

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»
(ФГБУ «ВНИИМС»)**

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ «ВНИИМС»

А.Е. Коломин

" 10 " 06

2024 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы жидкости КТА

Методика поверки

МП 205-09-2024

г. Москва
2024

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на Анализаторы жидкости КТА (модификации кондуктометр КТА-1 и кондуктометр/pH-метр КТА-2) (далее по тексту – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Методика обеспечивает прослеживаемость средств измерений:

– к Государственному первичному эталону единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м ГЭТ 132-2018 в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной Приказом Росстандарта от 27 декабря 2018 г. № 2771;

– к Государственному первичному эталону единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C ГЭТ 34-2020 в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений температуры, утвержденной Приказом Росстандарта от 23 декабря 2022 г. № 3253;

– к Государственному первичному эталону показателя pH активности ионов водорода в водных растворах ГЭТ 54-2019 в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной Приказом Росстандарта от 09 февраля 2022 г. № 324.

Реализация методики поверки производится прямым измерением поверяемым анализатором величин, воспроизводимых контрольными буферными растворами при поверке измерительного канала pH, а также сличением показаний поверяемого анализатора с показаниями эталонного термометра и значениями рабочих эталонов единиц удельной электрической проводимости (далее – УЭП).

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение	
	Кондуктометр КТА-1	Кондуктометр/pH-метр КТА-2
Диапазон измерений УЭП, мкСм/см - с датчиком ДК-2 - с датчиком ДК-5	от 0,01 до 1000 от 10 до 100000	
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений УЭП, мкСм/см - с датчиком ДК-2 - с датчиком ДК-5	$\pm(0,003+0,015\cdot\chi)$ ¹⁾ $\pm(0,05+0,025\cdot\chi)$ ¹⁾	
Диапазон измерений температуры, °C	от 0 до +80	
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °C	$\pm 0,3$	
Диапазон измерений водородного показателя, pH	-	от 0 до 14 ²⁾
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений водородного показателя, pH	-	$\pm 0,05$

¹⁾ χ - измеренное значение УЭП, мкСм/см

²⁾ Диапазон согласовывается при заказе в зависимости от типа электрода. Тип электрода и его диапазон водородного показателя указывается в руководстве по эксплуатации

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции при	
		первой поверке	периодической поверке
Контроль условий поверки	3	да	да
Внешний осмотр	7	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	да	да
Проверка программного обеспечения средства измерений	9	да	да
Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	10		
Определение абсолютной погрешности измерений УЭП	10.1	да	да
Определение абсолютной погрешности измерений температуры	10.2	да	да
Определение абсолютной погрешности измерений водородного показателя pH	10.3	да	да
Подтверждение соответствия метрологическим требованиям	10.4	да	да
Оформление результатов поверки	11	да	да

2.2 Если при проведении какой-либо операции поверки получают отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

2.3 Допускается в соответствии с заявлением владельца СИ проведение поверки отдельных измерительных каналов анализатора, установленных в описании типа СИ.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5
- относительная влажность, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа $98,7 \pm 3,3$

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению операций поверки допускаются сотрудники юридического лица или индивидуальные предприниматели, аккредитованные в соответствии с Федеральным Законом РФ от 28.12.2013 г. № 412-ФЗ на проведение поверки средств измерений.

