Р 50.2.021 - 2002

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕТРОЛОГИИ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

ЭТАЛОННЫЕ РАСТВОРЫ УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ ЖИДКОСТЕЙ

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ И ПЕРВИЧНОЙ ПОВЕРКИ

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ

МОСКВА

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНЫ Государственным предприятием "Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радио-технических измерений" (ГП "ВНИИФТРИ") Госстандарта России

ВНЕСЕНЫ Управлением метрологии Госстандарта России

2 ПРИНЯТЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 04 марта 2002 г., № 84-ст

3 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

Настоящие рекомендации не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие положения 2
4 Реактивы, средства измерений и вспомогательное оборудование 2
5 Условия приготовления эталонных растворов 3
6 Приготовление эталонных растворов 4
7 Первичная поверка эталонных растворов 5
8 Хранение эталонных растворов 6
Приложение А Зависимость УЭП водных растворов хлористого калия от концентрации и температуры 8
Приложение Б Форма оборотной стороны свидетельства о первичной поверке эталонных растворов 9

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕТРОЛОГИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

Эталонные растворы удельной электрической проводимости жидкостей Методика приготовления и первичной поверки

Дата введения 2002 – 07 – 01.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящие рекомендации распространяются на эталонные растворы, применяемые в качестве рабочих эталонов или контрольных растворов удельной электрической проводимости (далее - УЭП) жидкостей, используемых при проведении поверки, калибровки и испытаниях кондуктометров, а также других средств измерений и контроля, принцип действия которых основан на зависимости измеряемого параметра жидкости от ее УЭП.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие государственные стандарты:

ГОСТ 8.457-2000 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей

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

ГОСТ 4234-77 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19908-90 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 22171-90 Анализаторы жидкости кондуктометрические лабораторные. Общие технические условия

ГОСТ 27425-87 Весы лабораторные. Общие технические требования

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 Рекомендации устанавливают методику приготовления и первичной поверки эталонных растворов УЭП, применяемых в соответствии с требованиями ГОСТ 8.457. В качестве эталонных растворов УЭП жидкостей применяют водные растворы хлористого калия.

3.2 Диапазон воспроизводимых значений УЭП эталонными растворами: от 0,01 до 20 См/м.

3.3 Пределы основной относительной погрешности воспроизведения эталонными растворами значений УЭП составляют от 0,05 до 1 % в зависимости от разряда соответствующего рабочего эталона по ГОСТ 8.457.

3.4 Значения УЭП для водных растворов хлористого калия в зависимости от концентрации и температуры приведены в таблицах А1, А2 приложения А.

4 РЕАКТИВЫ, СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Для приготовления эталонных растворов используют реактивы, средства измерений и вспомогательное оборудование, перечисленные в таблице 1.

Таблица 1

NN пп	Наименование реактива средства измерений, вспомогательного оборудования	Основные метрологические и (или) технические характеристики
1	Калий хлористый	По ГОСТ 4234. Квалификация Х.Ч.
2	Вода дистиллированная	По ГОСТ 6709, $\kappa_{25\,^{\circ}C} < 5 \cdot 10^{-4}$ См/м
3	Лабораторные весы	По ГОСТ 27425, кл. 2
4	Термостат	Диапазон температур от 0 до 100 °С Погрешность поддержания температуры не более 0,02 °С
5	Термометр	По ТУ 25-2021 003-88, Диапазон температур от 0 до 50 °С Цена деления не более 0,1 °С
6	Мерные цилиндры	По ГОСТ 1770, Вместимость 500, 1000 мл

Окончание таблицы 1

7	Стакан	По ГОСТ 19908 Вместимость 50, 100, 150 мл
8	Колбы плоскодонные конические	По ГОСТ 1770 Вместимость 500, 2000 мл
9	Электрошкаф вакуумно-сушильный	Диапазон температур от 0 до 300 °С, Достигаемое остаточное давление в рабочей камере не более 10 мм.рт.ст.
10	Электроплитка бытовая	По ГОСТ 14919

5 УСЛОВИЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ЭТАЛОННЫХ РАСТВОРОВ

5.1 Условия приготовления и подготовка к приготовлению должны соответствовать приложению 2 к ГОСТ 22171.

5.2 Для первичной поверки мер УЭП водных растворов электролитов, предназначенных для использования в качестве рабочих эталонов, применяют эталонные средства измерений, перечисленные в таблице 2.

