

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н. И. Ханов

2015 г.

**Кондуктометры КС-1М
(модификации КС-1М-1, КС-1М-2, КС-1М-3, КС-1М-4)**

Методика поверки
МП 209-13-2015

и.р. 62885-13

Разработал

Руководитель лаборатории

В.И. Суворов

" " 2015 г.

Санкт-Петербург
2015 г.

Кондуктометры КС-1М (модификаций КС-1М-1, КС-1М-2, КС-1М-3, КС-1М-4) предназначены для измерения удельной электрической проводимости (УЭП) и температуры анализируемой среды (Т).

Кондуктометры подлежат первичной и периодической поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в табл.1.

Таблица 1

Наименование операции	Наименование документа, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик:			
4.1. Определение метрологических характеристик канала измерений температуры	п. 6.4.1.	Да	Да
4.2. Определение метрологических характеристик канала измерений УЭП		Да	Да
4.2.1. в диапазоне от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ См/м	п. 6.4.2.	Да	Нет
4.2.2. в диапазоне св. 10^{-4} до 100 См/м	п. 6.4.3.	Да	Да

2. Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются следующие средства измерений и оборудование:

Таблица 2

№ п/п	Наименование	Характеристики оборудования
Основное оборудование		
п. 6.4.2. п. 6.4.3. п. 6.4.4.	Установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1	диапазон измерений от 10^{-6} до 100 См/м, $\delta \pm 0,25 \%$
п. 6.4.4.	Калий хлористый	по ГОСТ 4234-77
п. 6.4.3.	Этиленгликоль	по ГОСТ 10164-75
п. 6.4.1	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300	диапазон измерений от - 50 до 200 °С, $\Delta \pm 0,05$ °С
Вспомогательное оборудование		
–	Термостат жидкостной ТЖ мод. ТС-01, ТБ-01.	диапазон регулирования температуры не менее 10 – 95 °С; погрешность не более $\pm 0,03$ °С
–	Пипетки мерные 2-го класса точности	по ГОСТ 29169-91
–	Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой	по ГОСТ 1770-74
–	Вода дистиллированная	по ГОСТ 6709-72

2.2. Допускается применять средства, не приведенные в перечне, но обеспечивающие определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3. Требования безопасности

3.1. К работе с кондуктометрами, используемые при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

3.2. Перед включением должен быть проведен внешний осмотр кондуктометров с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.3. Перед включением в сеть кондуктометров, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

3.4. Помещение, в котором проводятся поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

3.5. При приготовлении растворов с применением этиленгликоля в качестве растворителя не допускается его попадание на кожные покровы. Работу следует проводить только с использованием медицинских перчаток.

4. Условия поверки и подготовка к ней

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха: $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха: до 95 %;
- атмосферное давление: от 84 до 106,7 кПа

5. Подготовка к поверке

5.1. Подготовить кондуктометр к работе в соответствии с технической документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев кондуктометра в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность кондуктометра в режиме измерения
- проверить отсутствие на дисплее кондуктометра предупреждающих сообщений;

5.2. Распакованный кондуктометр необходимо выдержать перед включением в течение двух часов при температуре $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности до 95 %;

5.3. Перед проведением поверки кондуктометром должен быть предварительно настроен и откалиброван согласно «Руководству по эксплуатации Кондуктометр КС-1М СПП 436952.001 РЭ»

6. Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра установки проверяется на соответствие кондуктометра следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы (определяется на слух при наклонах изделия).
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности кондуктометра технической документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Кондуктометр считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Кондуктометры с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей кондуктометра согласно технической документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки.

6.3 Подтверждение соответствия ПО

При проведении поверки кондуктометра выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения».

Программное обеспечение запускается в автоматическом режиме после включения кондуктометра. Просмотр версии ПО доступен при включении кондуктометра.

Кондуктометры считаются прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или выше номера версии, указанного в описании типа.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1. Определение метрологических характеристик канала измерений температуры

Определение метрологических характеристик канала измерений температуры проводится путем сравнения значений, полученных на кондуктометре со значением эталонного термометра.

На кондуктометре установить непрерывную индикацию значения температуры жидкости. Поместить датчик поверяемого кондуктометра в термостат с водой по возможности ближе к месту установки термометра ЛТ-300

Последовательно установить на термостате значения температур, соответствующих 10%, 30%, 50%, 70%, 90% от диапазона рабочих температур кондуктометра.

После выхода термостата в стационарный режим для каждого из значений температур дождаться стабильных показаний температуры на кондуктометре, не менее десяти минут для контактных датчиков (КС-1М-1, КС-1М-2) и не менее 30 минут для бесконтактных датчиков (КС-1М-3, КС-1М-4).

Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитывают для каждого измеренного значения по формуле (1):

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт.}} \quad (1), \quad \text{где}$$

$t_{\text{изм}}$ – температура воды, измеренная кондуктометром, °С;

$t_{\text{эт}}$ – температура воды, измеренная эталонным термометром, °С.

Результаты поверки считаются положительными, если значение абсолютной погрешности не превышает указанного в таблице Б.1 приложения Б.

6.4.2. Определение метрологических характеристик канала измерений УЭП

Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений УЭП проводится путем сравнений УЭП поверочных растворов, измеренных кондуктометром со значениями, полученными на эталонном кондуктометре.

Измерения проводят, начиная от растворов с меньшим значением УЭП к большим при температуре растворов 25 °С. В каждой точке проводят не менее трех независимых измерений.

6.4.2.1. Определение метрологических характеристик канала измерений УЭП в диапазоне св. $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ См/м

Поверочные растворы УЭП готовят путем растворения хлористого калия в этиленгликоле (Приложение А);

Относительную погрешность измерений УЭП рассчитывают для каждого измеренного значения по формуле (2).

