

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
 А.Н. Пронин
«20» апреля 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Титраторы влаги автоматические кулонометрические ТитраЛаб-875

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 242-2568-2024**

Зам. руководителя
научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Т.Б. Соколов

Ст. научный сотрудник
А.Б. Копыльцова

Санкт-Петербург
2024 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на титраторы влаги автоматические кулонометрические ТитраЛаб-875 (далее титраторы) производства ООО «МАССМЕДИКА», г. Москва, и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость к государственному первичному эталону единицы массы - килограмма ГЭТ 3-2020 с применением средств измерений посредством Государственной поверочной схемы (ГПС), утверждённой приказом Росстандарта от 04.07.2022 года № 1622.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки:

- прямое измерение поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой мерой или стандартным образцом.

Примечание:

При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены 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 СИ	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	8.5
Проверка программного обеспечения СИ	да	да	9

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	да	да	10

2.2 Если при проведении одной из операций получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе с титраторами и проведению поверки допускаются поверители, ознакомленные с руководством по эксплуатации поверяемого титратора (далее – РЭ), инструкцией по применению стандартных образцов (далее – СО) и прошедшие инструктаж по технике безопасности. Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих титратор (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8.1.1 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	средства измерений параметров окружающей среды: диапазон измерений температуры от +15 °С до +25 °С, относительной влажности от 10 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности по каналам: относительной влажности не более ±3 %, температуры не более ±1,0 °С	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13 в ФИФ ОЕИ)
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости с диапазоном аттестованных значений от 0,05 % до 2 % и допускаемой относительной расширенной неопределённостью ±1,5 % при P=0,95;	ГСО 9922-2011
	вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	спирт изопропиловый по ГОСТ 9805-84	
	о-ксилол по ГОСТ 9410-78	
Вспомогательное оборудование и средства		
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	весы лабораторные класса точности «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальным пределом взвешивания не менее 200 г;	Весы лабораторные ВЛА-220С-0 (рег. № 73040-18 в ФИФ ОЕИ)
	шприцы с возможностью дозирования 10 мкл с относительной погрешностью не более 1,5 %;	Шприцы Hamilton, модификация 701 (рег. № 63779-16 в ФИФ ОЕИ)
	Шприцы медицинские, объём дозирования от 1,0 до 10,0 см ³	

5.2 Допускается применение не перечисленных в таблице 2:

- средств измерений с метрологическими характеристиками, соответствующими метрологическим требованиям таблицы 2 и обеспечивающими требуемый уровень точности передачи единицы величин к поверяемому титратору;

- стандартных образцов, реактивов, контрольных растворов и вспомогательного оборудования, обеспечивающих соотношение погрешности средств поверки (СО, реактивы, контрольные растворы) и поверяемого титратора не более 1/2.

5.3 Все средства измерений, должны быть поверены¹; стандартные образцы – иметь действующие паспорта.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

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

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 Должны выполняться требования охраны труда для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

6.4 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в эксплуатационной документации (ЭД) на титраторы.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие титраторов следующим требованиям:

- соответствие комплектности (при первичной поверке) и маркировки требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления.

¹ Сведения о результатах поверки средств измерений доступны в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

7.2 Титратор считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- проверить соответствие требованиям п. 3.1;
- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверить наличие паспортов и сроки годности СО, подготовить СО в соответствии с их РЭ;
- выдержать титраторы при температуре поверки не менее 2 ч;
- подготовить титраторы к работе в соответствии с РЭ.

8.2 Для выполнения измерений проба СО или дистиллированной воды вносится в виде навески.

8.3 Опробование

8.3.1 При опробовании проверяют работоспособность титратора.

Проверка работоспособности титратора производится автоматически при включении электрического питания согласно эксплуатационной документации.

8.3.2 Результаты опробования считают положительными, если по окончании времени прогрева:

- на дисплее выводятся сообщения о готовности в соответствии с РЭ;
- отсутствует сигнализация об ошибках и неисправностях.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

- проводят визуальную оценку идентификационных данных ПО титратора. Номер версии ПО титратора выводится на экран при включении титратора;
- сравнивают полученные данные с идентификационными данными, установленными при проведении испытаний в целях утверждения типа (см. Описание типа титраторов) и в таблице 3.

