

СОГЛАСОВАНО

Главный метролог ЛОЕИ

ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»

В. А. Лапшинов

М.п. «17» июля 2024 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Кондуктометры радиочастотные автогенераторные бесконтактные КРАБ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-324-2024

2024 г.

1. Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на кондуктометры радиочастотные автогенераторные бесконтактные КРАБ (далее – кондуктометры), предназначенные для измерений удельной электрической проводимости (УЭП) и температуры технологических растворов.

1.2 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице А.1 Приложения А настоящей методики поверки.

1.3 При поверке кондуктометров должна быть обеспечена прослеживаемость к следующим государственным первичным эталонам:

- ГЭТ 132-2018 Государственный первичный эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей в диапазоне от 0,001 до 50 См/м в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27.12.2018 г. №2771.

- ГЭТ 34-2020 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений температуры, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23.12.2022 г. №3253.

1.4 Реализация методики поверки производится следующими методами:

- при поверке измерительного канала УЭП – непосредственным сличением поверяемого кондуктометра с эталонным кондуктометром;
- при поверке измерительного канала температуры – непосредственным сличением поверяемого кондуктометра с лабораторным электронным термометром.

2. Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки
		первичной	периодической	
1	Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
2	Подготовка к поверке и опробование средства измерений:			8
	– контроль условий поверки;	да	да	8.1
	– подготовка к поверке средства измерений;	да	да	8.2
	– опробование средства измерений	да	да	8.3
3	Проверка программного обеспечения	да	да	9
4	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям			10
	– определение приведенной погрешности измерений УЭП;	да	да	10.1
	– определение приведенной погрешности измерений температуры.	да	да	10.2

№ п/п	Наименование операции	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки
		первичной	периодической	
5	Оформление результатов поверки	да	да	11

2.2 Допускается, в соответствии с заявлением владельца средства измерений, проведение периодической поверки отдельных измерительных каналов кондуктометра, указанных в описании типа.

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающей среды, °С	от +15 до +25
относительная влажность окружающей среды, %	от 0 до 75
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,0

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются лица:

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

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные 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
8, 9, 10	Средства измерений: <ul style="list-style-type: none"> - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15°C до +25 °C с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ °C - атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106,0 кПа, с абсолютной погрешностью: $\pm 0,5$ кПа - относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 до 75 % с абсолютной погрешностью ± 3 % 	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7, рег. № 71394-18
10.1	- Эталоны единицы удельной электрической проводимости жидкостей, соответствующие требованиям к рабочим эталонам 2 разряда в соответствии с ГПС для средств измерений электрической проводимости жидкостей,	Кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, рег. № 46635-11

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	утвержденной приказом Росстандарта от 27.12.2018 № 2771	
10.2	– Средства измерений температуры жидкости от 0 °С до 125 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,1$ °С;	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег.№ 61806-15
Вспомогательные средства:		
Термостат жидкостный, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне от 0 °С до 125 °С, погрешность поддержания температуры не ниже, чем $\pm 0,2$ °С		Термостат переливной прецизионный ТПП – 2.1
Весы лабораторные электронные, класс точности I «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания более 200 г		Весы неавтоматического действия ACCULAB ATL-80d4, рег. № 57188-14
Калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77		
Серная кислота х.ч., ГОСТ 4204-77		
Колбы мерные 2а-2000-2 ГОСТ 1770-74		
Цилиндры мерные 1-100-2, 1-250-2 ГОСТ 1770-74		
Пипетки градуированные 1-1-2-2, 1-1-2-10, 1-1-2-25 ГОСТ 29227-91		
Стаканчики для взвешивания В-1-100ТС, В-1-250ТС ГОСТ 25336-82		
Вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018		
<p>Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</p>		

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1. При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

6.1.1 Правила безопасности, при работе с кондуктометрами и средствами поверки в соответствии с соответствующими разделами эксплуатационной документации.

6.1.2 Правила безопасности, действующие на месте поверки (на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации) или в лаборатории).