Результаты поверки считаются положительными, если значение относительной погрешности не превышает указанного в таблице Б.1 приложения Б.

6.4.2.3. Определение метрологических характеристик канала измерений УЭП в диапазоне св. 10^{-4} до 100 См/м.

Поверка проводится в соответствии с ГОСТ Р 8.722-2010 «ГСИ Анализаторы жидкости кондуктометрические. Методика поверки» при помощи поверочных растворов УЭП (Приложение А).

Относительную погрешность измерений УЭП рассчитывают для каждого измеренного значения по формуле (3):

$$\delta_{уэп} = \frac{\chi_1 - \chi_0}{\chi_0} \cdot 100\% \quad (2), \quad \text{где}$$

χ_1 – значение УЭП измеренное кондуктометром, См/м;

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

Результаты поверки считаются положительными, если значение относительной погрешности не превышает указанного в таблице Б.1 приложения Б.

7. Оформление результатов поверки

7.1. Результаты периодической поверки или поверки после ремонта оформляют в виде свидетельства о поверке.

7.2. Результаты поверки считаются положительными, если кондуктометр удовлетворяет всем требованиям настоящей методики.

7.3. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого кондуктометра, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности. При этом запрещается обращение и его применение.

Приготовление поверочных растворов удельной электропроводности

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- серная кислота х.ч., ГОСТ 4204-77;
- этиленгликоль ч.д.а., ГОСТ 10164-75;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-79;
- установка кондуктометрическая поверочная КПУ-1 (№ госреестра 31468-06)
- весы лабораторные электронные МВ210-А (№ госреестра 26554-04)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74

1. Приготовление растворов УЭП в диапазоне 10^{-3} до 30 См/м

Поверочные растворы с требуемой массовой концентрацией готовят с помощью хлористого калия по ГОСТ 4234

Для приготовления поверочных растворов хлористого калия № 1-5 расчетную навеску соли (таблица А.1) взвешивают в стакане вместимостью 100 мл, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой, перемешивают, затем помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Для приготовления поверочных растворов хлористого калия № 6-9 расчетную навеску соли (таблица А.1) взвешивают в стакане вместимостью 25 мл.

Поверочный раствор № 10 приготавливают методом объемного разбавления из раствора № 7, для чего отбирают пипеткой 50 мл раствора, помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл, на 75 % объема заполненную дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают и помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Поверочные растворы № 11 и 12 готовят аналогичным образом из растворов 8 и 9 соответственно.

Таблица А.1.

Номер раствора	Молярная концентрация хлористого калия, моль/л	Массовая концентрация хлористого калия, г/л	Масса навески хлористого калия, г	УЭП поверочного раствора, См/м
1.	3	223,65	111,825	29,8
2.	2	149,10	74,55	20,5
3.	1	74,55	37,275	11,18
4.	0,5	37,275	18,6375	5,86
5.	0,3	22,365	11,1825	2,43
6.	0,1	7,455	3,7275	1,288
7.	0,05	3,7275	1,86375	0,67
8.	0,02	1,4910	0,7455	0,277
9.	0,01	0,7455	0,37275	0,1413
10.	0,005	0,3728	-	0,07182
11.	0,002	0,1491	-	0,02916
12.	0,001	0,0746	-	0,01469

2. Приготовление растворов УЭП в диапазоне св. 10^{-5} до 10^{-3} См/м

Приготовление поверочных растворов хлористого калия в этиленгликоле № 13, 14, 15 проводят аналогично с п.1 приложения А в мерной колбе вместимостью 500 мл. Расчетные навески для приготовления растворов приведены в таблице А.2.

Поверочные растворы № 16-20 готовят методом объемного разбавления из исходных растворов № 13-17 аналогично с п.1 приложения А.

Таблица А.2

Номер раствора	Молярная концентрация хлористого калия, моль/л	Массовая концентрация хлористого калия, г/л	Масса навески хлористого калия, г	УЭП поверочного раствора, См/м
13.	0,05	3,7275	1,86375	0,03991
14.	0,02	1,491	0,7455	0,01675
15.	0,01	0,7455	0,37275	0,00872
16.	0,005	0,37275	-	0,00444
17.	0,002	0,1491	-	0,00182
18.	0,001	0,07455	-	0,00093
19.	0,0005	0,037275	-	0,00047
20.	0,0002	0,01491	-	0,0002

3. Хранение

Стандартные растворы должны храниться в герметически закрытой посуде из стекла. Допускается хранение водных растворов хлористого калия в посуде из полиэтилена.

Стандартные растворы следует хранить при нормальных условиях. Срок годности не более трех месяцев с момента приготовления.

Таблица Б.1 - Метрологические и характеристики кондуктометров КС-1М

Наименование характеристики	Значение характеристики для модификаций			
	КС-1М-1	КС-1М-2	КС-1М-3	КС-1М-4
Диапазон измерений УЭП, См/м	от $1 \cdot 10^{-6}$ до 0,1	от 0,01 до 100	от 0,1 до 100	от 1 до 100
Пределы допускаемой основной относительной погрешности измерений УЭП, %:	± 2			
Пределы допускаемой дополнительной относительной погрешности, вызванной отклонением температуры окружающего воздуха от нормальной на каждые 10 °С в пределах от 5 до 50 °С, %	± 0,2			
Диапазон измерений температуры жидкости, t, °С:	от 1 до 100			
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения температуры жидкости, t, °С:	± 0,2			

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Кондуктометры КС-1М

Зав. № _____

Модификация _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Подтверждение соответствия ПО _____
4. Результаты определения погрешностей измерения:
 - УЭП, %
 - температуры пробы, °С

Заключение _____

Поверитель _____

Сведения о средствах поверки _____

Сведения о документе МП _____

Дата _____