

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
по метрологии

ФБУ «Саратовский ЦСМ
им. Б.А. Дубовикова»

Н.В. Селезнёва



число

месяц

2023

год

Государственная система обеспечения единства измерений

**СОЛЕМЕРЫ НЕФТИ АВТОМАТИЧЕСКИЕ
ЛАБОРАТОРНЫЕ
САН-Л**

Методика поверки
САН-Л.00.00.000 МП

Саратов
2023 г.

Содержание

1 Общие положения	3
2 Перечень операций поверки средства измерений	3
3 Требования к условиям проведения поверки	4
4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	4
5 Метрологические и технические требования к средствам поверки	4
6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки	6
7 Внешний осмотр средства измерений	6
8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
9 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
10 Определение метрологических характеристик средства измерений	7
11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
12 Оформление результатов поверки	9
13 ПРИЛОЖЕНИЕ А. Методика приготовления поверочных растворов натрия хлористого.	10
14 ПРИЛОЖЕНИЕ Б. Рекомендуемая форма протокола поверки	14

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на солемеры нефти автоматические лабораторные САН-Л, модификации САН-Л, САН-ЛВ (далее солемеры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

При выполнении поверки обеспечивается прослеживаемость к ГЭТ 3-2022 согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 года № 1622; ГЭТ 216-2018 согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 07.02.2018 года.

При определении метрологических характеристик солемеров используется прямой метод измерения.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность выполнения операции при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	7
Подготовка к поверке и опробование	да	да	8
Проверка программного обеспечения	да	да	9
Определение метрологических характеристик	да	да	10
Подтверждение соответствия солемера метрологическим требованиям	да	да	11

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С (20±5)
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7
- относительная влажность, %, не более 80
- напряжение питания переменного тока, В (230±23)
- температура анализируемой среды, °С (20±5)

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, ознакомленные с эксплуатационной документацией на поверяемое средство измерений и средства поверки, соответствующие критериям, изложенным в статье 41 Приказа Минэкономразвития России от 26.10.2020 года № 707, и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

Перечень средств поверки (эталонов, средств измерений и вспомогательных технических средств) приведен в таблице 2.

Таблица 2– Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8; п.10	Средство измерений температуры окружающей среды в диапазоне от +10°C до +30 °С, ПГ ±1 °С; средство измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 до 95 %, ПГ±3 %; средство измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1200 гПа, ПГ ±10 гПа	Прибор комбинированный Testo-622, рег. № 53505-13

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8	Средство измерений действующего значения напряжения переменного тока в диапазоне от 200 до 250 В, ПГ ± 1 В	Вольтметр универсальный цифровой В7-78/1, рег. № 31773-06
	Весы лабораторные с диапазоном взвешивания от 0 до 200 г, ПГ $\pm 0,5$ мг.	Весы лабораторные АФ-Р-200СЕ, рег. № 21524-06
	Термометр лабораторный в диапазоне от $+10^{\circ}\text{C}$ до $+30^{\circ}\text{C}$, ПГ $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 29500-05
	Колбы мерные с номинальной вместимостью: 100, 200, 250, 500, 1000 мл и абсолютной погрешностью не более: 0,1; 0,15; 0,15; 0,25; 0,4 мл соответственно	Колбы мерные по ГОСТ 1770-74
	Пипетки с номинальной вместимостью: 5, 10, 50 мл и абсолютной погрешностью не более: 0,03; 0,04; 0,4 мл соответственно	Пипетки по ГОСТ 29169-91
	Вспомогательные средства	
	Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77, квалификация Х.Ч.	
	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-92	
	Термостат жидкостный, диапазон поддержания температуры от 0°C до 50°C , нестабильность поддержания температуры не более $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$	
	Шкаф сушильный, рабочая температура от 110°C	
Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-34/12 по ГОСТ 25336-82		

Все средства поверки должны быть поверены, реактивы иметь действующие паспорта.