6.1.3 Требования ГОСТ 12.1.005-88 «Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»

6.1.4 Требования ГОСТ 12.1.019-2017 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.» при эксплуатации электроустановок

6.1.5 Требования ГОСТ 12.1.004-91 «Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.» - правила пожарной безопасности

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида и комплектности кондуктометра требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие механических повреждений и видимых дефектов, способных повлиять на результаты поверки кондуктометра;
- на кондуктометре должна быть маркировка с указанием типа, года выпуска и номера кондуктометра.

7.2 Результат внешнего осмотра считают положительным, если кондуктометр соответствует требованиям, перечисленным в п.7.1. Если перечисленные требования не выполняются, кондуктометр признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где будет проходить поверка средств измерений, необходимо провести контроль условий окружающей среды – определить температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля окружающей среды отображают в рабочих записях и в протоколе поверки.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 Кондуктометр подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2.2 Проверяют наличие действующих сведений о результатах поверки средств измерений, применяемых при поверке, в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений РФ, устанавливают и подготавливают к работе средства поверки в соответствии с их эксплуатационной документацией.

8.2.3 Проверяют сроки годности стандартных образцов и реактивов.

8.2.4 Готовят не менее трех поверочных растворов удельной электрической проводимости объёмом не менее 12 литров, в соответствии с приложением Б, охватывающих весь диапазон измерений кондуктометра на начальном, среднем и конечном участках.

8.3 Опробование средства измерений.

8.3.1 Включают кондуктометр в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.3.2 Дожидаются окончания самотестирования.

8.3.3 Результат опробования считается положительным, если отсутствуют сообщения об ошибках. Если перечисленные требования не выполняются, кондуктометр признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

9. Проверка программного обеспечения

9.1 Проверка версии внутреннего автономного ПО.

9.1.1 Номер версии внутреннего автономного ПО проверяют с помощью сервисной программы КРАБ-МЗ.

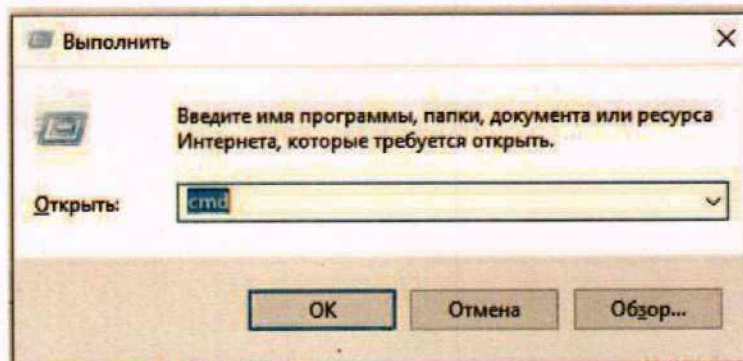
9.1.2 После запуска сервисной программы переходят в режим «Измерения». Номер версии внутреннего ПО считывают из окошка «Версия ПО кондуктометра», расположенного в правой части экрана ПК. Номер версии должен быть не ниже указанного в описании типа.

9.2 Проверка версии сервисного ПО.

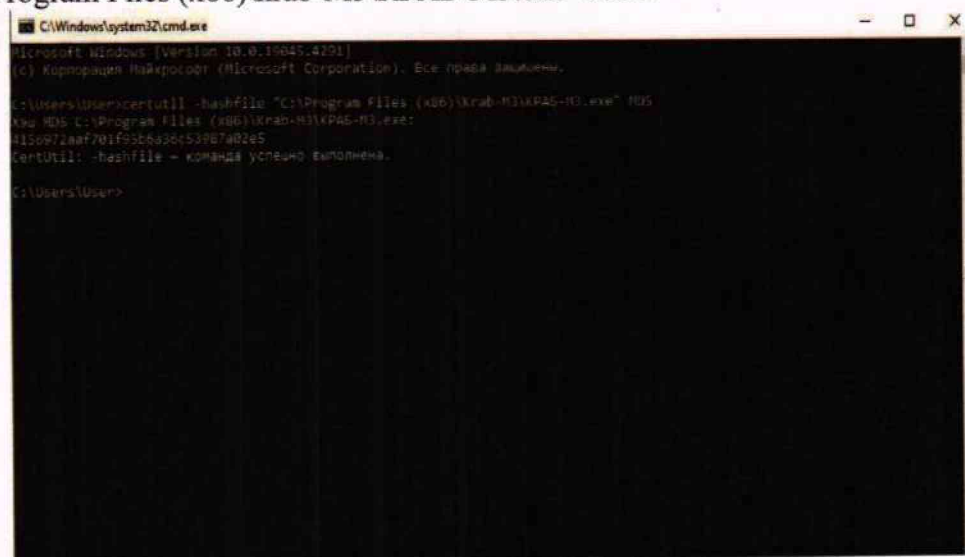
9.2.1 Значение контрольной суммы, являющейся цифровым идентификатором сервисного ПО КРАБ-МЗ, проверяют с помощью встроенной в Windows 10 утилиты **certutil** следующим образом:

9.2.1.1 Открывают окно «Выполнить» нажатием комбинации клавиш Win + R

9.2.1.2 Вводят в окне «Выполнить» команду **cmd** для вызова отдельного окна интерпретатора командной строки:



9.2.1.3 В открывшемся окне интерпретатора командной строки вводят команду: **certutil-hashfile "C:\Program Files (x86)\krab-M3\КРАБ-М3.exe" MD5**



Указанный путь к исполняемому файлу (заключен в кавычки) может быть другим в зависимости от конкретного места расположения исполняемого файла КРАБ-М3.exe

9.2.1.4 Проверяют соответствие вычисленной контрольной суммы исполняемого кода заданному значению: 4156972aaf701f95b6a36c53987a02e5.

9.2.2 Проверку наличия средств защиты, исключающих возможность несанкционированных модификации, загрузки, считывания из памяти, удаления или иных преднамеренных изменений метрологически значимой части ПО и измерительной информации осуществляют следующим образом:

9.2.2.1 Запускают сервисную программу КРАБ-МЗ.

9.2.2.2 Переходят в метрологически значимую вкладку «Параметры входа».

9.2.2.3 Пробуют изменить любой из параметров, представленных на экране, действуя согласно Руководству по эксплуатации кондуктометра, и убеждаются в невозможности внесения изменений.

9.2.2.4 В окне с надписью «Введите сервисный пароль» в верхней части экрана вводят пароль из четырёх цифр и щёлкают мышью по галочке в левом верхнем углу экрана. Пароль по умолчанию имеет значение 0000 и может быть изменён пользователем в порядке, описанном в Руководстве по эксплуатации. В случае ввода правильного пароля на экране появляется надпись на зелёном фоне «Режим ввода и редактирования параметров».

9.2.2.5 Пробуют изменить любой из параметров, представленных на экране, действуя согласно Руководству по эксплуатации кондуктометра, и убеждаются в возможности внесения изменений.

9.2.2.6 Повторяют действия по п.п.9.2.2.3 - 9.2.2.5 для метрологически значимых вкладок «Параметры выхода», «Таблица термокомпенсации» и «Таблицы преобразования».

9.2.2.7 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные программного обеспечения средства измерений (идентификационные наименования программного обеспечения, номера версий) не ниже указанных в описании типа средства измерений. Если номер версии ПО не соответствует номеру, указанному в описании типа, кондуктометр признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

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

10.1 Определение приведенной погрешности измерений УЭП

10.1.1 Приведенную погрешность УЭП кондуктометра определяют не менее, чем в трех точках, охватывающих весь диапазон измерений на начальном, среднем и конечном участках. Растворы заливают в измерительный бачок диаметром не менее 250 мм и высотой не менее 250 мм, чувствительный элемент датчика кондуктометра размещают в центре бачка.

10.1.2 В каждой поверяемой точке проводят не менее трех измерений величины УЭП. При каждом измерении добиваются установившегося значения температуры раствора, которая контролируется термометром, а также по выходному сигналу температурного канала кондуктометра.

