ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
АВТОМАТИЗАЦИИ СРЕДСТВ МЕТРОЛОГИИ (ВНИИАСМ)

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ СОЛЕМЕРОВ И КОНДУКТОМЕТРОВ МОРСКОЙ ВОДЫ

МИ 176—79

Москва
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1979

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНА Всесоюзным Научно-исследовательским Институтом автоматизации средств метрологии

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ лабораторией кондуктометрии и стандартных образцов ВНИИАСМ

Директор Г. В. Бокучава
Руководитель лаборатории Т. В. Ионатамишвили
Руководитель темы Т. Н. Иванов
Ответственные исполнители М. И. Булейшвили, Д. М. Себуа

УТВЕРЖДЕНА Научно-техническим советом Всесоюзного научно-исследовательского института автоматизации средств метрологии (ВНИИАСМ) 24.11.1978 г. (протокол № 6).

УДК 551.464.5.089.6

МЕТОДИКА

ПОВЕРКИ СОЛЕМЕРОВ И КОНДУКТОМЕТРОВ МОРСКОЙ ВОДЫ

МИ 176—79

Настоящая методика распространяется на электросолемеры и кондуктометры, предназначенные для определения удельной электрической проводимости (УЭП) морской воды в диапазоне 0,5—7,1 См/м с основной абсолютной погрешностью не более 0,004 См/м и относительной электрической проводимостью (ОЭП) морской воды в диапазоне 0,17000—0,80000 с основной абсолютной погрешностью не более 0,00075; в диапазоне 0,80000—1,17600 с основной погрешностью не более 0,00050, находящиеся в эксплуатации, на хранении, выпускаемые из производства и ремонта, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Для некоторых типов этих приборов, применяющихся для определения ОЭП и УЭП морской и океанической воды, допускается применение частных методик поверки, утвержденных в установленном порядке.

Соленость морской и океанической воды, по данным измерений ОЭП, определяется с использованием «Международных океанологических таблиц», для чего в измерениях ОЭП за единицу принимается ОЭП нормальной воды.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны выполнять следующие операции: внешний осмотр; опробование; определение основной абсолютной погрешности средств измерений (СИ), применяющихся для определения ОЭП и УЭП; определение погрешности измерителя температуры СИ ОЭП.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. Поверку СИ ОЭП можно проводить двумя методами — с помощью поверочных растворов путем сличения показаний поверяемых СИ с табличными значениями ОЭП для поверочных растворов и с помощью электрического эквивалента анализируемой среды (ЭАС).

© Издательство стандартов, 1979

СИ УЭП поверяют сличением показаний образцового прибора и поверяемых СИ.

2.2. При поверке СИ ОЭП с помощью поверочных растворов должны применять следующие материалы и средства:

Натрий хлористый х. ч. по ГОСТ 4233—77.

Натрий хлористый ч. по ГОСТ 4233—77.

Пятиокись фосфора ч. по МРТУ 6—09—5759—69.

Кислоту серную ч. по ГОСТ 4204—77.

Воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

Колбу мерную калиброванную вместимостью 1,0 л, ГОСТ 1770—74, по ГОСТ 8100—73.

Цилиндр мерный вместимостью 1,0 л по ГОСТ 1770—74.

Стакан химический вместимостью 1,0 л по ГОСТ 10394—72.

Воронку делительную цилиндрическую вместимостью 0,5 л по ГОСТ 8613—75.

Колбу круглодонную типа КПКШ вместимостью 0,5 л по ГОСТ 10394—72.

Бокс по ГОСТ 7148—70.

Эксикатор по ГОСТ 7148—70.

Чашку выпарительную № 3 и 7 по ГОСТ 9147—73.

Термометр ртутный с ценой деления 0,1°С по ГОСТ 215—73.

Термометр равноделенный с ценой деления 0,01°С по ГОСТ 51851—73.

Печь муфельную электрическую (например, типа МП2У) со средним колебанием температуры нагреваемого образца ±14°С в интервале температур 400—1000°С.

