

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)**

Согласовано

Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Соби́на

12 2023 г.

«ГСИ. Титраторы автоматические Titrand 852.

Методика поверки»

МП 105-241-2023

Екатеринбург

2023

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Крашенинина М.П.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в декабре 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений Титраторы автоматические Titrand 852. Методика поверки	МП 105-241-2023
--	------------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на титраторы автоматические Titrand 852 (далее - титраторы) производства компании «Metrohm», Швейцария, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость титратора к:

ГЭТ 173-2017 «Государственному первичному эталону единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах» в соответствии с приказом Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2832;

ГЭТ 3-2020 «Государственному первичному эталону единицы массы - килограмму» в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 посредством применения стандартных образцов утвержденных типов, метрологические характеристики которых определены с применением поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3 в соответствии с поверочной схемой по Приказу Росстандарта от 04.07.2022 № 1622;

ГЭТ 34-2020 «Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С» в соответствии с приказом Росстандарта от 23.12.2022 г. № 3253;

ГЭТ 35-2021 «Государственный первичный эталон единицы температуры - кельвина в диапазоне от 0,3 до 273,16 К» в соответствии с приказом Росстандарта от 23.12.2022 г. № 3253.

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки титраторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой доли воды для кулонометрической ячейки, %	от 0,001 до 10
Диапазон измерений массовой доли воды для волюмометрической ячейки, %	от 0,01 до 100
Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений массовой доли воды для кулонометрической ячейки, %, в поддиапазонах измерений: от 0,001 до 0,1 % включ. св. 0,1 до 10 %	±6,0 ±3,0

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений массовой доли воды для волюмометрической ячейки, %, в поддиапазонах измерений: от 0,01 до 0,1 % включ. св. 0,1 до 100 %	$\pm 6,0$ $\pm 3,0$
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли воды для кулонометрической ячейки, %, в поддиапазонах измерений: от 0,001 до 0,1 % включ. св. 0,1 до 10 %	3,0 1,5
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли воды для волюмометрической ячейки, %, в поддиапазонах измерений: от 0,01 до 0,1 % включ. св. 0,1 до 100 %	3,0 1,5
Диапазон измерений температуры, °C	от -5 до +100
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °C	$\pm 0,5$

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 29.12.2018 г. № 2832 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 23.12.2022 г. № 3253 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений температуры»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ R OIML 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений: Проверка диапазона измерений и определение относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли воды	да	да	11.1
Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений канала температуры	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, титратор признается непригодным к применению, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 Поверка проводится для показателей в зависимости от представленной комплектности титратора. На основании письменного заявления владельца титратора или лица, представившего титратор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин и на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 20 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке титратора допускаются поверители, ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого титратора, инструкцией по применению стандартных образцов и прошедшее инструктаж по безопасности. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих титратор (под контролем поверителя).

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 20 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,4 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 до 98 % с абсолютной погрешностью не более 3 %	Прибор комбинированный Testo-622, рег. № 44744-10
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	средства измерений массы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с дискретностью не менее 0,0001 г	Весы неавтоматического действия MCA225S-2ORU-I, рег. 79348-20
	диапазон аттестованных значений массовой доли воды от 0,001 % до 0,015 % и границы относительной погрешности аттестованного значения ± 4 % при $P=0,95$	СО массовой доли воды в органической жидкости (СО ВФ-ПА-1) ГСО 10056-2011
	диапазон аттестованных значений массовой доли воды от 0,015 % до 0,03 % вкл. и границы относительной погрешности аттестованного значения ± 4 % при $P=0,95$; диапазон аттестованных значений массовой доли воды св. 0,03 % до 0,05 % вкл. и границы относительной погрешности аттестованного значения ± 2 % при $P=0,95$;	СО массовой доли воды в органической жидкости ГСО 9922-2011 (СО В-па-2(0,1))
	диапазон аттестованных значений массовой доли воды св. 0,05 % до 2 % вкл. и границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,5$ % при $P=0,95$	
	диапазон аттестованных значений массовой доли воды от 0,5 % до 5,0 % и границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,5$ % при $P=0,95$	СО массовой доли воды в органической жидкости ГСО 10798-2016
	диапазон аттестованных значений массовой доли воды от 5,00 % до 5,50 % и границы абсолютной	СО массовой доли воды лактозы моногидрата ГСО 11820-2021

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	погрешности аттестованного значения $\pm 0,2\%$ при $P=0,95$	
	диапазон номинальных значений сопротивления от 10^{-3} до $1,111111 \cdot 10^5$ Ом; класс точности $0,001/1,5 \cdot 10^{-6}$	Меры электрического сопротивления постоянного тока многозначные МС 3070М, рег. № 64073-16
	микрошприц, объем дозирования от 1 до 10 мкл шприцы медицинские объем 1,0; 5,0 см ³ вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144	

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены (сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений), стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида титратора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений титратора;
- соответствие комплектности;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае если при внешнем осмотре титратора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, титратор признается непригодным к применению.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Титратор подготовить к работе в соответствии с РЭ. Следует убедиться, что ячейка для титрования и электроды чистые, без повреждений, ячейка для титрования заполнена свежими реактивами.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению.