10.1.3 Значение приведенной погрешности УЭП « γ » в процентах определяют по формуле (1):

$$\gamma = \frac{\chi_i - \chi_0}{\chi_N} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где γ – значение приведенной погрешности, %;

χ_i – значение УЭП, определенное поверяемым кондуктометром, См/м;

χ_0 – значение УЭП, измеренное эталонным кондуктометром, См/м;

χ_N – верхний предел диапазона измерения поверяемого кондуктометра, См/м.

10.1.4 Результаты определения считают положительными, если приведенная погрешность измерения УЭП кондуктометра не превышает значений, указанных в таблице А.1 Приложения А.

10.2 Определение приведенной погрешности измерений температуры

10.2.1 Приведенную погрешность измерений температуры определяют не менее, чем в трех точках, охватывающих весь диапазон измерений на начальном, среднем и конечном участках.

10.2.2 Бачок с датчиком поверяемого кондуктометра заполняют дистиллированной водой (или для пониженных температур – этиловым спиртом) и помещают в термостат. В термостате поочередно устанавливают выбранные значения температуры. Каждый раз фиксируют температуру воды по термометру и установившееся значение напряжения на выходе канала измерения температуры.

10.2.3 Приведенную погрешность измерений температуры вычисляют по формуле (2):

$$\gamma_{T_i} = \frac{T_i^K - T_i^T}{T_N} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где: γ_{T_i} – рассчитанное значение приведенной погрешности измерения температуры, %;

T_i^K – значение температуры, определенное на выходе температурного канала поверяемого кондуктометра, °С;

T_i^T – значение температуры, измеренное термометром, °С;
 T_N - верхний предел диапазона измерений температуры, °С.

10.2.4 Результаты определения считают положительными, если приведенная погрешность измерений температуры кондуктометра не превышает значений, указанных в таблице А.1 Приложения А.

11. Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки оформляются протоколом, составленным в произвольной форме, и содержащим результаты по разделам 7, 8, 9, 10 настоящей методики поверки.

11.2 Сведения о результатах поверки кондуктометров передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений, предусмотренным частью 3 статьи 20 Федерального закона № 102-ФЗ.

11.3 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке по установленной форме, соответствующей действующему законодательству в области обеспечения единства измерений.

11.4 При отрицательных результатах поверки кондуктометры признаются непригодными к применению. Сведения об отрицательных результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

Ведущий инженер по
метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ
Метрология»



Г.С. Володарская

Инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ
Метрология»



О.Н. Бегутова

Приложение А
(обязательное)
Метрологические характеристики кондуктометров

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений УЭП, См/м	от 1 до 50
Диапазон измерений температуры, °С	от 0 до 125
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений УЭП ¹⁾ , %	± 2
Пределы допускаемой приведенной погрешности измерений температуры ¹⁾ , %	± 1,5
¹⁾ Нормирующим значением является верхняя граница диапазона измерений	

Приложение Б
(обязательное)

Приготовление поверочных растворов УЭП

1. Приготовление растворов УЭП описано в таблице Б.1. Готовят минимум 12 дм³ каждого раствора УЭП.

Таблица Б.1 - Приготовление поверочных растворов УЭП

№ раствора УЭП	Контроль-ное вещество	Массовая концентрация контрольного вещества, С, г/дм ³	Масса навески контрольного вещества, м, г	Объем колбы для приготовления раствора УЭП, V _к , дм ³	УЭП контрольного раствора, См/м
1	Калий хлористый	5,718	11,436	2	1
2	Калий хлористый	12,10	24,20	2	2
3	Калий хлористый	31,67	63,34	2	5
4	Калий хлористый	52,27	104,54	2	8
5	Калий хлористый	66,28	132,57	2	10
6	Калий хлористый	135,70	271,4	2	20
7	Калий хлористый	199,61	399,23	2	30
8	Серная кислота	114,0	228	2	50

2. Средства измерений, вспомогательные средства, реактивы, материалы указаны в таблице 2 данной методики поверки.

3. Приготовление поверочных растворов УЭП №1 - №7.

Навеску калия хлористого, указанную в таблице Б.1, взвешивают в стаканчике с точностью до четвертого десятичного знака, затем количественно переносят в мерную колбу, обмывая стаканчик дистиллированной водой. Заполняют колбу дистиллированной водой наполовину, перемешивают до полного растворения навески и заполняют колбу тем же растворителем, не доводя до метки 2-3 см. Перемешивают и выдерживают в термостате в течение 30 минут при температуре 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают и выдерживают полученный раствор в течение 24 часов.