Шкаф сушильный электрический круглый (например, типа 2В151) с точностью поддержания постоянства температуры ±5°С в диапазоне 40—150°С.

Термостат (например, типа U=10) с точностью поддержания заданной температуры ±0,02°С в интервале 10—40°С.

Весы аналитические (например, ВЛА-200 г-М) с погрешностью взвешивания ±0,2 мг по ГОСТ 16474—70.

Весы настольные гирьные (например, типа ВНЦ) по ГОСТ 13882—68.

2.3. При поверке СИ УЭП следует применять материалы и средства, указанные ниже:

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—66.

Воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72.

Весы настольные гирьные по ГОСТ 13882—68.

Стенд поверочный СПЗБ-01, разработанный ВНИИАСМ, включающий образцовый прибор класса 0,05 в диапазоне 0,5—7 См/м, термостат и блок термостатирования, обеспечивающие точность поддержания постоянства температуры ±0,01°С в диапазоне от —2 до +32°С.

2.4. При проверке СИ ОЭП с помощью ЭАС следует применять следующие материалы и средства:

Магазин сопротивлений (например, типа МСР-60М) класса 0,02 по ГОСТ 7003—74.

Провод ПВА—0,75 длиной 1 м, сечением 0,75 мм по ГОСТ 19833—74.

Резистор БЛП-0,5 сопротивлением 120 Ом ± 1%.

Термометр ртутный с ценой деления 0,1°С по ГОСТ 215—73.

«Нормальную воду» с соленостью 35,000% ± 0,025%.

Сосуд Дьюара вместимостью 0,5—1,0 л.

2.5. При поверке СИ ОЭП и УЭП допускается использовать отдельные, вновь разработанные или находящиеся в применении средства поверки, прошедшие метрологическую аттестацию в органах Госстандарта или ведомственных органах метрологической службы и удовлетворяющих по точности требованиям настоящей методики.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1. При поверке необходимо соблюдать условия, предусмотренные НТД на поверяемые СИ ОЭП и УЭП.

4. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

4.1. Перед проведением поверки СИ ОЭП с помощью поверочных растворов на основе водных растворов хлористого натрия выполняют следующие подготовительные работы:

4.1.1. Обеспечивают нормальное функционирование питания поверяемых СИ как от сети переменного тока, так и от источника постоянного тока (батареи аккумулятора) в соответствии с НТД на поверяемые СИ.

4.1.2. Подготавливают соль (хлористый натрий) для приготовления поверочных растворов в соответствии с прилагаемой методикой (приложение 1).

4.1.3. Готовят поверочные растворы соответствующих концентраций по методике (приложения 1 и 2).

4.2. Перед проведением поверки СИ ОЭП с помощью ЭАС выполняют операции по п. 4.1.1 настоящей методики и следующие подготовительные работы.

4.2.1. Терморезистор термокомпенсации в чувствительном элементе поверяемого СИ отключают и замещают резистором типа БЛП-0,5.

4.2.2. Отсоединяют нижнюю часть чувствительного элемента поверяемого СИ, через внутреннее отверстие первичного преобразователя ОЭП продевают провод длиной 1 м и сечением 0,75 мм типа ПВА-0,75 и подключают к магазину сопротивлений МСР-60М.

4.3. Пред проведением поверки СИ УЭП выполняют следующие подготовительные работы.

4.3.1. Готовят поверочные растворы (приложение 1).

4.3.2. Устанавливают измерительный блок поверяемого СИ в термостат и включают его в сеть. Наблюдая за показаниями поверяемого СИ, осторожно, без образования пузырей воздуха, добавляют насыщенный раствор хлористого натрия в воду до установления значений УЭП поверяемого СИ, соответствующих значению 20±2% диапазона измерений. Раствор в термостате непрерывно перемешивают. Через 4 ч снимают пузыри воздуха с чувствительного элемента поверяемого СИ и приступают непосредственно к поверке.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр. При внешнем осмотре устанавливают укомплектованность приборов в соответствии с требованиями НТД; и правильность нанесения маркировки в соответствии с требованиями НТД.

Приборы также не должны иметь дефектов и повреждений покрытий, влияющих на их метрологические характеристики.

5.2. Опробование.

При опробовании должна быть установлена работоспособность поверяемых СИ в соответствии с НТД на них. Для поверяемых СИ ОЭП, кроме этого, необходимо определить и их работоспособность по термокомпенсации во всем рабочем диапазоне температур. Работоспособность поверяемых СИ ОЭП по термокомпенсации должна быть определена согласно НТД на них.

5.3. Определение метрологических параметров.

5.3.1. Измеритель температуры (ИТ) СИ ОЭП поверяют методом сличения показаний поверяемого СИ ОЭП и образцового ртутного термометра.

Для проведения поверки ИТ из чувствительного элемента (ячейки) извлекают терморезистор и помещают в сосуд Дьюара, заполненный водой. Изменяя температуру воды в диапазоне измерений температуры поверяемого СИ ОЭП регистрируют показания ИТ и ртутного термометра, помещенного также в сосуд Дьюара с водой. Вычисляют разность показаний ИТ и ртутного термометра для каждого отдельного значения температуры. Вычисленная разность температур не должна превышать значения, указанного в НТД на СИ ОЭП.

5.3.2. Абсолютную погрешность СИ ОЭП определяют с помощью поверочных растворов (приложения 1 и 2) путем сличения показаний поверяемых СИ по ОЭП с табличными значениями (приложение 2). Готовят не менее трех поверочных растворов одной и той же концентрации.

Определение проводят в трех отметках шкалы, соответствующих примерно 20, 50 и 80% диапазона поверяемых СИ.

После подключения питания к СИ чувствительный элемент трехкратно промывают поверочным раствором, с которого начи-

нают поверку с использованием растворов в порядке возрастания их концентрации.

Чувствительный элемент заполняют раствором для проведения измерений. Температура поверочного раствора должна быть 25±0,5°С. По достижении стабильных показаний температуры измеряют ОЭП поверочного раствора. Значения ОЭП поверочного раствора регистрируют после получения не менее трех совпадающих значений для каждого раствора в пределах половины погрешности поверяемого СИ. На каждом растворе измеряют не менее трех заливов. Аналогичным образом определяют ОЭП остальных поверочных растворов.

Основную абсолютную погрешность поверяемого СИ рассчитывают по формуле

$$\Delta_{\text{си оэп}} = \Theta_{\text{т}} - \Theta_{\text{и}},$$

где $\Theta_{\text{и}}$ — среднее арифметическое значение ОЭП растворов одной концентрации; $\Theta_{\text{т}}$ — табличное значение ОЭП для данного поверочного раствора (приложение 2).

5.3.3. Основную погрешность СИ УЭП определяют, сличая показания образцового прибора в поверяемых СИ не менее чем в трех точках, соответствующих примерно 20, 50 и 80% диапазона измерений.

Поверку начинают после установления в термостате заданной в рабочем диапазоне поверяемого СИ температуры с нестабильностью ее поддержания ±0,01°С.

Поверку проводят с использованием поверочных растворов, воспроизводящих примерно УЭП морской и океанической воды.

Чувствительные элементы (ячейки) образцового прибора и поверяемых СИ промывают не менее трех раз поверочным раствором. Заливают в ячейку образцового прибора поверочный раствор, и ячейку с раствором помещают в термостат поверочного стенда с установленным режимом. По прошествии 15 мин измеряют УЭП поверочного раствора согласно НТД на образцовый прибор.

Значения УЭП поверочного раствора отсчитывают на нескольких заливах до получения не менее трех совпадающих значений в пределах 0,5 погрешности образцового и поверяемого приборов.

Аналогичным образом определяют УЭП других поверочных растворов как на образцовом, так и на поверяемом приборе или устройстве. Абсолютную погрешность измерения УЭП поверяемого прибора или устройства определяют по формуле

$$\Delta_{\text{си уэп}} = \varkappa_{\text{оп}} - \varkappa_{\text{изм}},$$

где $\varkappa_{\text{изм}}$ — среднее арифметическое значение трех совпадающих результатов измерения УЭП в пределах 0,5 погрешности поверяемого СИ, См/м; $\varkappa_{\text{оп}}$ — среднее значение трех совпадающих результатов измерения УЭП, полученных на образцовом приборе, См/м.

