

УТВЕРЖДАЮ



Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н. И. Ханов

2015 г.

Комплексы контроля и автоматического регулирования процессов
нейтрализации в производстве аммиачной селитры программно-технические

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 209-04-2015

1.р.61839-15

Руководитель лаборатории
госэталонов и научных исследований
в области электрохимических измерений
В.И. Суворов

Санкт-Петербург
2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на комплексы контроля и автоматического регулирования процессов нейтрализации в производстве аммиачной селитры программно-технические (далее – комплексы) предназначены для измерений массовой концентрации азотной кислоты и аммиака в растворах аммиачной селитры, изготавливаемые по технической документации ООО НТП «ЭКОР», Украина, и устанавливает методы и средства их поверки.

Комплексы подлежат первичной и периодической поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Наименование документа, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1 Внешний осмотр	5.1 настоящей Методики	Да	Да
2 Опробование	5.2 настоящей Методики	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	5.3 настоящей Методики	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик:			
4.1 Определение погрешности измерений массовой концентрации азотной кислоты и аммиака	Согласно п.5.4.1 настоящей Методики	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяются средства измерений и оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Характеристики оборудования
Натрия гидроокись	х.ч. ГОСТ 4328-77
Кислота серная	х.ч. ГОСТ 4204-77
Метиловый красный	ТУ 6-09-5169-84
Метиленовый голубой	ТУ 6-09-29-76
Колбы Кн-2-250-34 ТС	ГОСТ 25336-99
Пипетки 2-2-25	ГОСТ 29169-91

Примечание: Оборудование, перечисленное в перечне, может быть заменено аналогичным, обеспечивающим требуемую погрешность и пределы измерения.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

3.2 К работе с приборами, используемыми при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

3.3 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.4 Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- диапазон температуры окружающего воздуха (20 ± 10) °С;
- диапазон относительной влажности воздуха, %: от 30 до 80 %;
- диапазон атмосферного давления, кПа: от 86 до 106,7;

4.2 Средства поверки, указанные в соответствующих разделах настоящей методики, должны быть подготовлены к работе в соответствии с руководствами по эксплуатации на них.

4.3 Поверяемый комплекс должен быть подготовлен к работе следующим образом:

- осуществить проверку работоспособности потенциостатических устройств согласно пункту «Порядок проверки ПУ» руководства по эксплуатации потенциостатического устройства;

- осуществить включение комплекса согласно разделу «Пуск системы» руководства по эксплуатации комплексов;

- осуществить проверку измерительных каналов согласно «Методике проверки измерительных каналов» (приложение 3 руководства по эксплуатации комплексов);

- осуществить настройку измерительных каналов системы согласно «Рекомендациям по корректировке коэффициентов пересчёта и констант (калибровке)» (приложение 4 руководства по эксплуатации комплексов). Измерение массовой концентрации азотной кислоты проводить в диапазонах от 1 г/дм³ до 3 г/дм³ и от 3 г/дм³ до 6 г/дм³. Измерение массовой концентрации аммиака проводить в диапазонах от 0,1 г/дм³ до 0,5 г/дм³ и от 0,5 г/дм³ до 1,0 г/дм³.

4.4 Поверяемый комплекс необходимо выдержать перед включением в течение двух часов в помещении, где будет проводиться поверка.

4.5 На средства поверки должны быть действующие свидетельства о поверке.

4.6 Приготовить раствор гидроксида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм³.

4.7 Приготовить раствор серной кислоты молярной концентрацией 0,1 моль/дм³.

4.8 Приготовить смешанный индикатор из метилового красного и метиленового голубого по ГОСТ 4919.1-77.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра установки проверяется:

- соответствие комплектности руководству по эксплуатации;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы.

Приборы с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

5.2. Опробование.

5.2.1. При опробовании комплекса должны быть проверены:

- функционирование кнопок клавиатуры.

При проверке функционирования следует убедиться в том, что органы управления обеспечивают четкость и надежность управления режимами работы.

5.3. Подтверждение соответствия ПО

При проведении поверки комплексов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит из определения номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии доступен на экране монитора комплекса. Подтверждение считать успешным, если номер версии совпадает с номером или выше номера, указанного в описании типа.

5.4. Определение метрологических характеристик.

5.4.1. Определение погрешности измерений массовой концентрации азотной кислоты и аммиака

5.4.1.1 Снимают текущее показание датчика комплекса X_i , г/дм³.

5.4.1.2 Пробу раствора аммиачной селитры отбирают из емкости, где расположен датчик, в ёмкость вместимостью 250 см³. Пробоотборник предварительно ополаскивают этим же раствором.