4.2 Специалист, осуществляющий поверку, должен изучить настоящую методику поверки, ознакомиться с эксплуатационной документацией (далее – ЭД) на поверяемое средство измерений.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
3, 8-10	Средства измерений температуры в диапазоне от плюс 15 °C до плюс 25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 °C; диапазон измерений относительной влажности от 30 % до 80 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±5 %; диапазон измерений атмосферного давления от 95 до 106 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±1 кПа.	Термогигрометр ИВА-БА-Д, рег. № 82393-21
Средства измерений, буферные растворы, вспомогательные средства, мерная посуда, реактивы для приготовления контрольных растворов и проведения измерений		
10.1	Рабочие эталоны единицы удельной электрической проводимости жидкостей, соответствующие эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной Приказом Росстандарта от 27.12.2018 № 2771 в диапазоне измерений от 1·10 ⁻⁶ до 10 См/м, с допускаемой относительной погрешностью ±0,25 %; Средство измерений для воспроизведения меры электрического сопротивления в диапазоне от 100 кОм до 100 МОм, класс точности 0,5	Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1, рег. № 31468-06
8.1, 10.1-10.3	Термометры (цифровые) эталонные, соответствующие требованиям к рабочим эталонам не ниже 3 разряда по ГПС в соответствии с приказом Росстандарта от 23 декабря 2022 г. № 3253.	Магазин электрического сопротивления МС-3, рег. № 51622-12
10.3	Жидкостные терmostаты (переливного типа) с нестабильностью поддержания заданного значения температуры в полезном объеме не более 1/5 от предельно допустимой погрешности поверяемого СИ	Терmostаты жидкостные серии «ТЕРМОТЕСТ», рег. № 39300-08; Терmostаты переливные прецизионные серии ТПП-1, рег. № 33744-07
8.1	Буферные растворы для воспроизведения pH водных растворов, соответствующие рабочим эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений показателя pH активности ионов водорода в водных растворах, утвержденной Приказом Росстандарта от 09.02.2022 № 324	Буферные растворы – рабочие эталоны pH 2 разряда БР-pH, рег. № 45143-10
Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и поверенные средства измерений, стандартные образцы с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице, и обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого СИ с требуемой точностью.		

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Поверку выполняют в специализированной лаборатории.

6.2 При проведении поверки выполняют требования безопасности, приведенные в документации на поверяемое средство измерений и в документации на средства поверки.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления;
- четкость всех надписей;
- наличие эксплуатационной документации;
- наличие кабеля для подключения к магазину сопротивления в комплекте (только в комплекте с датчиком ДК-2).

7.2 Результаты операции поверки считают положительными, если анализатор соответствует всем требованиям, перечисленным в п. 7.1.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие работы:

- Подготавливают поверяемый анализатор к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации. При необходимости настройку, регулировку и градуировку выполняют до начала проведения поверки.

- Контрольные растворы (таблица 4) готовят в соответствии с Р 50.2.021-2002 и перед началом измерений термостатируют при температуре $(25,0 \pm 1,0)$ °C в течение 30 минут. Допускается готовить контрольные растворы в соответствии с ГОСТ 8.292-2013, приложение «А» (растворы 1-2 для датчика ДК-2 и 1-4 для датчика ДК-5).

Таблица 4 – Контрольные растворы

№ Контрольного раствора	Молярная концентрация KCl, моль/дм ³	Значение УЭП, мкСм/см
1	0,0001	18 ± 2
2	0,006	880 ± 80
3	0,07	10000 ± 1000
4	0,7	79000 ± 7000

- Готовят комбинированный электрод к выполнению измерений в соответствии с его РЭ. Готовят буферные растворы - рабочие эталоны pH, воспроизводящие значения pH 1,65; 4,01 и 9,18 при температуре растворов 25,0 °C, в соответствии с инструкцией по их эксплуатации. Для поддержания температуры растворов $(25,0 \pm 0,5)$ °C, при необходимости, используют водяной термостат (для модификации кондуктометр/pH-метр КТА-2).

8.2 Опробование

Опробование проводят путем включения анализатора согласно РЭ.

При опробовании проверяют:

- наличие показаний на дисплее при подключении датчика;
- исправность органов управления.

8.3 Результаты операции поверки считают положительными, если все действия п. 8.2 завершены успешно, сообщения об ошибках отсутствуют.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Проверяют соответствие версии установленного программного обеспечения (далее – ПО) сведениям, приведенным в описании типа (Таблица 5). После включения прибора в главном меню нажимают пункт «Настройки», затем пункт «О приборе».

Таблица 5 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Кондуктометр КТА-1	Кондуктометр/рН-метр КТА-2
Идентификационное наименование ПО	КТА-1	КТА-2
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	2.1.0	2.1.0

9.2 Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 5.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений УЭП

Определение абсолютной погрешности измерений УЭП проводят путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных анализатором, со значениями УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренными на эталоне.

Контрольные растворы приведены в таблице 4. Измерения проводят при температуре контрольных растворов $(25,0 \pm 1,0)$ °C. Измерения проводят в последовательности увеличения УЭП контрольных растворов.

С датчиком ДК-2 измерения проводят, используя контрольные растворы № 1 и 2, указанные в таблице 4.

С датчиком ДК-5 измерения проводят, используя контрольные растворы №. 1, 2, 3 и 4, указанные в таблице 4.