4. Приготовление поверочного раствора УЭП №8.

Рассчитывают объем серной кислоты, необходимый для приготовления раствора УЭП со значением 50 См/м.

$$V_{H_2SO_4} = \frac{m_{H_2SO_4}}{\rho_{H_2SO_4}}, \quad (Б.1)$$

где $V_{H_2SO_4}$ – объем серной кислоты, необходимый для приготовления раствора УЭП со значением 50 См/м;

$m_{H_2SO_4}$ – масса серной кислоты, необходимая для приготовления раствора со значением УЭП 50 См/м (таблица Б.1), г;

$\rho_{H_2SO_4}$ – плотность используемой концентрированной серной кислоты, г/см³ (плотность серной кислоты находят по таблице 17.Б «Плотности и концентрации растворов серной кислоты» справочника Ю.Ю.Лурье «Справочник по аналитической химии», если она не указана в паспорте).

Мерную колбу заполняют примерно наполовину дистиллированной водой, закрывают пробкой, термостатируют при 25°C, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Осторожно тонкой стружкой добавляют объем $V_{H_2SO_4}$ серной кислоты, рассчитанный по формуле (Б.1). Аккуратно перемешивают. Охлаждают, закрывают пробкой и выдерживают в термостате при 25 °С в течение 30 минут. Насухо вытирают колбу после термостата и взвешивают на весах. По разнице взвешиваний вычисляют массу добавленной кислоты. Масса добавленной кислоты не должна отличаться от указанной в таблице Б.1 более чем на 2% относительных. Затем раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают, и выдерживают полученный раствор в течение 24 часов.

5. Доверительные границы абсолютной погрешности (ΔC , г/дм³) установленных значений растворов из таблицы Б.1 данного приложения рассчитывают по формуле (Б.2):

$$\Delta C = C \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta \mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_1}{m_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2}, \quad (\text{Б.2})$$

где $\Delta \mu$ – доверительные границы погрешности установления массовой доли основного вещества при $P=0,95$, %;

μ – массовая доля основного вещества (по паспорту), %;

m_1 – масса навески контрольного вещества, г

Δm_1 – пределы допускаемой погрешности взвешивания, г;

V_1 – объем приготовленного раствора, см³;

ΔV_1 – пределы допускаемой погрешности вместимости мерной колбы, см³.

6. Поверочные растворы следует хранить не более трех месяцев с момента приготовления при нормальных условиях в герметически закрытой посуде из стекла или полиэтилена.

Примечание - Допускается использовать растворы УЭП со значениями, отличными от указанных выше, но охватывающими весь диапазон измерений на начальном, среднем и конечном участках. Приготовление растворов УЭП описано в приложении 2 ГОСТ 22171-90 «Анализаторы жидкости кондуктометрические лабораторные. Общие технические условия» и п.6 Р 50.2.021-2002 «Эталонные растворы удельной электрической электропроводности жидкостей. Методика приготовления и первичной поверки».

7. Для поверки могут использоваться стандартные образцы удельной электрической проводимости водных сред, которые приведены в таблице Б.2.

Таблица Б.2 – Стандартные образцы удельной электрической проводимости

ГСО	Индекс стандартного образца	Интервал допускаемых аттестованных значений удельной электрической проводимости CO , См/м	Границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения (при $P=0,95$), %	Допускаемые значения расширенной неопределенности аттестованного значения CO ($k=2$; $P=0,95$), %
7374-97	УЭП-1	от 10,6 до 11,8	$\pm 0,25$	-
7375-97	УЭП-2	от 1,23 до 1,35	$\pm 0,25$	-
12374-2023	-	от 10,000 до 20,000	-	$(-0,03 \cdot X^1) + 0,8$

¹⁾ X – аттестованное значение удельной электрической проводимости CO , См/м

Примечание - Допускается использование ГСО с характеристиками не хуже приведенных в таблице Б.2.