

**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»



[Signature]
Е.П. Собина

23 " 03 2022 г.

ГСИ. Титраторы Metrohm Eso. Методика поверки

МП 121-241-2021

Екатеринбург

2022

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** и.о. зав. лаб. 241 Медведевских М.Ю.
- 3 **СОГЛАСОВАНО** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в марте 2022 г.

Дата введения: март 2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на титраторы Metrohm Eco (далее – титраторы), изготовленные фирмой «Metrohm AG», Швейцария и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость титратора к государственному первичному эталону ГЭТ 173-2017 согласно государственной поверочной схеме для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 2832 от 29 декабря 2018 г., а также к государственному первичному эталону массы ГЭТ 3-2020, утвержденному приказом Росстандарта № 2180 от 23 декабря 2020 г., путем применения эталонов, заимствованных из поверочной схемы для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта № 2818 от 29 декабря 2018 г.

1.3 Поверка титраторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики. Передача единицы массовой доли воды осуществляется методом прямых измерений стандартных образцов.

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	
	Eco KF Titrator	Eco Coulometer
Диапазон измерений массовой доли воды, %	от 0,001 до 100	от 0,0001 до 100
Предел допускаемого относительного средне-квадратичного отклонения результатов измерений массовой доли воды, %, в поддиапазонах измерений:		
от 0,0001 до 0,001 включ.	-	5,0
св. 0,001 до 0,01 включ.	3,0	3,0
св. 0,01 до 0,05 включ.	2,5	2,5
св. 0,05 до 100 включ.	1,5	1,5
Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений массовой доли воды, %, в поддиапазонах измерений:		
от 0,001 до 0,01 включ.	±6,0	±6,0
св. 0,01 до 0,05 включ.	±5,0	±5,0
св. 0,05 до 100 включ.	±3,0	±3,0

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г.

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка 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»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2832 от 29 декабря 2018 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2818 от 29 декабря 2018 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2180 от 23 декабря 2020 года «Об утверждении Государственного первичного эталона единицы массы – килограмма»

ГОСТ R OIML 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при поверке при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений: Проверка относительного среднего квадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли воды	да	да	10.1
Проверка диапазонов измерений массовой доли воды	да	да	10.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, титратор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца титратора или лица, представившего титратор на поверку, допускается проведение поверки для меньшего числа поддиапазонов (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, °С от 18 до 25;
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке титратора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, прошедшие инструктаж и обученные работе с титратором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

Таблица 3 – Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Средство измерений температуры и относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4	Гигрометр Rotronic модификации HygroLog NT, рег. номер в ФИФ 26379-04
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	стандартный образец массовой доли воды в нефтепродуктах и органических жидкостях	диапазон аттестованных значений от 0,001 % до 0,015 % и границы относительной погрешности аттестованного значения ± 4 % при $P=0,95$, ГСО 10056-2011
	стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости	диапазон аттестованных значений от 0,090 % до 0,105 % и границы относительной погрешности аттестованного значения ± 2 % при $P=0,95$, ГСО 9233-2008
	стандартный образец массовой доли воды органической жидкости	диапазон аттестованных значений от 0,015 % до 0,03 % и границы относительной погрешности аттестованного значения ± 4 % при $P=0,95$; диапазон аттестованных значений от 0,03 % до 0,05 % и границы относительной погрешности аттестованного значения ± 2 % при $P=0,95$; диапазон аттестованных значений от 0,05 % до 2,0 % и границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,5$ % при $P=0,95$, ГСО 9922-2011
	стандартный образец массовой доли воды в органической жидкости	диапазон аттестованных значений от 0,5 % до 5,0 % и границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1,5$ % при $P=0,95$, ГСО 10798-2016
	стандартный образец массовой доли воды лактозы моногидрата	диапазон аттестованных значений от 5,00 % до 5,50 % и границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,2$ % при $P=0,95$, ГСО 11820-2021

продолжение таблицы 3

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	стандартный образец массовой доли воды в дигидрате молибдата натрия	диапазон аттестованных значений от 14,7 % до 15,0 % и границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,1$ % при $P=0,95$, ГСО 10911-2017
	весы лабораторные электронные LE225D I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R-76-1-2011	рег. номер в ФИФ 28158-04
	микрошприц Hamilton объем дозирования (1 - 10) мкл	-
	шприцы медицинские объем 1,0; 5,0 см ³	
	m-ксилол безводный, чистота не менее 99 %	
	вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144	

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены. Стандартные образцы должны иметь действующие паспорта.

6.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 1.

7 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15.12.2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.2.003.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида титраторов сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений титраторов;
- чистоту титраторов, отсутствие следов коррозии, подтеков химических реактивов;
- соответствие комплектности указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 Если при внешнем осмотре титратора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.2 Титраторы подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

9.3 Стандартные образцы (далее – ГСО) подготавливают в соответствии с паспортом.

9.4 Опробование

Проверить работоспособность органов управления и регулировки титраторов при помощи встроенных систем контроля в соответствии с РЭ.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка относительного среднего квадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли воды

Для проверки относительного среднего квадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли воды используют ГСО по таблице 3, воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144 и m-ксилол.

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 ГСО по разделу 6 или воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144.

Для ввода аликвот ГСО и воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144 используют шприцы объемом 1, 5 см³, микрошприц. Точную массу аликвоты устанавливают на весах неавтоматического действия I специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1. Рекомендуемые массы навесок приведены в таблице 4. Проводят не менее пяти измерений массовой доли воды в ГСО, воде дистиллированной по ГОСТ Р 58144 и m-ксилоле.

10.2 Проверка диапазонов измерений массовой доли воды

10.2.1 Проверку диапазона измерений массовой доли воды провести одновременно с проверкой относительной погрешности по п. 11.1 (Провести измерения массовой доли воды в начале и конце каждого поддиапазона измерений).

Диапазон измерений массовой доли воды должен удовлетворять требованиям таблицы 5.

Таблица 4 - Рекомендуемые массы навески

Анализируемое вещество	Массовая доля воды, %	Рекомендуемая масса аликвот, г	
		Волюметрический метод	Кулонометрический метод
m-ксилол*	0,0001 – 0,001	-	10,0
ГСО 10056-2011	0,004 – 0,015	5,0	2,5
ГСО 9233-2008	0,090 – 0,105	4,0	2,0
ГСО 9922-2011	0,1 – 1,0	1,0	0,5
ГСО 10798-2016	0,5 – 5,0	1,0	0,5
ГСО 10980-2017	5,00 – 5,50	1,0	1,0
Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144	100	0,05	0,01

*предварительно осушенный молекулярными ситами: путем добавления 10 г молекулярных сит на 100 см³ m-ксилола, выдерживанием в течение 2 часов.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Относительную погрешность (δ_{ij}) измерений массовой доли воды для j -го ГСО и воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144 рассчитывают 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 среднее квадратическое отклонение ($S_{0,j}$) измерений массовой доли воды для j -го ГСО, воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144 и m-ксилола 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 относительного среднего квадратического отклонения и относительной погрешности измерений массовой доли воды должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки титратор признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

12.3 Нанесение знака поверки на титраторы не предусмотрено. Пломбирование титраторов не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки титратор признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка 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» или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

Разработчик

И.о.зав. лаб.241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»



М.Ю. Медведевских