При проведении поверки с применением двух кондуктометрических датчиков настройку анализатора на измерения с конкретным датчиком проводят путем нажатия на дисплее анализатора в главном меню кнопки «ДАТЧИК». В открывшемся окне нажимают на квадрат, расположенный справа от имени нужного датчика так, чтобы в квадрате отобразилась «галочка». Нажимают кнопку подтверждения выбора ✓.

10.1.2 Определение абсолютной погрешности измерений УЭП поэлементным методом для датчика ДК-2.

Определение абсолютной погрешности измерений УЭП проводят методом замещения датчика анализатора имитирующим сопротивлением, соответствующим значениям УЭП 0,02 и 0,8 мкСм/см, с учетом коэффициента кондуктометрического датчика ДК-2. Значение имитирующего сопротивления $R_{им}$ рассчитывают по формуле (1):

$$R_{им} = C / \chi_{эт}, \quad (1)$$

где C – постоянная датчика для измерения УЭП, см⁻¹;

$\chi_{эт}$ – значение имитируемой УЭП, мкСм/м.

Значение постоянной датчика C указано в паспорте используемого для измерений УЭП датчика и в анализаторе, в пункте меню измерения УЭП «ДАТЧИК» в параметрах выбранного для проведения измерений датчика.

Заменяют датчик анализатора магазином сопротивления с помощью кабеля, который входит в комплектацию анализатора. Устанавливают сопротивление, имитирующее УЭП 0,02 мкСм/см. На дисплее анализатора нажимают кнопку «Анализ», дождаются стабилизации

показаний и останавливают измерение. Фиксируют измеренное значение УЭП. Повторяют измерение ещё два раза. Устанавливают сопротивление, имитирующее УЭП 0,80 мкСм/см. На дисплее анализатора нажимают кнопку «Анализ», дожидаются стабилизации показаний и останавливают измерение. Фиксируют измеренное значение УЭП. Повторяют измерение ещё два раза.

10.1.3 Проводят подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям в соответствии с 10.4.1

10.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры

10.2.1 Абсолютную погрешность измерений температуры определяют в 3-х температурных точках, равномерно расположенных в диапазоне измерений, включая начальное и конечное значение диапазона измерений, методом сравнения с показаниями эталонного термометра в жидкостных термостатах.

10.2.2 В соответствии с эксплуатационной документацией устанавливают в термостате первую температурную контрольную точку.

10.2.3 Далее погружают части эталонного термометра и датчик анализатора (кондуктометрический или внешний термодатчик) на одинаковую глубину (не менее 75 мм) в рабочую зону термостата на максимально близком расстоянии и выдерживают до установления теплового равновесия между эталонным термометром, поверяемым датчиком анализатора и термостатирующей средой не менее 5-ти минут.

10.2.4 Затем визуально одновременно снимают и фиксируют не менее 3-х показаний (в течение 5 минут) эталонного термометра и поверяемого датчика анализатора с дисплея прибора.

Для модификации Кондуктометр КТА-1 проверяют датчики ДК-2 и ДК-5 в зависимости от комплектации.

Для модификации Кондуктометр/pH-метр КТА-2 проверяют датчики ДК-2 и ДК-5 в зависимости от комплектации, а также термодатчик ДТ-2.

10.2.5 Операции по п. 10.2.2 – 10.2.4 повторяют во всех выбранных температурных точках диапазона измерений.

10.2.6 Проводят подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям в соответствии с 10.4.2

10.3.1 Определение абсолютной погрешности измерений водородного показателя pH

Измерения проводят методом измерения водородного показателя pH трёх буферных растворов, воспроизводящих значения pH_т: 1,65; 4,01 и 9,18 pH. Измерения проводят при температуре буферных растворов плюс (25,0 ± 0,5) °C три раза. Для поддержания температуры буферных растворов используют жидкостный термостат.

Для измерения pH буферных растворов выполняют следующие операции.

1) Опускают электрод и термодатчик ДТ-2 в стакан с буферным раствором.

2) Нажимают кнопку «АНАЛИЗ» в главном меню анализатора.

3) Убеждаются, что измеряемая температура буферного раствора, отображаемая на дисплее анализатора, находится в диапазоне плюс (25,0 ± 0,5) °C.

4) Дожидаются автоматического окончания измерений и фиксируют значение водородного показателя, которое отобразится на дисплее по окончании измерений.

5) Нажимают кнопку «.» и повторяют измерение pH буферного раствора.