Таблица 2

Изготавливаемая мера УЭП	Погрешность определения значения меры УЭП, не более	Используемые средства измерений ГОСТ 8.457
Рабочие эталоны 0 –го разряда	0,05 – 0,1 %	Государственный первичный эталон ГЭТ 132-2000
Рабочие эталоны 1 -го разряда	0,3 %	Эталонные растворы 0 -го разряда, компаратор УЭП жидкостей с пределом погрешности компарирования не более 0,02 %
Рабочие эталоны 2- го разряда	0,5 – 1 %	Эталонные растворы 1 -го разряда, компаратор УЭП жидкостей с пределом погрешности компарирования не более 0,05 %

5.3 При первичной поверке соблюдают следующие условия:

- температура, °С 20 ± 5;
- относительная влажность, % до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7.

6 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ЭТАЛОННЫХ РАСТВОРОВ

6.1 По таблице А1 приложения А с помощью линейной интерполяции определяют концентрацию водного раствора хлористого калия, с требуемым значением УЭП:

$$C_N = \frac{\kappa_2 - \kappa}{\kappa_2 - \kappa_1} C_{N1} + \frac{\kappa - \kappa_1}{\kappa_2 - \kappa_1} C_{N2} \quad ,$$

$$\kappa_1 < \kappa < \kappa_2 \quad ,$$

где C_N – концентрация хлористого калия в растворе с требуемой УЭП, моль/л;

C_{N1}, C_{N2} – концентрации хлористого калия из таблицы А1 ($C_{N2} > C_{N1}$), моль/л;

κ_2, κ_1 – соответствующие вышеуказанным концентрациям УЭП (таблица А1), См/м;

κ – УЭП получаемого раствора, См/м.

Количество хлористого калия, необходимое для приготовления раствора заданной концентрации, рассчитывают по формуле

$$m = C_N \cdot M \cdot V \quad ,$$

где m – количество хлористого калия, г;

M – молярная масса, г/моль;

V – объем изготавливаемого раствора, л.

6.2 Взвешивают на лабораторных весах 2 - го класса точности рассчитанное количество хлорида калия. Бюксу, в которой проводят взвешивание, заполняют не более чем на 0,3 объема. Растворяют хлористый калий дистиллированной водой, переносят в мерный цилиндр, не доводя на 2-3 см уровень воды в мерном цилиндре до отметки, указывающей объем изготавливаемого раствора. Помещают мерный цилиндр в термостат и выдерживают в течение 30 мин при температуре (20,0 ± 0,1) °С, затем доливают мерный цилиндр дистиллированной водой при той же температуре до отметки, указывающей объем изготавливаемого раствора. Переливают полученный раствор в коническую плоскодонную колбу с притертой пробкой, выдерживают его не менее 12 ч. Затем проводят первичную поверку и разливают в емкости, предназначенные для хранения.

Для диапазона от $1 \cdot 10^{-2}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ См/м значение УЭП приготовленного раствора будет равно сумме рассчитанного по таблице А1 приложения А и предварительно измеренного значения УЭП дистиллированной воды, примененной для приготовления раствора.

7 ПЕРВИЧНАЯ ПОВЕРКА ЭТАЛОННЫХ РАСТВОРОВ

7.1 Первичную поверку эталонных растворов 0–го разряда проводят с помощью эталонных установок, входящих в состав ГЭТ 132-99, в соответствии с правилами их хранения и применения.

7.2 Первичную поверку эталонных растворов, применяемых в качестве рабочих эталонов 1-го и 2-го разряда проводят с помощью компараторов УЭП жидкостей по эталонным растворам соответственно 0 -го и 1 -го разрядов по ГОСТ 8.457.

Значение УЭП, полученное компарированием растворов, рассчитывают по формуле

$$\kappa_{П} = \frac{A_{П}}{A_{o}} \kappa_{o} \quad ,$$

где $\kappa_{П}$ – УЭП поверяемого раствора;

κ_{o} – УЭП эталонного раствора;

$A_{П}$ – постоянная первичного преобразователя с поверяемым раствором;

A_{o} – постоянная первичного преобразователя с эталонным раствором.

Первичные преобразователи компаратора УЭП жидкостей должны быть однотипными, должно выполняться условие $A_{o} \cong A_{П}$ и обеспечиваться равенство температур поверяемого и эталонного растворов.