Рассчитанное значение абсолютной погрешности не должно превышать значения, оговоренного в НТД на поверяемый СИ УЭП.

5.3.4. Основную абсолютную погрешность СИ ОЭП с помощью ЭАС определяют после выполнения операций, оговоренных в пп. 4.2.1 и 4.2.2 настоящей методики.

Установив на магазине сопротивлений значение R, равное 50,00±1 Ом, поверяемый СИ ОЭП калибруют по нормальной воде или по поверочному раствору, воспроизводящему ОЭП нормальной воды. При этом переключатели термокомпенсации СИ ОЭП должны быть установлены в положение, соответствующее температуре 25±1°С. Помещая поочередно переключатели «электропроводность» поверяемого СИ ОЭП в положения, указанные в таблице, изменением значения сопротивления с помощью магазина сопротивлений МСР-60М добиваются установки стрелки индикатора баланса поверяемого СИ в нулевое положение. Полученные значения сопротивлений магазина сопротивлений $R_{ЭАС}$, соответствующие установленным значениям ОЭП на поверяемом СИ, вносят в таблицу.

Задаваемые значения ОЭП на поверяемых СИ ОЭП, $ОЭП_{СИ}$	$R_{ЭАС}$, Ом	$ОЭП_{ЭАС}$	$\Delta_{ЭАС} = ОЭП_{СИ} - ОЭП_{ЭАС}$
1,20000			
1,10000			
1,00000			
0,90000			
0,80000			
0,70000			
0,60000			
0,50000			
0,40000			
0,30000			
0,20000			

Соответствующие $R_{ЭАС}$ значения $ОЭП_{ЭАС}$ получают расчетным путем по формуле

$$ОЭП_{ЭАС} = \frac{R}{R_{ЭАС}} .$$

Основную абсолютную погрешность поверяемых СИ ОЭП определяют по формуле

$$\Delta_{ЭАС} = ОЭП_{СИ} - ОЭП_{ЭАС} .$$

Она не должна превышать значений, указанных в НТД на поверяемое СИ ОЭП. После проведения операции поверки по настоящему пункту методики чувствительный элемент (ячейку) собирают и восстанавливают термокомпенсацию.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. При проведении операций поверки необходимо вести протокол записи результатов наблюдений по форме, приведенной в приложении 3.

6.2. Результаты поверки считают положительными, если поверяемые СИ ОЭП и УЭП удовлетворяют всем требованиям настоящей методики.

6.3. Положительные результаты оформляют путем выдачи свидетельства или клеймения о поверке в установленной форме.

6.4. Результаты считают отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемых СИ хотя бы одному из требований настоящей методики.

6.5. Отрицательные результаты поверки оформляют путем выдачи извещения о непригодности с указанием причин.

7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. Требования к обеспечению безопасности труда при проведении поверки СИ ОЭП и УЭП должны соответствовать НТД.

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

8.1. При проведении поверки обслуживать приборы может персонал со специальным средним техническим образованием.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ

Методика приготовления поверочных растворов для поверки СИ ОЭП

Поверочные растворы могут быть приготовлены из соли хлористого натрия различной квалификации. При использовании хлористого натрия квалификации ос. ч. по МРТУ 6—09—4873 соль предварительно высушивают. В выпарительную чашу вместимостью 850 мл помещают около 300—400 г исходной соли и переносят в сушильный шкаф, где сушат при периодическом перемешивании в течение 6 ч при температуре 110±5°С. Высушенную соль переносят вначале в эксикатор с пятиокисью фосфора и охлаждают до температуры окружающего воздуха. Далее соль переносят в сухую чистую посуду с плотно закрывающейся крышкой.

При использовании хлористого натрия квалификации х. ч. соль необходимо подготовить, как указано в книге Ю. В. Карякина, И. И. Ангелова «Чистые химические вещества», выпущенной издательством «Химия» в 1974 г., с. 187, 285.