5.4.1.3 В две конические колбы вместимостью 250 см³ наливают цилиндром по 40-50 см³ дистиллированной воды и вносят пипетками соответствующей вместимости V , см³ пробы в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3

Ожидаемые значения массовой концентрации аммиака или азотной кислоты, г/дм ³	Объем пробы, взятый на анализ V , см ³
Аммиак	
от 0,050 до 1,600 включ.	25
Азотная кислота	
от 0,80 до 4,00 включ.	25
св. 4,00 до 12,00 включ.	10

5.4.1.4 Добавляют по 2-3 капли смешанного индикатора

- в случае щелочной реакции (окраска раствора зеленая) титруют раствором серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ до перехода зеленой окраски в фиолетовую.
- в случае кислой реакции (окраска раствора фиолетовая) титруют раствором гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ до перехода зеленой окраски в фиолетовую.
- в точке эквивалентности окраска раствора после добавления смешанного индикатора – серая. В этом случае массовая концентрация аммиака/азотной кислоты равна нулю.

5.4.1.5 Вычисление расчетного значения массовой концентрации азотной кислоты или аммиака X_0 , г/дм³.

Массовую концентрацию аммиака в растворе X_1 , г/дм³ вычисляют по формуле (1).

$$X_0 = \frac{V_1 \cdot C \cdot 17 \cdot K_1}{V}, \quad (1)$$

где

V_1 – объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование, см³;
 C – молярная концентрация раствора серной кислоты, моль/дм³;
17 – молярная масса аммиака, г/моль;
 K_1^* – коэффициент поправки раствора серной кислоты;
 V – объем пробы, см³.

Массовую концентрацию азотной кислоты в растворе X_2 , г/дм³ вычисляют по формуле (2).

$$X_0 = \frac{V_2 \cdot C \cdot 63 \cdot K_2}{V}, \quad (2)$$

где

V_2 – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³;
 C – молярная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм³;
63 – молярная масса азотной кислоты, г/моль;
 K_2^{**} – коэффициент поправки раствора гидроксида натрия;
 V – объем пробы, см³.

*Примечание: Коэффициент поправки раствора серной кислоты определяется согласно п. 2.1.3 ГОСТ 25794.1-83 по навеске безводного углекислого натрия.

**Примечание: Коэффициент поправки раствора гидроксида натрия определяется согласно п. 2.2.3.1 ГОСТ 25794.1-83 по раствору серной кислоты.

5.4.1.6 Рассчитывают и заносят в протокол поверки приведенную погрешность измерений массовой концентрации азотной кислоты или аммиака γ , % по формуле (3).

$$\gamma = \frac{X_i - X_0}{R_{\max} - R_{\min}} \cdot 100, \quad (3)$$

где

X_i – показание i -го датчика комплекса, г/дм³;
 X_0 – расчетное значение массовой концентрации азотной кислоты или аммиака, г/дм³;
 R_{\max} – верхний предел диапазона измерений, г/дм³;
 R_{\min} – нижний предел диапазона измерений, г/дм³.

5.4.1.7 Повторяют действия пп. 5.4.1.1-5.4.1.6 для всех остальных подключенных датчиков последовательно.

Комплекс считают прошедшим испытания по данному параметру, если все значения γ соответствует требованиям, указанным в табл. Б.1 приложения Б к настоящей методике поверки.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Результаты периодической поверки или поверки после ремонта оформляют документом, составленным метрологической службой предприятия.

6.2. Результаты поверки считаются положительными, если комплекс удовлетворяет всем требованиям настоящей методики.

6.3. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого комплекса хотя бы одному из требований настоящей методики по каждому из измерительных каналов отдельно. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности. При этом запрещается выпуск комплекса в обращение и его применение.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Программно-технический комплекс контроля и автоматического регулирования процессов нейтрализации в производстве аммиачной селитры

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Подтверждение соответствия ПО _____
4. Результаты определения погрешностей комплекса:
 - погрешность измерений массовой концентрации азотной кислоты:
 - погрешность измерений массовой концентрации аммиака:

Заключение _____

Поверитель _____

Сведения о средствах поверки _____

Сведения о документе МП _____

Дата _____

Таблица Б.1.

Наименование характеристики	Значение характеристики
Диапазон измерений массовой концентрации азотной кислоты, г/дм ³	от 1 до 6
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации азотной кислоты, %	±30
Диапазон измерений массовой концентрации аммиака, г/дм ³	от 0,1 до 1
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений массовой концентрации аммиака, %	±30