Допускается применение других средств поверки и оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единицы величины поверяемому средству измерений.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки необходимо соблюдать меры безопасности в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации на поверяемые средства измерений и средства поверки.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.0.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6.3 Должны соблюдаться правила работы с электроустановками по ГОСТ 12.3.019-80.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре должны быть выполнены следующие условия:
– отсутствие видимых дефектов, способных оказать влияние на результат или безопасность проведения поверки;

– внешний вид, маркировка и комплектность в соответствии с описанием типа;

– обозначения и маркировка должны быть четкими, заводской номер читаемым;

– наличие неповрежденной пломбы в месте в соответствии с описанием типа.

7.2 Внешний осмотр считается успешным при выполнении всех перечисленных условий, в противном случае поверка прекращается.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки поверяемый солемер выдерживается в помещении проведения поверки не менее 1 часа при условиях проведения поверки.

8.2 Средства поверки подготавливаются в соответствии с эксплуатационной документацией.

8.3 Проверяется чистота стакана датчика солемера. Внутреннюю полость датчика следует промыть дистиллированной водой и просушить.

8.4 Перед проведением поверки солемер подготавливается к работе в соответствии с п.2.2 руководства по эксплуатации САН-Л.00.00.000 РЭ. Солемер включается на время не менее 10 мин. Проверяется работоспособность органов управления и общее функционирование.

8.5 Приготавливаются поверочные растворы натрия хлористого в соответствии с приложением А.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки программного обеспечения выполняются действия в соответствии с п.2.3.4 РЭ, для этого в меню режимов нажимается кнопка "3", затем кнопка "ИЗМЕР".

Выведенные идентификационные данные программного обеспечения должны соответствовать приведенным в таблице 3.

Таблица 3– Идентификационные данные ПО.

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование	Ver03
Номер версии (идентификационный номер)	023
Цифровой идентификатор	0xDABB
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора	CRC16

10 Определение метрологических характеристик

10.1 Определение абсолютной погрешности измерения солемеров осуществляется путем прямого измерения солесодержания в поверочных растворах. Измерения проводятся в соответствии с требованиями разделов 2.3.3 или 2.3.4 РЭ соответственно, для САН-Л или САН-ЛВ.

Перед каждым измерением стакан датчика промывается поверочным раствором и заполняется до треугольного выреза на стенке датчика.

10.2 Измерения солесодержания проводят в точках диапазона в соответствии с таблицей 4 в последовательности №№ 1-2-3-4-5. В каждой поверочной точке проводят по три измерения.

Таблица 4

Наименование характеристики	Значение				
	1	2	3	4	5
№ поверочной точки	1	2	3	4	5
Солесодержание поверочного раствора, мг/дм ³	5	25	100	500	1600

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Рассчитывается абсолютная погрешность измерения солесодержания в каждой поверочной точке, для каждого цикла измерения по формуле 1.

За абсолютную погрешность солемера в каждой поверочной точке принимается наибольшая разница $\Delta C_{\max i}$ между солесодержанием, измеренным поверяемым солемером, и номинальным (расчетным) для данной точки солесодержанием поверочного раствора.

$$\Delta C_{\max i} = C_{\max i} - C \quad (1)$$

где: $C_{\max i}$ - измеренное значение солесодержания с наибольшим отклонением от номинального значения в i -ой поверочной точке, мг/дм³ ;

C - номинальное (расчетное) для данной точки солесодержание поверочного раствора, мг/дм³.

11.2 Результаты проверки признаются положительными, если абсолютная погрешность измерения солемера не превышает значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5– Пределы допускаемой абсолютной погрешности.

Наименование характеристики	Значение			
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, мг/дм ³	Поддиапазон измерений солесодержания, мг/дм ³		
от 0 до 50 включ.		св. 50 до 200 включ.	св. 200 до 1000 включ.	св. 1000 до 2000
±1,5		±3,0	±12,5	±32,0

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом. Рекомендованная форма протокола приведена в приложении Б.

12.2 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

12.3 При положительных результатах поверки по заявлению владельца или лица, предоставившего средство измерений на поверку, оформляется свидетельство о поверке в соответствии с приказом Минпромторга России от 31.07.2020 года № 2510. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

12.4 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца или лица, предоставившего средство измерений на поверку, оформляется извещение о непригодности в соответствии с приказом Минпромторга России от 31.07.2020 года № 2510.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

Методика приготовления поверочных растворов натрия хлористого

А.1 Поверочные растворы

Поверочные растворы используются в день приготовления, повторному применению и хранению не подлежат.

В качестве поверочных растворов применяют водные растворы хлористого натрия. Значения солесодержания поверочных растворов приведены в таблице А1.

Таблица А1

№ поверочной точки	Солесодержание, мг/дм ³
1	5
2	25
3	100
4	500
5	1600

А.2 Реактивы, средства измерений и вспомогательное оборудование

Для приготовления поверочных растворов используют реактивы, средства измерений и вспомогательное оборудование согласно таблице 2.

А.3 Процедура приготовления

А3.1 При приготовлении поверочных растворов соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С (20 ± 5)
- температура компонентов растворов, °С (20 ± 0,1)
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7
- относительная влажность, %, не более 80

Хлористый натрий предварительно прокаливается в сушильном шкафу при температуре +110° С в течение 5 часов. Колбы с дистиллированной водой предварительно выдерживаются в термостате при температуре (20 ± 0,1) °С в течение не менее 30 мин. Температура в термостате контролируется с помощью термометра лабораторного.

А.3.2 Приготавливается раствор с концентрацией 2000 мг/дм³.

На лабораторных весах взвешивается навеска 2002 мг натрия хлористого в стакане СВ-34/12 и содержимое количественно переносят, смывая стенки стакана дистиллированной водой, в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой. Закрывают колбу пробкой и перевернув встряхивают до полного растворения натрия хлористого.

А3.3 Приготавливается раствор с концентрацией 500 мг/дм³ разбавлением раствора с концентрацией 2000 мг/дм³ дистиллированной водой в соответствии с таблицей А2.

А3.4 Разбавлением приготовленных растворов готовятся растворы в соответствии с таблицей А2.

Таблица А2

№ порционного раствора	Концентрация раствора натрия хлористого мг/дм ³	Объем раствора 500 мг/дм ³ , мл	Объем основного раствора 2000 мг/дм ³ , мл	Объем дистиллированной воды, мл
1	5	5	-	до метки колбы 500 мл
2	25	10	-	до метки колбы 200 мл
3	100	50	-	до метки колбы 250 мл
4	500	-	250	до метки колбы 1000 мл
5	1600	-	200	до метки колбы 250 мл

А.4 Расчет метрологических характеристик

Значение массовой концентрации натрия хлористого в основном растворе рассчитывается по формуле:

$$C_0 = \frac{\mu \cdot m}{100 \cdot V_1} \quad (A1)$$

где: μ - массовая доля натрия хлористого в реактиве 99,9 %;

m - навеска реактива натрия хлористого, 2002 мг;

V_1 - объем приготовленного основного раствора, мл;

Значение массовой концентрации натрия хлористого в поверочных растворах №№ 1,2,3 рассчитывается по формуле:

$$C_i = \frac{\mu \cdot m \cdot V_2 \cdot V_{4i}}{100 \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot V_{5i}} \quad (A2)$$

где: V_2 - объем основного раствора, отбираемого для приготовления раствора с концентрацией 500 мг/дм³, мл;

V_3 - объем приготовленного поверочного раствора с концентрацией 500 мг/дм³, мл;

V_{4i} - объем раствора с концентрацией 500 мг/дм³, отбираемого для приготовления i -го поверочного раствора, мл;

V_{5i} - объем приготовленного i -го поверочного раствора, мл.

Значение массовой концентрации натрия хлористого в поверочных растворах №№ 4,5 рассчитывается по формуле:

$$C_j = \frac{\mu \cdot m \cdot V_{2j}}{100 \cdot V_1 \cdot V_{3j}} \quad (A3)$$

где: V_{2j} - объем основного раствора, отбираемого для приготовления j -го поверочного раствора, мл;

V_{3j} - объем приготовленного j -го поверочного раствора, мл.

A.5 Расчет характеристики погрешности концентрации растворов

Характеристика абсолютной погрешности массовой концентрации натрия хлористого в основном растворе рассчитывается по формуле:

$$\Delta C_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta \mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2} \quad (A4)$$

Характеристика абсолютной погрешности массовой концентрации натрия хлористого в поверочных растворах №№ 1,2,3 рассчитывается по формуле:

$$\Delta C_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta \mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{4i}}{V_{4i}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{5i}}{V_{5i}}\right)^2} \quad (A5)$$

где: $\Delta \mu = 0,3$ - допустимая абсолютная погрешность метода установления массовой доли натрия хлористого в реактиве, %;

$\Delta m = 0,5$ - характеристика погрешности взвешивания, мг;

ΔV_1 - характеристика погрешности установления объема основного раствора V_1 , мл;

ΔV_2 - характеристика погрешности установления объема основного раствора V_2 , отбираемого для приготовления раствора с концентрацией 500 мг/дм³, мл;

ΔV_3 - характеристика погрешности установления объема приготовленного раствора V_3 с концентрацией 500 мг/дм³, мл;

ΔV_{4i} - характеристика погрешности установления объема раствора с концентрацией 500 мг/дм³ V_{4i} , отбираемого для приготовления i -го поверочного раствора, мл;

ΔV_{5i} - характеристика погрешности установления объема V_{5i} i -го поверочного раствора, мл.

Характеристики абсолютной погрешности массовой концентрации натрия хлористого в поверочных растворах №№ 4,5 рассчитывается по формуле:

$$\Delta C_j = C_j \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta \mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{2j}}{V_{2j}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{3j}}{V_{3j}}\right)^2} \quad (A6)$$

где: ΔV_{2j} - характеристика погрешности установления объема V_{2j} основного раствора, отбираемого для приготовления j -го поверочного раствора, мл;

ΔV_{3j} - характеристика погрешности установления объема V_{3j} j -го поверочного раствора, мл.

Характеристики абсолютной погрешности массовой концентрации натрия хлористого с вероятностью 0,95 не превышают пределов, приведенных в таблице А4.

Таблица А4

№ поверочного раствора	Расчетная концентрация натрия хлористого в поверочном растворе, мг/дм ³	Предел абсолютной погрешности, мг/дм ³
0	2000	±6,01
1	5	±0,34
2	25	±0,13
3	100	±0,37
4	500	±1,54
5	1600	±5,05

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(Рекомендуемая форма протокола поверки)

Наименование аккредитованного лица, проводившего поверку
Протокол поверки № _____

Наименование типа, модификация _____

Заводской номер _____

Номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений _____

Вид поверки _____

Документ на проведение поверки _____

Наименование заказчика _____

Место проведения поверки _____

Средства поверки _____

Условия проведения поверки _____

Результаты поверки:

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Программное обеспечение соответствует (не соответствует) описанию типа

Определение метрологических характеристик

№ поверочного раствора	Номинальное (расчетное) значение солесодержания, мг/дм ³	Результат измерения солесодержания, мг/дм ³			Абсолютная погрешность измерения солесодержания, мг/дм ³
		1	2	3	
1	5				
2	25				
3	100				
4	500				
5	1600				

Заключение: _____

Поверитель _____

личная подпись

инициалы, фамилия

Дата проведения поверки _____