6) Фиксируют значение водородного показателя, которое отобразится на дисплее анализатора жидкости по окончании измерений.

10.3.2 Проводят подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям в соответствии с 10.4.3

10.4 Подтверждение соответствия метрологическим требованиям

10.4.1 По измерительному каналу УЭП

Рассчитывают абсолютную погрешность измерений УЭП ($\Delta_{УЭП}$) для каждого контрольного раствора по формуле (2):

$$\Delta_{УЭП} = \chi_{изм.} - \chi_0, \quad (2)$$

где $\chi_{изм}$ – результат измерений УЭП контрольного раствора на анализаторе, мкСм/см
 χ_0 – результат измерений УЭП контрольного раствора на эталоне, мкСм/см

Для каждого контрольного раствора сравнивают полученные значения с установленными пределами допускаемой погрешности (Δ_0), рассчитанными по формулам (3) и (4).

Для датчика ДК-2:

$$\Delta_0 = \pm (0,003 + 0,015 \chi_0), \text{ мкСм/см} \quad (3)$$

Для датчика ДК-5:

$$\Delta_0 = \pm (0,05 + 0,025 \chi_0), \text{ мкСм/см} \quad (4)$$

Результаты положительные, если выполняется условие (5):

$$|\Delta_{уэп}| \leq \Delta_0 \quad (5)$$

Для поэлементного метода датчика ДК-2 рассчитывают абсолютную погрешность измерений УЭП ($\Delta_{уэп,0,02}$ и $\Delta_{уэп,0,8}$) для каждого измеренного значения УЭП по формулам (6) и (7):

$$\Delta_{уэп,0,02} = \chi_{изм} - 0,020, \text{ мкСм/см} \quad (6)$$

$$\Delta_{уэп,0,8} = \chi_{изм} - 0,080, \text{ мкСм/см}, \quad (7)$$

где $\chi_{изм}$ - среднеарифметический результат измерений имитируемого УЭП 0,02 (УЭП 0,8) мкСм/см.

Результаты положительные, если выполняются условия (8) и (9):

$$\Delta_{уэп,0,02} \leq 0,0033, \text{ мкСм/см} \quad (8)$$

$$\Delta_{уэп,0,8} \leq 0,015, \text{ мкСм/см} \quad (9)$$

10.4.2 По измерительному каналу температуры

Рассчитывают абсолютную погрешность измерения температуры ΔT по формуле (10):

$$\Delta T = T_{изм} - T_{эт}, ^\circ\text{C} \quad (10)$$

где $T_{изм}$ – среднеарифметическое значение температуры, фиксируемое на дисплее анализатора, $^\circ\text{C}$;

$T_{эт}$ – среднеарифметическое значение температуры, фиксируемое эталонным термометром, $^\circ\text{C}$.

Результаты считают положительными, если значения погрешности измерений температуры не превышают $\pm 0,3 ^\circ\text{C}$ для датчиков ДК-2, ДК-5 и термодатчика ДТ-2.

10.4.3 По измерительному каналу водородного показателя pH

Рассчитывают абсолютную погрешность при измерениях водородного показателя в комплекте с электродной системой (Δ_{pH}) для каждого измеренного значения водородного показателя по формуле (11):

$$\Delta_{pH} = pH_{изм} - pH_{эт}, \quad (11)$$

где $pH_{изм}$ - среднеарифметический результат измерений водородного показателя в буферном растворе, воспроизводящем значение $pH_{эт}$;

$pH_{эт}$ - значение водородного показателя pH, воспроизводимое буферным раствором – рабочим эталоном pH при температуре плюс $(25,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$.

Результаты считают положительными, если значения абсолютной погрешности измерений водородного показателя pH не превышают $\pm 0,05$ для модификации Кондуктометр/pH-метр КТА-2.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол произвольной формы и в руководство по эксплуатации.

11.2 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и оформляются результаты поверки в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

При положительных результатах поверки допускается оформление свидетельства о поверке в случаях, предусмотренных действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

11.3 На анализатор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин непригодности по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении) и (или) наносится в руководство по эксплуатации.

Начальник отдела 205
ФГБУ «ВНИИМС»

С.В. Вихрова

Начальник отдела 207
ФГБУ «ВНИИМС»

Инженер 2 категории
ФГБУ «ВНИИМС»

А.Д. Карпов