растворенного кислорода

7.3.2.1 Проверка «нулевого сигнала»

Для проверки «нулевого сигнала» необходимо выполнить следующие операции:

- приготовить 2 дм³ воды с нулевым содержанием растворенного кислорода, для чего залить в склянку 2 дм³ деионизованной воды 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 ТБ1;
- от входного штуцера ротаметра Рмб отсоединить трубопровод и подсоединить к нему переходник ГЗ;
- нижний патрубок склянки вместимостью V=5 дм³ с помощью трубки ПВХ dy4 с винтовым зажимом соединить с ГЗ, зажим закрыть;
- на выходной патрубок первичного преобразователя ППКс1 подсоединить переходник ГЗ;
- на переходник ГЗ надеть трубку ПВХ и завести ее в воронку В2;
- соединить силиконовую трубку с переходником ГЗ;
- подать обескислороженную воду на вход ППКс1 с расходом на уровне 3,0 дм³/ч и пропускать ее в течение 30 минут;
- через 30 минут зафиксировать показания по 1 каналу ВП кислородомера КАМ-04МП.1.

Значение массовой концентрации растворенного кислорода не должно превышать 3 мкг/дм³.

По окончании работ залить в склянку 3 дм³ деионизованной воды и произвести промывку собранной гидравлической линии.

7.3.2.2 Определение погрешности измерительного канала.

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

- залить в склянку вместимостью V=5 дм³ деионизованной воды в количестве 3 дм³, вставить в горловину пробку с металлической трубкой, и поместить склянку в баню термостатирующую ТС1;
- приготовить в склянке поверочные растворы с использованием ГСО ПГС в соответствии с инструкцией с массовыми концентрациями растворенного кислорода на уровне 0,2; 0,5; 0,8 мг/дм³;

- подать раствор из склянки на вход ППКс1, для чего достать склянку из бани термостатирующей, поставить на крышку, открыть винтовой зажим и входной клапан ППКс1;
- по ротаметру Рмб установить расход раствора через ППКс1 на уровне 3,0 дм³/ч;
- зафиксировать установившиеся показания по 1 каналу ВП кислородомера КАМ-04МП.1;
- закрыть входной клапан ППКс1, винтовой зажим на силиконовой трубке, отсоединить силиконовую трубку от переходника ГЗ, снять пробку со склянки и удалить оставшийся раствор;
- рассчитать значение относительной погрешности измерения массовой концентрации растворенного кислорода по формуле

$$\delta = 100\% * \frac{|C_{изм} - C_{контр}|}{C_{изм}}, \quad (2)$$

где $C_{изм}$ – измеренное значение массовой концентрации растворенного кислорода, мкг/дм³;
 $C_{контр}$ – расчетное значение массовой концентрации растворенного кислорода, мкг/дм³.

Измерительный канал массовой концентрации растворенного кислорода считается выдержавшим поверку, если максимальные значения относительной погрешности измерений для поверочных растворов в диапазоне 0+1000 мкг/дм³ не превышают предела, вычисленного по формуле

$$\gamma = \pm (5 + 0,08(D / C_{изм} - 1)) \quad (3)$$

где D – верхний предел диапазона измерения;
 $C_{изм}$ – показания кислородомера.

Все операции, приведенные выше произвести с блоком датчика ППКс2, измеряя массовые концентрации по 2 каналу ВП кислородомера КАМ-04МП.1.

7.3.2.3 Порядок завершения работ

После окончания измерений необходимо выполнить следующие операции:

- залить в склянку 5 дм³ деионизованной воды и произвести промывку собранной гидравлической линии;
- подсоединить ППКс1 и ППКс2 к гидравлической линии ЭСХК/БП1.

