



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»
(ФБУ «Ростест-Москва»)**

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора
ФБУ «Ростест-Москва»

М.п.

А.Д. Меньшиков

«15» 12 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**ТИТРАТОРЫ АВТОМАТИЧЕСКИЕ
КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЕ ПО МЕТОДУ
КАРЛА ФИШЕРА**

Методика поверки

РТ-МП-4507-448-2023

г. Москва
2023 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на титраторы автоматические кулонометрические по методу Карла Фишера (далее титраторы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

1.2 В целях обеспечения прослеживаемости поверяемого титратора к государственному первичному эталону единицы величины необходимо соблюдать требования настоящей методики поверки.

Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого средства измерений к следующим государственным первичным эталонам:

- ГЭТ 3-2020 - ГПЭ единицы массы - килограмма в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622;

- ГЭТ 173-2017 – ГПЭ единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах, утверждённой приказом Росстандарта № 2832 от 29.12.2018.

1.3 При определении метрологических характеристик поверяемого титратора используется метод прямого измерения поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

2 Перечень операций поверки средства измерений

При проведении первичной и периодической поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.1
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	8.2
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	10
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия влияющих факторов:

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | от 20 до 25 |
| - относительная влажность воздуха, % | до 65. |

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- имеющие опыт работы в области измерений физико-химического состава и свойств веществ;
- прошедшие инструктаж по технике безопасности;
- ознакомленные с руководствами по эксплуатации средств поверки и поверяемого титратора.

Требования к количеству специалистов в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки отсутствуют.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблицах 2 и 3.

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 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 20 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 1,0$ °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 15 % до 65 %, с абсолютной погрешностью ± 3 %	Приборы комбинированные Testo 608-H1, Testo 608-H2, Testo 610, Testo 622, Testo 623, модификации Testo-608-H1, рег. № 53505-13
п. 10 Определение метрологических характеристик	Стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости с аттестованным значением массовой доли воды от 0,05 % до 5 % с относительной погрешностью ± 2 %; Весы аналитические, специального класса точности по ГОСТ OIML R76-1-2011	Стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости (СО ВФ-ПА-2), ГСО 9922-2011; Стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости, ГСО 10798-2016. Весы неавтоматического действия ED224S-RCE, рег № 50088-12

Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, а также стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.

При проведении поверки по месту установки прибора допускается использовать весы, принадлежащие владельцу средства измерений (лица, представившего средство измерений в поверку). Проверяется наличие сведений о поверке используемых весов в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений

Таблица 3 – Вспомогательные средства поверки

Операции поверки, требующие применение вспомогательных средств поверки	Требования к вспомогательным средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых вспомогательных средств поверки
п. 10 Определение метрологических характеристик	Шприц для ввода пробы	Шприц для ввода пробы объемом 0,1 см ³ ; 0,2 см ³ ; 0,5 см ³ ; 1 см ³ ; 2 см ³ ; 5 см ³
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие вспомогательные средства поверки, удовлетворяющие требованиям, указанным в таблице.</i>		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки необходимо соблюдать:

- общие правила техники безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.003-91 «Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности»;

- «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 года № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на средства поверки;

- указания по технике безопасности, приведённые в эксплуатационной документации на титраторы.

Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа средств измерений и руководству по эксплуатации на титраторы;

- соответствие комплектности титратора указанной в РЭ;

- отсутствие внешних повреждений титратора и управляющего устройства (сенсорная панель);

- отсутствие визуальных дефектов электродной системы (измерительный электрод, генерирующий электрод);

- исправность дисплея.

7.2 Титраторы, не отвечающие перечисленным выше требованиям, дальнейшей поверке не подлежат.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.1.1 Провести контроль условий поверки: провести измерение температуры окружающего воздуха и относительной влажности воздуха средствами измерений, указанными в таблице 2.

8.1.2 Результат измерений температуры окружающего воздуха, относительной влажности воздуха должен находиться в пределах, указанных в разделе 3. В противном случае поверку не проводят до приведения условий поверки в соответствии с разделом 3.

8.1.3 Поверяемый титратор и используемые эталоны должны быть выдержаны в помещении, в котором проводят поверку, в течение 1 часа.

8.1.4 Собрать титратор в соответствии с руководством по эксплуатации. В зависимости от типа генерирующего электрода залить рабочие растворы: для генерирующего электрода без диафрагмы (один реактив) – залить анолит (анодный раствор) в титровальную ячейку; для генерирующего электрода с диафрагмой (два реактива) – залить католит (катодный раствор) в генерирующий электрод, залить анолит (анодный раствор) в титровальную ячейку, в объемах, приведенных в РЭ.

8.1.5 Создать расчетную формулу для отображения результатов в требуемых единицах измерений: мг, мкг.

Шаблоны формул создаются в разделе: (Система ► Шаблоны ► Мои шаблоны результатов ► Новый/Правка) с помощью функционала встроенного редактора формул.

- Формула для отображения результата (формула расчета) в мкг содержания (массы) воды: $EP1$, выбираемая размерность – μg ;

- Формула для отображения результата (формула расчета) в мг содержания (массы) воды: $EP1/1000$, выбираемая размерность – mg .

Также можно создать формулы непосредственно в текущем методе измерений в блоке команды расчета результатов. Для этого в списке команд метода выбрать соответствующий блок: [Calculation] (Расчет) ► [Редактировать команду] ► [Новый].

Если используется формула из ранее созданного шаблона, то необходимо выбрать нужную формулу в соответствующем блоке: [Calculation] (Расчет) ► [Редактировать команду] ► [Мои шаблоны] ► [Загрузить шаблон].

8.2 Опробование

8.2.1 При проведении опробования выполняется проверка общего функционирования титратора и герметичность ячейки.

8.2.2 Включить титратор. Запустить метод анализа, титратор автоматически перейдет в режим кондиционирования. Через некоторое время проверить показания. Если значение дрейфа стабилизировалось на уровне 20 мкг/мин и ниже, и загорелся индикатор «Conditioning OK», то титратор вышел на рабочий режим и готов к проведению анализа пробы.

Если значение дрейфа нестабильно и выше 20 мкг/мин в течение более 60 минут, то рекомендуется проверить герметичность ячейки.

8.3 При выполнении условий п. 8.2.2 титратор считается успешно прошедшим опробование.

Титраторы, не отвечающие перечисленным выше требованиям, дальнейшей поверке не подлежат.

9 Проверка программного обеспечения

9.1 Для проверки встроенного программного обеспечения (ПО) выполнить следующие операции:

- для модификации 917 Coulometer – наименование и номер версии встроенного ПО отображается в разделе: [System] (Система) ► [Device manager] (Диспетчер устройств) ► [917 Coulometer] ► Edit (Редактировать/Правка).

- для модификации 851 Titrand – наименование и номер версии встроенного ПО отображается на сенсорной панели управления Touch Control: [System] (Система) ► [Device manager] (Диспетчер устройств) ► [900 Touch Control] ► Edit (Редактировать/Правка).

9.2 Для проверки внешнего программного обеспечения (ПО) титраторов модификации 851 Titrand наименование и номер версии ПО отображаются при выборе соответствующего раздела меню.

9.3 Сравнить полученные данные с наименованием и номером версии ПО, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа и указанными в описании типа титраторов, и указанным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	Встроенное ПО		Внешнее ПО
	917 Coulometer	851 Titrand	851 Titrand
Идентификационное наименование ПО	917 Coulometer	900 Touch Control	Tiamo OMNIS
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже 5.917.0010	не ниже 5.900.0010	не ниже Tiamo 2.0 не ниже OMNIS 3.0
Цифровой идентификатор ПО	-		

Титраторы, не отвечающие перечисленным выше требованиям, дальнейшей поверке не подлежат.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение относительной погрешности измерений массы воды в образце проводят с применением стандартных образцов, указанных в таблице 2. Масса навески стандартного образца выбирается таким образом, чтобы масса воды в образце находилась в диапазонах примерно от 0,5 до 1 мг и от 10 до 20 мг.

10.2 При расчете массы навески стандартного образца в зависимости от массы воды в образце, руководствоваться следующим:

1 % массовой доли воды = 10 мг воды/г пробы.

Массу воды в образце ($M_{\text{при}}$), мг, рассчитывать по формуле (1):

$$M_{\text{при}} = 10 \cdot C_{\text{атт}} \cdot m_{\text{CO}_i} \quad (1)$$

где $C_{\text{атт}}$ – аттестованное значение массовой доли воды в ГСО, %;

m_{CO_i} – масса вводимой пробы, г.

10.3 Вскрыть емкость с ГСО. Чистый сухой шприц с иглой (длина иглы должна быть достаточной для погружения в реактив (анолит) в титровальной ячейке при введении пробы) промыть небольшим количеством образца. Набрать полный шприц образца. Удалить с иглы следы образца.

10.4 Установить шприц на весы. После установления показаний весов провести тарирование (обнуление массы).

10.5 Нажать клавишу START ([▶]). Ввести образец в титровальную ячейку через мембрану в количестве, рассчитанном в соответствии с п. 10.2 для диапазона от 0,5 до 1 мг. Игла должна быть погружена в анолит.

10.6 После введения пробы установить шприц на весы. После установления показаний записать массу введенной пробы (m_i), г.

10.7 Рассчитать массу воды в образце ($M_{\text{при}}$) по формуле (1).

10.8 После окончания титрования записать значение массы воды в образце, измеренное титратором ($M_{\text{изм}i}$), мг.

10.9 Повторить измерения 3 раза.

10.10 Записать полученные значения в протокол.

10.11 Повторить измерения по пунктам 10.2-10.9 для диапазона от 10 до 20 мг.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 По результатам измерений рассчитать относительную погрешность измерений массы воды в образце (δ_i), %, для каждой навески для каждой введенной пробы по формуле (2):

$$\delta_i = 100 \cdot \frac{M_{\text{изм}i} - M_{\text{при}}}{M_{\text{при}}} \quad (2)$$

11.2 Результат поверки считать положительным, если относительная погрешность измерений массы воды, рассчитанная по формуле (2), не превышает $\pm 3,0\%$.

11.3 В случае несоответствия титратора критериям, изложенным в п.11.2, результат поверки титратора считать отрицательным.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

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

12.3 Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений выдаётся по заявлению владельцев средства измерений или лиц, представивших его в поверку. Свидетельство о поверке или извещение о непригодности к применению средства измерений должны быть оформлены в соответствии с требованиями действующих правовых нормативных документов в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник лаборатории № 448



А.Г. Дубинчик