Прокаленную соль переносят в эксикатор с пятиокисью фосфора, охлаждают до температуры окружающего воздуха и переносят в сухую посуду с плотно закрывающейся крышкой.

Необходимую навеску соли взвешивают в бюксе на аналитических весах, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и количественно, без потерь, переносят в мерную калиброванную колбу (мерную колбу калибруют по ГОСТ 8100—73) с притертой пробкой емкостью 1,0 л. Мерную колбу заполняют дистиллированной водой до 0,95 объема, помещают в термостат и выдерживают при температуре 20±0,1°С в течение 30 мин. По истечении этого времени содержимое колбы доводят до отметки термостатированной при температуре 20°С дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Для осуществления поверки необходимо приготовить не менее трех растворов одного номинала.

Приготовленные по настоящей методике поверочные растворы служат только для разового потребления в момент проведения поверки (без их последующего хранения).

Методика приготовления поверочных растворов для поверки СИ УЭП

Для поверяемых СИ, измеряющих УЭП морской воды, в термостате готовят раствор хлористого натрия, наливают в термостат дистиллированную воду около $^2/_3$ объема. Параллельно в отдельной емкости готовят 150 л насыщенного раствора хлористого натрия с концентрацией примерно 82 г/л. Необходимую навеску хлористого натрия взвешивают на технических весах и растворяют в воде. Приготовленный насыщенный раствор хлористого натрия фильтруют и отстаивают 12 ч, затем устанавливают измерительный блок поверяемого СИ в термостат и включают его в сеть. Наблюдая за показаниями поверяемого СИ, осторожно, без образования пузырей воздуха на измерительном блоке, добавляют насыщенный раствор хлористого натрия в воду до установления значений поверяемого СИ, соответствующих значению 20±2% диапазона измерений. Раствор в термостате непрерывно перемешивают. Через 4 ч снимают ершом пузыри воздуха с чувствительного элемента поверяемого СИ и приступают непосредственно к поверке. Так как поверку проводят путем сличения с показаниями образцового прибора, при отсутствии дистиллированной воды может быть использована обычная вода, предварительно отфильтрованная.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ОЭП ПОВЕРОЧНЫХ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ 25°С ±0,01°С

№ п/п	Концентрация, г/л	ОЭП	№ п/п	Концентрация, г/л	ОЭП
1	5,3443	0,20104	4	29,2214	0,88164
2	8,7667	0,29358	5	33,7068	1,00000
3	17,5328	0,55580	6	35,0657	1,03565

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1. Поверяемое СИ ОЭП или УЭП

Средство измерения, применяемое для определения солености или удельной электрической проводимости морской и океанической воды типа _____ _____, № _____ выпущенное (отремонтированное) _____

(дата выпуска или ремонта, предприятие-изготовитель или ремонтное предприятие)

принадлежащее _____

2. Основные технические характеристики:

диапазон измерения _____

основные метрологические характеристики _____

3. Средства поверки: _____

(наименование, тип, класс точности, пределы измерения, ГОСТ)

4. Результаты поверки

Поверяемый параметр	Допускаемое значение параметра по паспорту прибора	Найденное значение параметра при поверке	Заключение соответствует (не соответствует)

1. Внешний осмотр
2. Основные метрологические характеристики:

абсолютная погрешность _____

погрешность измерения

температуры (для СИ ОЭП) _____

На основании результатов поверки выдано свидетельство № _____

(извещение о непригодности № _____)

Госповеритель _____

Дата поверки _____

МЕТОДИКА
поверки солемеров и кондуктометров морской воды
МИ 176—79

Редактор *Н. А. Еськова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в набор 19.03.79 Подп. в печ. 29.05.79 Т—10619 Формат 60×90¹/₁₆ Бумага типографская
Гарнитура литературная Печать высокая 0,75 п. л. 0,32 уч. -изд. л. Тир. 3000 Зак. 781
Цена 3 коп. Изд. № 5945/4

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru