

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
(ФГУП «УНИИМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП «УНИИМ»

С.В. Медведевских



" 05 2019 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Концентраторы ультразвуковые РЮХ S

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 109-241-2018

Екатеринбург

2019

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ»)**
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Крашенинина М. П.**
- 3 УТВЕРЖДЕНА директором ФГУП «УНИИМ» в марте 2019 г.**

СОДЕРЖАНИЕ

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	4
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ.....	4
3	ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	5
4	СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	6
5	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ.....	6
6	УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	7
7	ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ.....	7
8	ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	7
	8.1 ВНЕШНИЙ ОСМОТР	7
	8.2 ОПРОБОВАНИЕ.....	7
	8.3 ПРОВЕРКА МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК	8
9	ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	11
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	12
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	13

Государственная система обеспечения единства измерений.

Концентратомеры ультразвуковые PIOX S

Методика поверки

МП 109-241-2018

Дата введения в действие: март 2019 г

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на концентратомеры ультразвуковые PIOX S производства фирмы «FLEXIM GmbH», Германия (далее – концентратомеры) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Поверка концентратомеров должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России N 1815 от 02.07.2015 Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке с изменениями, утвержденными приказом Минпромторга № 5329 от 28.12.2018

Приказ Минтруда России №328н от 24.07.2013 Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ OIML K 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

ГОСТ 701-89 Кислота азотная концентрированная. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10484-78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ТУ 6-09-5360-88 Фенолфталеин, индикатор чистый для анализа. Технические условия

3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	8.1	да	да
2 Опробование	8.2	да	да
3 Проверка метрологических характеристик:	8.3		
3.1 Проверка допускаемой основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли кислот	8.3.1	да	да
3.2 Проверка допускаемой основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли гидроксида натрия и массовой доли карбоната натрия	8.3.2	да	да
3.3 Проверка диапазонов измерений массовых долей серной, соляной, азотной, плавиковой кислот, гидроксида натрия и карбоната натрия	8.3.3	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, концентратомер бракуется.

3.3 Допускается проведение методики поверки не в полном объеме для меньшего числа измеряемых компонентов.

4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- стандартный образец состава раствора соляной кислоты ГСО 9654-2010 с диапазоном аттестованных значений молярной концентрации от 0,099 до 0,110 моль/дм³ и с границами относительной погрешности аттестованных значений $\pm 0,05$ % при $P=0,95$;
- весы лабораторные неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой не менее 200 г и ценой деления 0,1 мг;
- колбы мерные 2-го класса точности, вместимостью 100, 500, 1000 см³ по ГОСТ 1770;
- бюретка 2-го класса точности, вместимостью 50 см³, с ценой деления 0,1 см³ по ГОСТ 29251;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- фенолфталеин по ТУ 6-09-5360-88, спиртовой раствор с массовой долей 1 %;
- колба коническая вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336;
- барометр-анероид метеорологический БАММ-1, диапазон измерений (600-800) мм рт.ст. с пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 1,5$ мм рт.ст.;
- измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 с диапазоном измерений относительной влажности от 0 до 99 %, с диапазоном измерений температуры от - 20 до 60 °С и с допускаемой основной абсолютной погрешностью измерений влажности $\pm 2,0$ % и с пределами допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,2$ °С.

4.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерений.

5 Требования безопасности и требования к квалификации поверителя

5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №328н от 24 июля 2013 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

5.2 Поверитель перед проведением поверки концентратометров должен ознакомиться с руководством по эксплуатации на концентратометр и пройти обучение по охране труда на месте проведения поверки.

6 Условия поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 20 до +30
- относительная влажность воздуха, (при $t=35$ °С), % не более 80

6.2 Концентраметры устанавливаются вдали от источников электромагнитных полей.

7 Подготовка к поверке

7.1 Концентраметры подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.2 Контрольные растворы приготовить в соответствии с приложением А.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре установить:

- отсутствие видимых повреждений концентраметров;
- чистоту концентраметров, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реактивов;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Опробование

8.2.1 Проверить работоспособность органов управления и регулировки концентраметра при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

8.2.2 Провести проверку идентификационных данных ПО концентраметра. Номер версии ПО идентифицируется при включении соответствующего пункта меню концентраметра путем вывода на экран номера версии. Номер версии ПО должен быть не ниже приведенной в таблице 2.

Таблица 2 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные	Значение для модификаций	
	S704, S705, S706	S721
Идентификационное наименование ПО	-	-
Номер версии ПО	не ниже 6.00	не ниже 7.00.00
Цифровой идентификатор ПО	-	-

8.3.1.2 Перед выполнением измерений массовой доли кислот контрольных растворов необходимо подготовить концентратомер к работе:

- установить основные параметры измерений в соответствии с РЭ на концентратомер: указать материал емкости (далее - трубы), в которую помещается контрольный раствор, ввести диаметр трубы, шероховатость трубы, наличие обшивки, расстояние между датчиками, температуру раствора. После введения всех параметров необходимо проверить качество измеряемого сигнала в соответствующем пункте меню концентратомера.

- добавить воду дистиллированную по ГОСТ 6709 в трубу, провести калибровку концентратомера по воде.

Примечание: рекомендуется проводить поверку концентратомера с использованием стеклянной емкости из боросиликатного стекла с диаметром от 25 до 40 мм.

8.3.1.3 Провести не менее пяти измерений трех контрольных растворов, приготовленных по приложению А, в начале, середине и в конце диапазона измерений.

8.3.1.4 Рассчитать основную приведенную погрешность δ_{ijk} (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли кислот по формуле

$$\delta_{ijk} = \frac{X_{ijk} - W_{ik}}{A_k} \cdot 100, \quad (1)$$

где X_{ijk} - j -е измеренное значение массовой доли i -го контрольного раствора k -ой кислоты, %;

W_{ik} - массовая доля кислоты i -го контрольного раствора k -ой кислоты, %;

A_k - верхнее значение диапазона измерений массовой доли k -ой кислоты, %.

Полученные значения основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли кислот должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

8.3.2 Проверка допускаемой основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли гидроксида натрия и массовой доли карбоната натрия

8.3.2.1 Проверку допускаемой основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли гидроксида натрия и массовой доли карбоната натрия провести с помощью контрольных проб, приготовленных в соответствии с приложением А. Выбор контрольных проб (NaOH, Na₂CO₃) осуществляют исходя из модификации концентратомера.

Действительное значение массовой доли гидроксида натрия и карбоната натрия определить с использованием весов лабораторных неавтоматического действия по

допускаемой приведенной погрешности по 8.3.1-8.3.2 (провести измерения в начале, середине и в конце диапазона измерений).

Полученные значения диапазонов измерений массовых долей серной, соляной, азотной кислот, гидроксида натрия и карбоната натрия должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазоны измерений массовой доли кислот, %: - серной - соляной - азотной - плавиковой	от 85 до 98 от 30 до 40 от 50 до 70 от 0 до 15
Диапазон измерений массовой доли гидроксида натрия, %	от 0 до 50
Диапазон измерений массовой доли карбоната натрия, %	от 0 до 25
Пределы допускаемой основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли кислот ¹⁾ , %: - серной, плавиковой - соляной, азотной	$\pm 1,2$ $\pm 1,5$
Пределы допускаемой основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли гидроксида натрия ¹⁾ , %	$\pm 1,5$
Пределы допускаемой основной приведенной погрешности (к максимальному значению диапазона измерений) измерений массовой доли карбоната натрия, %	$\pm 1,2$

9 Оформление результатов поверки

9.1 Оформляют протокол проведения поверки по форме Приложения Б.

9.2 Положительные результаты поверки оформляют выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

9.3 При отрицательных результатах поверки концентратомер признают непригодным к дальнейшей эксплуатации, аннулируют свидетельство о поверке, гасят клеймо и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815.

Разработчик

С.н.с. лаб.241 ФГУП «УНИИМ»



М.П. Крашенинина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Приготовление контрольных растворов

А.1 Для приготовления контрольных проб использовать:

- серная кислота ч.д.а. по ГОСТ 4204;
- соляная кислота ч.д.а. по ГОСТ 3118;
- азотная кислота марки А по ГОСТ 701;
- гидроксид натрия х.ч. по ГОСТ 4328;
- карбонат натрия х.ч. по ГОСТ 83;
- плавиковая кислота х.ч. по 10484;
- посуда мерная 2 класса точности по ГОСТ 1770.

Массу навески кислот, гидроксида натрия или карбоната натрия, отбираемую для приготовления контрольного раствора, вычислить по формуле (А.1)

$$m_{нав} = \frac{W \cdot m_{H_2O} \cdot 100}{W^0 (100 - W)}, \quad (A.1)$$

где W - номинальное значение массовой доли кислот или гидроксида натрия в соответствии с таблицей А.1, %; $m_{нав}$ - масса навески кислоты, гидроксида натрия или карбоната натрия, г; m_{H_2O} - масса воды, взятой для приготовления контрольного раствора, г; W^0 - массовая доля кислоты или гидроксида натрия в соответствии с паспортом, %.

Таблица А.1 – Пример приготовления контрольных растворов

Кислота/ Щелочь	Массовая доля кислоты/ гидроксида натрия в соответствии с паспортом, %	Диапазон измерений концентраметра, %	Масса навески кислоты/ гидроксида натрия, г	Масса воды, г	Номинальное значение массовой доли кислоты/гидроксида натрия, %*
1	2	3	5	6	4
Серная кислота	98	от 85 до 98	581,6	30	95
			459	50	90
			408	100	85
Соляная кислота	38	от 30 до 40	142	100	35
			259	200	33
			282	250	30
Азотная кислота	99	от 50 до 70	236	100	70
			225	120	65
			152	150	50
Плавиковая кислота	45	от 0 до 15	98	250	15
			74	300	10
			41	350	5
Гидроксид натрия	99	от 0 до 50	253	250	50
			118	350	25
			24	450	5
Карбонат натрия	99	от 0 до 25	101	300	25
			62	350	15
			21	400	5

* Действительное значение массовой доли кислот и массовой доли гидроксида и карбоната натрия определить с использованием весов лабораторных неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с максимальной нагрузкой не менее 200 г и ценой деления 0,1 мг по методикам, приведенным в ГОСТ 4204 для серной кислоты, ГОСТ 3118 для соляной кислоты, ГОСТ 701 для азотной кислоты, ГОСТ 10484 для плавиковой кислоты, ГОСТ 4228 для гидроксида натрия и ГОСТ 83 для карбоната натрия.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Концентратомеры ультразвуковые PIOX S _____, зав № _____

Документ на поверку: МП 109-241-2018 «Концентратомеры ультразвуковые PIOX S. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура _____ °С.

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 - Результаты проверки допускаемой основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли кислот

№ п/п	Значение массовой доли кислоты контрольного раствора, %	Значение массовой доли кислоты, измеренное концентратометром, %	Значение основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли кислот, %	Соответствует требованиям Да (+) / Нет (-)
1				
2				
3				
4				
5				
1				
2				
3				
4				
5				
1				
2				
3				
4				
5				

Таблица Б.2 - Результаты проверки допускаемой основной приведенной погрешности (к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли гидроксида натрия или карбоната натрия

№ п/п	Расчетное значением массовой доли гидроксида натрия или карбоната натрия, %	Значение массовой доли гидроксида натрия или карбоната натрия, измеренное концентратометром, %	Значение основной приведенной погрешности к верхнему значению диапазона измерений) измерений массовой доли гидроксида натрия или карбоната натрия, %	Соответствует требованиям Да (+) / Нет (-)
1				
2				
3				
4				
5				
1				
2				
3				
4				
5				
1				
2				
3				
4				
5				

Результат проведения поверки: _____

Поверитель _____

Дата _____

Организация, проводившая поверку _____