7.3 Пределы основной относительной погрешности значений УЭП эталонного раствора рассчитывают по формуле

$$\delta_{K} = 1{,}1 \sqrt{\left(\frac{\Delta A_{o}}{A_{o}}\right)^{2} + \left(\frac{\Delta k_{o}}{k_{o}}\right)^{2} + \left(\frac{\Delta A_{П}}{A_{П}}\right)^{2}},$$

где ΔA_{o} – погрешность значения постоянной кондуктометрической ячейки с эталонным раствором;

$\Delta A_{П}$ – погрешность значения постоянной кондуктометрической ячейки с поверяемым раствором;

Δk_{o} – погрешность значения УЭП эталонного раствора.

7.4 Измерения должны проводиться не менее, чем для двух различных температур. Значения УЭП для других температур в диапазоне 0 – 50 °С рассчитывают по формуле

$$\kappa_t = \kappa_{tu}\left[1 + \alpha_t\,(t - t_u)\right] \quad ,$$

где κ_t – рассчитываемое значение УЭП для температуры t;

κ_{tu} – измеренное значение УЭП для температуры t_u;

α_t – температурные коэффициенты УЭП водных растворов хлористого калия.

Коэффициент α_t получают из таблицы А2 приложения А, рассчитывая по формуле

$$\alpha_t = \frac{k_{t2} - k_{t1}}{k_{t1}(t_2 - t_1)} \ ,$$

При этом должны выполняться условия :

$$t_1 < t < t_2 \quad \text{и} \quad \kappa_1 < \kappa < \kappa_2 \ .$$

7.5 Значение УЭП изготовленного раствора не должно отличаться от рассчитанного по разделу 6 более чем на 5 %.

7.6 На эталонные растворы УЭП, прошедшие первичную поверку, выдается свидетельство оп форме приложения к ПР50.2.006. Рекомендуемая форма оборотной стороны свидетельства о первичной поверке эталонных растворов приведена в приложении Б.

8 ХРАНЕНИЕ ЭТАЛОННЫХ РАСТВОРОВ

8.1 Эталонные растворы должны хранится в герметичных емкостях при нормальных условиях в темном месте.

8.2 В качестве материала для изготовления емкостей используют химически стойкое стекло или полиэтилен.

8.3 Растворы, предназначенные для применения в качестве рабочих эталонов, должны иметь свидетельство о первичной поверке.

8.4 На комплект емкостей с эталонными растворами, имеющими разные аттестованные значения УЭП, но одинаковые сроки хранения и одинаковые значения основной относительной погрешности, может быть оформлено одно свидетельство о поверке.

8.5 На емкостях с эталонными растворами указывают наименование раствора, номер свидетельства о поверке, значение УЭП, объем, дату поверки.

8.6 Срок хранения с сохранением метрологических характеристик водного раствора хлористого калия не должен превышать:

для рабочих эталонов 0 -го разряда – 0,5 года;

для рабочих эталонов 1 -го и 2-го разрядов – одного года.

Приложение А
(справочное)

Зависимость УЭП (k) водных растворов хлористого калия от его концентрации (C_N) при температуре 25 °С (Молярная масса KCl : М=74,552 г/моль)

Таблица А1

C_N, моль/л	0,0005	0,001	0,005	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0
k, См/м	0,0074	0,0147	0,072	0,1413	0,277	0,67	1,288	2,43	5,86	11,18	20,5

. Зависимость УЭП (k, См/м) водных растворов хлористого калия от температуры (*t*, °С) заданной концентрации (C_N, *моль/л*)

Таблица А2

t, °С / C_N, моль/л	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50
0,01	0,0776	0,0895	0,1020	0,1148	0,1278	0,1413	0,1552	0,1694	0,1838	0,1984	0,2131
0,1	0,715	0,822	0,933	0,1048	1,167	1,288	1,412	1,538	1,666	1,795	1,926
1,0	6,544	7,424	8,319	9,25	10,21	11,18	12,17	13,17	14,18	15,20	16,22

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма оборотной стороны свидетельства о первичной поверке эталонных растворов

Результаты первичной поверки :

Номер емкости	t, °С	*к*, См/м

Сохранение величины УЭП аттестованного раствора, указанное в свидетельстве, при хранении во вскрытой емкости не гарантируется.

Поверку провел:

Подпись

Дата

УДК 537.311.3:006.354 ОКС 17.020 Т 88.8 ОКСТУ 0008

Ключевые слова: раствор эталонный, проводимость удельная электрическая, жидкость, приготовление, поверка

gost.e-ecolog.ru