9.3 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью прибора комбинированного в соответствии с таблицей 3.

Включить титратор и запустить пробную процедуру измерения дистиллированной воды. Убедиться, что титратор функционирует и результаты измерений выводятся на дисплей титратора.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО титратора. Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 4.

Идентификационные данные ПО можно проверить при запуске программы, либо при нажатии кнопки «Справка», затем кнопки «О программе».

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные ПО	Значение
Идентификационное наименование ПО	tiamo
Номер версии ПО (версия прошивки)	не ниже 3.0
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка диапазона измерений и определение относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли воды

Для определения относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли воды используют ГСО по таблице 3, воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144.

Перед началом титрования запускают программу титрования. После перехода в режим ожидания следует провести определение титра титранта в соответствии с РЭ для волюметрического метода с использованием воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144.

Для ввода аликвот ГСО и воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144 используют шприцы объемом 1,0; 5,0 см³ или микрошприц. Вскрывают ампулу с ГСО, промывают шприц

приблизительно 0,1 см³ ГСО. Набирают в шприц содержимое ампулы, обтирают иглу салфеткой, взвешивают шприц с образцом. Вводят содержимое шприца в ячейку для титрования. Рекомендуемые массы навесок приведены в таблице 5. Пустой шприц взвешивают и определяют массу введенного образца разницей масс наполненного и пустого шприца. Точную массу аликвоты устанавливают на весах неавтоматического действия I специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1. Массу введенного образца вводят в программное обеспечение титратора. Результат измерений в виде значения массовой доли воды выдается автоматически после завершения титрования.

Проводят не менее пяти измерений массовой доли воды в ГСО, воде дистиллированной по ГОСТ Р 58144.

Таблица 5 - Рекомендуемые массы навески

Анализируемое вещество	Массовая доля воды, %	Рекомендуемая масса аликвот, г	
		Волнометрический метод	Кулонометрический метод
ГСО 10056-2011	от 0,001 до 0,015	-	2,5
ГСО 9922-2011	от 0,015 до 0,03	3,0	2,0
ГСО 9922-2011	от 0,05 до 2,0	1,0	0,5
ГСО 10798-2016	от 0,5 до 5,0	1,0	0,5
ГСО 10980-2017	от 5,00 до 5,50	0,5*	0,5*
Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144	100	0,05	-
*Введение с помощью печи, подключенной к титратору.			

11.2 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений канала температуры

Проверку диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений канала температуры провести с использованием меры электрического сопротивления постоянного тока по таблице 3. Значения температуры, соответствующие задаваемому сопротивлению, приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Номинальные значения сопротивлений при различных температурах

№	Сопротивление температурного датчика, Ом	Значение температуры, °С
1	1000,0	0
2	1077,0	20
3	1154,0	40
4	1231,0	60

№	Сопротивление температурного датчика, Ом	Значение температуры, °С
5	1308,0	80
6	1385,0	100
7	980,0	-5

Снять показания титратора в режиме измерений температуры, последовательно устанавливая значения сопротивления в соответствии с таблицей 6.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1, для каждого ГСО вычислить относительную погрешность измерений массовой доли воды по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{W_{ij} - W_j^A}{W_j^A} \cdot 100, \quad (1)$$

где W_{ij} - i -ое измеренное значение массовой доли воды в j -м ГСО и воде дистиллированной по ГОСТ Р 58144, %;

W_j^A - аттестованное значение массовой доли воды в j -м ГСО, %, для воды дистиллированной $W_j^A = 100$ %.

Среднее арифметическое значение ($\bar{W}_j$) и относительное среднеквадратическое отклонение ($S_{0,j}$) измерений массовой доли воды для j -го ГСО, воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144 рассчитывают по формулам:

$$\bar{W}_j = \frac{\sum_{i=1}^n W_{ij}}{n}, \quad (2)$$

$$S_{0,j} = \frac{100}{\bar{W}_j} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (W_{ij} - \bar{W}_j)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где W_{ij} - i -ое измеренное значение массовой доли воды в j -м ГСО и воде дистиллированной по ГОСТ Р 58144, %;

n – число измерений.

Полученные значения диапазона измерений массовой доли воды, относительного среднеквадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли воды должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.2 По результатам измерений, полученным по п. 11.2, рассчитать абсолютную погрешность измерений канала температуры по формуле

$$\Delta_i = T_{изм i} - T_{эти i}, \quad (4)$$

где $T_{изм i}$ - измеренное титратором значение температуры при i -ом задаваемом сопротивлении, °С;

$T_{эти i}$ - значение температуры, соответствующее i -ому задаваемому сопротивлению, °С.

Полученные значения диапазона измерений температуры и абсолютной погрешности измерений канала температуры должны удовлетворять требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки титратор признают пригодным к применению. Нанесение знака поверки на титратор не предусмотрено.

13.3 При отрицательных результатах поверки титратор признают непригодным к применению.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки СИ.

13.5 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

С.н.с. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.П. Крашенинина