7.3.3 Определение показателей качества деионизованной и обескислороженной воды

7.3.3.1 Для определения показателей качества деионизованной воды необходимо выполнить следующие операции:

- подготовить БВ1 к работе в **режиме «1»** согласно п. 2.1.3.1 РЭ;
- открыть клапан КД3;
- установить расход деионизованной воды с помощью клапана КД3 по ротаметру РМ1 на уровне 3 дм³/час;
- контролировать значение УЭП по каналу 1 контроллера многоканального анализатора жидкости АТОН-801МП;
- при достижении значения УЭП $\leq 0,1$ мкСм/см произвести отбор воды из распределителя Кр1 в емкость для определения массовой концентрации хлорид-ионов в деионизованной воде;
- провести анализ воды в соответствии с «МВИ содержания анионов (фторидов, хлоридов, нитратов, нитритов, фосфатов и сульфатов) в пробах вод технологических сред ЯЭСУ методом ионной хроматографии»;
- открыть клапан КД4;
- установить расход с помощью клапана КД4 по ротаметру Рм2 не менее 3 дм³/час;
- контролировать значение рН по каналу 3 контроллера многоканального анализатора жидкости АТОН-801МП.

7.3.3.2 Для определения показателей качества обескислороженной воды необходимо выполнить следующие операции:

- подготовить БВ1 к работе в **режиме «2»** согласно п. 2.1.3.1 РЭ;
- открыть клапан КД1;
- открыть клапан запорный на первичном преобразователе ППКс1;
- установить расход обескислороженной воды с помощью клапана КД1 по ротаметру РМ6 не менее 3 дм³/час;
- контролировать значение массовой концентрации растворенного кислорода по каналу 1 вторичного преобразователя кислородомера автоматического КАМ-04МП.1.

ЭСХК/БП1 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 0,003
- рН, ед. рН от 6,6 до 7,0

- для обескислороженной воды:

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

7.3.4 Определение погрешности измерительного канала расхода дозируемого исходного раствора.

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

- приготовить исходный раствор натрия хлористого с массовой концентрацией $C_2 = 36$ мг/дм³ в соответствии с приложением А к РЭ;
- емкость для дозирования заполнить исходным раствором с массовой концентрацией натрия хлористого $C_2 = 36$ мг/дм³ и подсоединить ее к фильтровальной камере;
- произвести подготовку УРХС в соответствии с п.п. 5) раздела 2.1.3.2 РЭ;
- на пульте управления насоса-дозатора Н2 установить скорость дозирования $g = 1,00$ мл/мин и включить подачу дозируемого исходного раствора;
- с помощью блока измерения расхода Бр1.1 и секундомера произвести 7 раз с интервалом 20 минут по три параллельных измерения расхода дозируемого исходного раствора;
- обработку результатов произвести в соответствии с «МВИ расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочной смеси № 05-03-79М»;
- результаты измерений занести в таблицу 4;
- аналогичные операции произвести при скорости дозирования насоса Н2 $g = 5,00$ и $9,00$ мл/мин;
- после окончания работ произвести промывку УРХС деионизованной водой из емкости для дозирования в соответствии с п.п. 5) раздела 2.1.3.2 РЭ.

Измерительный канал расхода дозируемого исходного раствора считается выдержавшим поверку, если максимальное значение относительной погрешности не превышает $\pm 0,9$ %.

7.3.5 Определение погрешности измерительного канала расхода поверочного раствора

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

- подготовить БВ1 к работе в **режиме «1»** в соответствии с разделом 2.1.3.1 РЭ;
- выходной патрубок БП1 «На потребителя» соединить с входным патрубком БП1 «От потребителя» при помощи силиконовых трубок;
- открыть клапаны КД5 и КД7;
- с помощью клапана КД5, регулятора давления РД1 по ротаметру РМ3 установить расход деионизованной воды на уровне 4 дм³/час;
- емкость для дозирования заполнить деионизованной водой и подсоединить ее к фильтровальной камере;
- произвести подготовку УРХС в соответствии с п.п. 5) раздела 2.1.3.2 РЭ;

- на пульте управления насоса-дозатора Н2 установить скорость дозирования $g=5,00$ мл/мин и включить подачу дозируемого исходного раствора;
- при помощи блока измерения расхода Бр3 и секундомера произвести 7 раз с интервалом 20 минут по три параллельных измерения расхода поверочного раствора;
- обработку результатов произвести в соответствии с «МВИ расхода дозируемого исходного раствора и расхода поверочной смеси № 05-03-79М»;
- результаты измерений занести в таблицу 4;
- аналогичные операции произвести с расходом деионизованной воды на уровне 9 и 14 $дм^3/час$.

Таблица 4

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

Измерительный канал расхода поверочного раствора считается выдержавшим поверку, если максимальное значение относительной погрешности не превышает $\pm 0,6\%$.

7.3.6 Определение погрешности измерительного канала температуры поверочного раствора

Для определения погрешности измерительного канала температуры необходимо произвести следующие операции:

- подготовить БВ1 к работе в **режиме «1»** в соответствии с разделом 2.1.3.1 РЭ;
- включить баню термостатирующую БТ1 и установить в ней температуру $25^{\circ}C$ и дождаться выхода на режим стабилизации температуры (загорание зеленого светодиода);
- закрепить на стойке ячейку проточную для измерения температуры;
- установить термометр ТР-1 в ячейку проточную, для чего открутить крышку ячейки, вставить термометр через резиновое кольцо до упора, соблюдая предосторожность, и закрыть крышку;
- выходной патрубок БП1 «На потребителя» соединить при помощи трубки ПВХ со входом ячейки проточной для измерения температуры поверочных растворов, обеспечив при этом термоизоляцию;
- выход ячейки проточной соединить с входным патрубком БП1 «От потребителя» при помощи ПВХ и силиконовых трубок;
- открыть клапаны КД5 и КД7;
- с помощью клапана КД5 и регулятора давления РД1 по ротаметру Рм3 установить расход деионизованной воды в БП1 на уровне $14 дм^3/час$;

- при помощи термометра ТР-1 произвести семь измерений температуры поверочного раствора на выходе УСПР с интервалом 20 минут;

- определить абсолютную погрешность измерения температуры по формуле

$$\Delta T_i = T_{i_{изм}} - T_{i_{БТ1}}, \quad (4)$$

где $T_{i_{изм}}$ – значение температуры поверочного раствора, измеренное при помощи термометра ТР-1 с интервалом 20 мин., °С;

$T_{i_{БТ1}}$ – значение температуры поверочного раствора, измеренное при помощи термометра ТР-1 после выхода бани термостатирующей БТ1 на режим стабилизации температуры, °С;

- результаты измерений занести в таблицу 5;

Таблица 5

№ _{изм}	1	2	3	4	5	6	7
$T_{i_{БТ1}}, ^\circ\text{C}$							
$T_{i_{изм}}, ^\circ\text{C}$							
$\Delta T_i, ^\circ\text{C}$							

- аналогичные операции провести при температуре, установленной в бане термостатирующей БТ1, 40 и 55 °С.

Измерительный канал температуры поверочного раствора считается выдержавшим проверку, если максимальное значение абсолютной погрешности не превышает $\pm 0,1$ °С.

7.3.7 Определение погрешности приготовления поверочных растворов

7.3.7.1 Для определения погрешности приготовления поверочных растворов УЭП диапазона $0,6 \div 100$ мкСм/см необходимо произвести следующие операции:

- подготовить БВ1 к работе в **режиме «1»** в соответствии с разделом 2.1.3.1 РЭ;

- открыть клапан КД3;

- установить расход деионизованной воды с помощью клапана КД3 по ротаметру РМ1 на уровне $3 \text{ дм}^3/\text{час}$;

- контролировать значение УЭП по каналу 1 контроллера многоканального анализатора жидкости АТОН-801МП;

- при достижении значения УЭП $\leq 0,1$ мкСм/см произвести отбор воды из распределителя Кр1 и приготовить исходные растворы с массовой концентрацией натрия хлористого $180 \text{ мг}/\text{дм}^3$ и $1800 \text{ мг}/\text{дм}^3$ в соответствии с приложением А к РЭ;

- пересчитать значение УЭП деионизованной воды в солесодержание в соответствии с РД5.ИМЯН.037-88

$$C_1 = a\chi - b, \quad (5)$$

где χ – удельная электропроводность деионизованной воды, мкСм/см;

a и b – температурные коэффициенты, соответственно равные при 25 °С 0,461 и 0,024.

- емкость для дозирования заполнить деионизованной водой и подсоединить ее к фильтровальной камере;

- произвести подготовку УРХС в соответствии с п.п. 5) раздела 2.1.3.2 РЭ;

- закрепить на стойке первичный преобразователь кондуктометра КЛ-4;

- подсоединить вход первичного преобразователя кондуктометра КЛ-4 к патрубку БП1 «На потребителя», а выход к патрубку БП1 «От потребителя» при помощи трубок ПВХ, обеспечив термоизоляцию;

- включить баню термостатирующую БТ1, установить температуру 25 °С и дождаться выхода на рабочий режим;

- подготовить к работе кондуктометр КЛ-4 в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации;

- заполнить емкость для дозирования исходным раствором с массовой концентрацией натрия хлористого $180 \text{ мг}/\text{дм}^3$, произвести промывку УРХС в соответствии с п.п. 5) раздела 2.1.3.2 РЭ;

- открыть клапана КД5 и КД7;

- с помощью регулятора давления РД1 и клапана КД5 по ротаметру Рм3 установить расход деионизованной воды в БП1 на уровне 6 дм³/час;
- установить на пульте управления насоса-дозатора Н2 расход дозирования на уровне 0,8 см³/мин, включить подачу исходного раствора;
- с помощью блока измерения расхода БР1.1 и секундомера измерить не менее трех раз расход дозируемого исходного раствора в соответствии с РЭ;
- с помощью блока измерения расхода Бр3 и секундомера измерить не менее трех раз расход поверочного раствора в соответствии с РЭ;
- после установления стабильных значений УЭП по каналу 2 контроллера анализатора АТОН 801МП в соответствии с заданным в РЭ ЭСХК-1/БП1 критерием стабильности К_{УЭП}, рассчитать значение массовой концентрации натрия хлористого в поверочном растворе

$$C_x = \frac{C_1 \bar{G} + C_2 \bar{g}}{\bar{G} + \bar{g}} \quad (6)$$

- 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;
- полученное значение перевести в значение удельной электропроводности в соответствии с РД5.ИМЯН.037-88 при 25 °С по формуле

$$\chi = \frac{C_x + a}{b}, \quad (7)$$

- где C_x – массовая концентрация натрия хлористого в поверочном растворе, мг/дм³;
- a и b – температурные коэффициенты, соответственно равные при 25 °С 0,461 и 0,024;
- зафиксировать значение УЭП по показаниям кондуктометра КЛ-4;
 - определить относительную погрешность приготовления поверочных растворов по формуле

$$\delta = \frac{\chi_x - \chi_{кл}}{\chi_{кл}} \quad (8)$$

- где χ_x – расчетное значение УЭП поверочного раствора по процедуре приготовления, мкСм/см;

$\chi_{кл}$ - значение УЭП по кондуктометру КЛ-4, мкСм/см;

- результаты измерений занести в таблицу 7;
- установить на пульте управления насоса-дозатора Н2 последовательно расходы дозирования на уровне 1,30 см³/мин и 2,30 см³/мин и провести вышеуказанные измерения и расчеты;

Таблица 6

№ из м	Скорость дозирования, см ³ /мин	C ₁ , мг/дм ³	C ₂ , мг/дм ³	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	χ _x , мкСм/см	χ _{кл} , мкСм/см	δ, %
1	0,80		180										
2	1,30												
3	2,30												
4	0,80		1800										
5	1,30												
6	2,30												

- заполнить емкость для дозирования исходным раствором с массовой концентрацией натрия хлористого 1800 мг/дм³ и провести вышеуказанные измерения и расчеты для диапа-

зона УЭП 10 ÷ 100 мкСм/см при расходах насоса-дозатора Н2 на уровне 0,80; 1,30 и 2,30 см³/мин;

- результаты измерений занести в таблицу 5.

Измерения провести трижды для каждого поверочного раствора, каждый раз приготавливая исходные растворы заново.

ЭСХК-1/БП1 считается выдержавшим поверку, если максимальные значения относительной погрешности в контрольных точках не превышают рассчитанных по формуле

$$\delta = \pm \left[\frac{1,4}{(\chi_{25} + 0,22)^2} + 1,1 \right] \% , \quad (9)$$

где χ_{25} – значение УЭП по кондуктометру КЛ-4, мкСм/см.

7.3.7.2 Для определения погрешности приготовления поверочных растворов кислорода в воде с массовой концентрацией на уровне 0,050 мг/дм³ необходимо произвести следующие операции:

- подготовить БВ1 к работе в **режиме «1»** в соответствии с разделом 2.1.3.1 РЭ;
- открыть клапан КД3;
- установить расход деионизованной воды с помощью клапана КД3 по ротаметру РМ1 на уровне 3 дм³/час;
- проконтролировать значение УЭП по каналу 1 контроллера многоканального анализатора жидкости АТОН-801МП;
- после достижения значения УЭП деионизованной воды менее 0,1 мкСм/см произвести отбор воды для приготовления исходного раствора - насыщенного раствора кислорода в воде по методике, приведенной в приложении А к РЭ, и начать приготовление;
- закрыть клапан КД3;
- подготовить БВ1 к работе в **режиме «2»** в соответствии с разделом 2.1.3.1 РЭ;
- открыть клапан КД1;
- открыть клапан запорный на первичном преобразователе ППКс1;
- установить расход обескислороженной воды с помощью клапана КД1 по ротаметру РМ6 на уровне 3 дм³/час;
- проконтролировать значение массовой концентрации растворенного кислорода (C_1) по каналу 1 вторичного преобразователя кислородомера автоматического КАМ-04МП.1 и убедиться в ее соответствии нормированному значению;
- заполнить емкость для дозирования исходным раствором и произвести подготовку УРХС в соответствии с п.п. 5) раздела 2.1.3.2 РЭ;
- открыть клапана КД5, КД6 и КД7;
- установить с помощью клапана КД6 по ротаметру Рм7 расход обескислороженной воды на уровне 3 дм³/час;
- с помощью регулятора давления РД1 и клапана КД5 по ротаметру Рм3 установить расход обескислороженной воды в БП1 на уровне 6 дм³/час;
- установить на пульте управления насоса-дозатора Н2 расход дозирования на уровне 0,8 см³/мин и включить подачу исходного раствора;
- с помощью блока измерения расхода БР1.1 и секундомера измерить не менее трех раз расход дозируемого исходного раствора в соответствии с РЭ;
- с помощью блока измерения расхода Бр3 и секундомера измерить не менее трех раз расход поверочного раствора в соответствии с РЭ;
- после установления стабильных значений по измерительному каналу 2 кислородомера КАМ-04МП.1 в соответствии с заданным в РЭ критерием стабильности K_{O_2} , рассчитать значение массовой концентрации растворенного кислорода в поверочном растворе по формуле 7 (здесь C_1 и C_2 – массовые концентрации растворенного кислорода в обескислороженной воде и исходном растворе соответственно; G – расход обескислороженной воды);
- определить абсолютную погрешность приготовления поверочных растворов по формуле

$$\Delta = C_x - C_{КАМ} \quad (10)$$

где C_x – расчетное значение массовой концентрации кислорода в поверочном растворе по процедуре приготовления, мг/дм³;

$C_{КАМ}$ - значение массовой концентрации по кислородомеру КАМ-04МП.1, мг/дм³;

- результаты измерений занести в таблицу 6.

Таблица 7

Скорость дозирования, см ³ /мин	C_1 , мг/дм ³	C_2 , мг/дм ³	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	$C_{КАМ}$, мг/дм ³	Δ , мг/дм ³
0,8		7-9									

Измерения провести трижды, каждый раз приготавливая исходный раствор заново.

ЭСХК-1/БП1 считается выдержавшим поверку, если максимальное значение абсолютной погрешности приготовления поверочных растворов не превышает $\pm 0,010$ мг/дм³.

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

8.2 Результаты поверки считаются положительными, если ЭСХК/БП1 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 ЭСХК/БП1 хотя бы по одному из требований настоящей методики.

8.5 Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещения о непригодности ЭСХК/БП1 и изъятии его из эксплуатации с указанием причины непригодности. При этом аннулируется свидетельство о поверке или гасится клеймо, или вносится соответствующая запись в паспорт.

Научный сотрудник 32 ГНИИИ МО РФ

С. Калинин

Приложение А
(справочное)

Перечень РСИ в составе ЭСХК-1/БП1

Таблица А.1 - Перечень РСИ в составе ЭСХК-1/БП1

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	250 1000	±0,2 см ³ ±0,8 см ³	Приготовление исходных и калибровочных растворов
Пипетка по ГОСТ 29169-91, 2-го класса точности*	Вместимость, см ³	50 100	±0,1 см ³ ±0,15 см ³	Приготовление исходных растворов
Бюретка по ГОСТ 29251-91, 2-го класса точности*	Вместимость, см ³	5 25	±0,02 см ³ ±0,1	Измерение расходов исходных растворов
Пипетка	Вместимость, см ³	На уровне 100**	±0,15 см ³	Измерение расходов поверочных растворов
Секундомер типа СОСпр-2б-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 поверочных растворов
Пипетки автоматические переменного объема по ТУ 9452-001-3318998-95	Объем дозирования, мкл	20-200 100-1000	±1,5 %	Приготовление калибровочных растворов для ионной хроматографии
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
Термометр стеклянный ртутный для точных измерений типа ТР-1 по ГОСТ 13646-68	Температура, °С	20- 60	Цена деления 0,01 °С	Измерение температуры поверочных растворов
Термометры типа ТЛ-4, 1-го класса точности типа ТЛ-2 по ТУ 25-2021.003-88	Температура, °С	0-55 0-100	± 0,2 °С ± 1 °С	Измерение температуры исходных растворов, поверочных растворов
Манометр типа ЭКМ-1У	Давление, kgf/cm ³	0÷25	Класс точности 1,5	Контроль давления деионизованной или обескислороженной воды
Преобразователь давления цифровой типа КРТ-7	Давление, МПа	0÷0,6 0÷1,6	Относительная погрешность ±1 %	Контроль давления деионизованной или обескислороженной воды, поверочного раствора
Кондуктометр лабораторный типа КЛ-4	Удельная электропроводность, См/м	1×10 ⁻⁶ ÷1×10 ⁻⁴ свыше 1×10 ⁻⁴	Приведенная погрешность ±1 % Относительная погрешность ±0,5 %	Определение погрешности измерительного канала УЭП, погрешности приготовления поверочных растворов

* Проверка производится только при выпуске из производства, периодической проверке изделия не подлежат.

** Вместимость в соответствии со свидетельством о калибровке.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Протокол № _____ от _____ 20__ г. поверки
ЭХСК/БПІ _____, (предприятие изготовите-
ля) принадлежащего _____.

1 Тип – ЭСХК/БПІ № _____

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 _____