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО титраторов считают положительным, если идентификационные данные ПО соответствуют указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ТитраЛаб
Номер версии (идентификационный номер) ПО ¹	1.xx
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма метрологически значимой части ПО) ²	0x32cx847e
Алгоритм определения идентификатора	CRC32

¹ Первый символ номера версии ПО указывает на метрологически значимую часть ПО, а «xx» (арабские цифры от 0 до 9) описывают метрологически незначимые модификации ПО, которые не влияют на МХ СИ (интерфейс, устранение незначительных программных ошибок и т.п.).

² Для версии встроенного ПО 1.14

10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Проверку диапазона измерений, определение относительной погрешности титратора и СКО случайной составляющей погрешности проводят с использованием дистиллированной воды и СО в соответствии с таблицей 2.

10.2 Перед определением метрологических характеристик следует убедиться, что ячейка для титрования и электроды чистые, без повреждений, ячейка для титрования заполнена свежим титрантом. Перед началом анализа запускают программу предтитрования и ждут сообщения титратора о готовности к титрованию.

10.3 Для ввода СО рекомендуется использовать шприцы объемом от 1 до 10 см³. Порядок работы с СО: вскрывают ампулу с СО, промывают шприц приблизительно 0,5 см³ СО. Набирают в шприц оставшееся содержимое ампулы, обтирают иглу салфеткой, взвешивают шприц с образцом. Вводят СО в ячейку для титрования, шприц взвешивают и определяют массу введенного образца по разности масс до и после ввода.

Массу введенной воды с i -ой пробой $m_{H_2O_i}$, мкг, рассчитывают по формуле

$$m_{H_2O_i} = m_{CO_i} \times C_{CO} \div 100 \quad (1)$$

где: m_{CO_i} – масса пробы, вводимой шприцом при i -ом измерении, мкг;

C_{CO} – массовая доля воды в СО, %

Для ввода дистиллированной воды рекомендуется использовать микрошприцы с возможностью дозирования 10 мкл. Навески дистиллированной воды вводят в ячейку титратора путём взвешивания на весах шприца до и после ввода пробы, или по объему с использованием поверенного шприца в соответствии с таблицей 2 (1 мкл дистиллированной воды имеет массу 998,2 мкг при 20 °C).

10.4 Поверку проводят в точках с приблизительным содержанием воды: 100, 10000 и 300000 мкг.

Проводят не менее пяти измерений в точке 100 мкг с использованием ГСО 9922-2011 и по одному измерению в точках 10000 и 300000 мкг с использованием воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144-2018.

10.5 Относительную погрешность каждого измерения δ , %, рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{m_i - m_{H_2O_i}}{m_{H_2O_i}} \times 100, \quad (2)$$

где m_i – результат измерений массы воды в i -ой пробе, мкг.

СКО случайной составляющей погрешности результатов измерений σ рассчитывают по результатам не менее пяти измерений массы воды в точке с приблизительным содержанием воды 100 мкг по формуле

$$\sigma = \frac{1}{R} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R})^2}{(n-1)}} \times 100, \quad (3)$$

где: n – число измерений в серии;

$R_i = \frac{m_i}{m_{CO_i}}$ – результат i -го измерения, приведённый к массе i -ой введённой пробы;

$$\bar{R} = \frac{\sum R_i}{n} - \text{среднее значение результатов серии из } n \text{ измерений.}$$

10.6 Результат определения метрологических характеристик титратора считается положительным, если значения, полученные в соответствии с п. 10, соответствуют требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемой относительной погрешности титратора, %	$\pm 3,0$
Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности результатов измерений, %	1,5

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении 1 (рекомендуемое).

11.2 Титраторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца титратора или лица, представляющего СИ на поверку, выдают свидетельство о поверке установленной формы.

При отрицательных результатах титраторы не допускают к применению, вносят результаты поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по требованию владельца или лица, представляющего СИ на поверку, выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении) или в паспорт титратора.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____

Титратор влаги автоматический кулонометрический ТитраЛаб-875, серийный № _____

Документ на поверку: МП 242-2568-2024 «ГСИ. Титраторы влаги автоматические кулонометрические ТитраЛаб-875. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

температура, °C _____,
относительная влажность окружающего воздуха _____ %.

Результаты внешнего осмотра

Результаты опробования

Результаты проверки ПО

Определение метрологических характеристик

Таблица 1 - Результаты определения относительной погрешности измерений

№	Результаты измерений массы воды в пробе, мкг	Действительное значение массы воды в пробе, мкг	Относительная погрешность, %	Пределы допускаемой относительной погрешности, %	Относительное СКО результата измерений, %	Предел допускаемого относительного СКО случайной составляющей погрешности, %
1						
2						
3						
4						
5						

Результат проведения поверки:

Поверитель:
