

**«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
М.п. «20» октября 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы общего углерода
MT Measurement TOC-3000**

Методика поверки

МП 2450-0032-2023

И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей


M. В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2023 г.

Содержание

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки анализатора	3
3 Требования к условиям проведения поверки	4
4. Метрологические и технические требования к средствам поверки	4
5. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	5
6. Внешний осмотр анализатора	5
7. Подготовка к поверке и опробование анализатора	6
8 Проверка программного обеспечения	6
9 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	6
10 Оформление результатов поверки	9
Приложение А	10
Приложение Б	13
Приложение В	15

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего углерода MT Measurement TOC-3000 (далее – анализаторы).

При поверке анализаторов должна быть обеспечена прослеживаемость к следующему государственному первичному эталону:

ГЭТ 176-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 г.

Реализация методики поверки производится прямым измерением поверяемым анализатором величины, воспроизводимой контрольными растворами при поверке измерительного канала массовой концентрации общего органического углерода (далее - ООУ) и общего углерода.

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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

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

Таблица 1. Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при поверке		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
1. Внешний осмотр	Да	Да	п. 6
2. Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	п. 7
3. Проверка программного обеспечения анализатора	Да	Да	п. 8
4. Определение метрологических характеристик анализатора и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	п. 9
5. Оформление результатов поверки	Да	Да	п. 10

3 Требования к условиям проведения поверки

- температура окружающего воздуха, °С: 20 ± 5 ;
- относительная влажность воздуха, %: от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа: от 84 до 106.

4 Метрологические и технические требования к средствам поверки

При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2. Перечень средств поверки.

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3 Требования к условиям проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,3 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа;	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11
п. 7 Подготовка к поверке и опробование анализатора	Средства измерений температуры жидкого среды от 0 °С до 50 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,1$ °С; Стандартный образец состава сахарозы, массовая доля сахарозы не менее 95 %, границы абсолютной погрешности не более $\pm 0,9$ %; Стандартный образец массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты, массовая доля карбоната натрия от 99,950 % до 100,000 %, допускаемая абсолютная расширенная неопределенность аттестованного значения (при $k = 2$) 0,03 %	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15 СО состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022 СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na_2CO_3 СО УНИИМ) ГСО 10450-2014
	Вспомогательные средства: Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,2$ °С в диапазоне температур от 0 °С до 90 °С; Установка для очистки воды, массовая концентрация общего органического углерода на выходе не более 5 мкг/дм ³ , удельная электрическая проводимость не более 1 мкСм/см (при 25 °С); Весы лабораторные неавтоматического действия не ниже II класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальным пределом взвешивания не менее 500 г; Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018; Посуда мерная лабораторная по ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 29227-91.	

Продолжение таблицы 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Средства измерений температуры жидкого среды от 0 °C до 50 °C с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °C; Вспомогательные средства: Посуда мерная лабораторная по ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 29227-91; Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут ±0,2 °C в диапазоне температур от 0 °C до 50 °C.	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 рег. № 61806-15

Допускается применение аналогичных средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке, должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть. Также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

5.2 При проведении поверки соблюдаются следующие требования техники безопасности:
- при работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности» и ГОСТ 12.4.021-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования».

- при работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019-2017 «МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» и ГОСТ 12.2.007.0-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования» и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

6 Внешний осмотр анализатора

- 6.1 При проведении внешнего осмотра анализатора проверяют:
- соответствие комплектности и внешнего вида анализатора приведенным в описании типа (наличие товарного знака «MT Measurement» на корпусе прибора);
 - наличие знака утверждения типа в соответствии с описанием типа;

- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результат поверки анализатора.

6.2 Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Анализаторы, не соответствующие указанным требованиям, к поверке не допускаются.

7 Подготовка к поверке и опробование анализатора

7.1 Выдержать поверяемый анализатор в помещении в условиях, соответствующих условиям поверки, не менее 2 ч. В случае, если поверяемый анализатор находился при температуре ниже 0 °C, время выдержки должно быть не менее 4 ч.

7.2 Подготовить средства поверки и поверяемый анализатор к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией (далее – ЭД).

7.3 На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалибранный анализатор в соответствии с его руководством по эксплуатации и техническому обслуживанию.

7.4 Приготовить для проверки измерительного канала общего органического углерода контрольные растворы общего органического углерода (ООУ). Контрольные растворы готовить в соответствии с п. 2.1 Приложения А.

7.5 Приготовить для проверки измерительного канала общего углерода контрольные растворы общего неорганического углерода и общего органического углерода для последующего смешивания их в пропорции 2:1 и их последующего разбавления.

Контрольные растворы общего органического готовить в соответствии с п. 2.2 Приложения А.

Контрольные растворы общего неорганического углерода готовить в соответствии с Приложением Б.

7.6 Провести опробование анализатора. При опробовании анализатора проверяется:

- исправность работы жидкокристаллического дисплея анализатора;
- исправность и герметичность системы подачи раствора;
- общее функционирование анализатора.

8 Проверка программного обеспечения

8.1 Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в проверке номера версии программного обеспечения анализатора во вкладке «Help», пункт «Version», расположенным в правой верхней части экрана ПК.

8.2 Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если на его экране отображается номер версии ПО не ниже 1.209.2.101.

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

9.1 Определение относительной и приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешностей измерительного канала измерений массовой концентрации общего органического углерода.

9.1.1 Определение относительной и приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешностей измерений массовой концентрации общего органического углерода проводить путем сравнения показаний анализатора при подаче контрольных растворов общего органического углерода с их расчетными значениями массовой концентрации общего органического углерода.

Контрольные растворы готовятся в соответствии с п. 2.1 Приложения А из стандартного образца состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022 и дистиллированной воды.

Измерения проводить в точках с расчетными значениями общего органического углерода 6 мг/дм³, 45 мг/дм³, 95 мг/дм³ для диапазона измерений от 0,05 до 100 мг/дм³ включ., 200 мг/дм³, 4500 мг/дм³, 9500 мг/дм³ для диапазона измерений св. 100 до 10000 мг/дм³.

Измерения проводить при температуре контрольных растворов плюс 25 °С. В каждой точке проводить не менее пяти измерений.

9.1.2 Приведенную (к верхней границе диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации общего органического углерода в диапазоне измерений от 0,05 до 100 мг/дм³ включ. рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 1:

$$\gamma = \frac{\gamma_u - \gamma_0}{\gamma_{\max}} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где γ_u – показания анализатора при подаче контрольного раствора общего органического углерода, мг/дм³;

γ_0 – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода контрольного раствора, мг/дм³;

γ_{\max} – значение верхней границы диапазона измерений массовой концентрации общего органического углерода анализатора, мг/дм³.

9.1.3 Относительную погрешность измерений массовой концентрации общего органического углерода в диапазоне измерений св. 100 до 10000 мг/дм³ рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 2:

$$\delta = \frac{\gamma_u - \gamma_0}{\gamma_0} \cdot 100 \%, \quad (2)$$

где γ_u – показания анализатора при подаче контрольного раствора общего органического углерода, мг/дм³;

γ_0 – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода контрольного раствора, мг/дм³.

9.1.4 Результаты операции поверки считаются положительными, если в процессе поверки для всех точек диапазона измерений общего органического углерода от 0,05 до 100 мг/дм³ включ. приведенная (к верхней границе диапазона измерений) погрешность измерений не превышает ±3 %; в диапазоне св. 100 до 10000 мг/дм³ значение относительной погрешности не превышает ±3 %.

9.2 Определение относительной и приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешностей измерительного канала измерений массовой концентрации общего углерода.

9.2.1 Определение относительной и приведенной (к верхней границе диапазона измерений) погрешностей измерений общего углерода проводить путем сравнения показаний анализатора при подаче контрольных растворов общего углерода с расчетными значениями массовой концентрации общего углерода в контрольных растворах.

Контрольные растворы общего углерода готовить путем смешивания контрольных растворов общего органического углерода и общего неорганического углерода в пропорциях 2:1 и их последующего разбавления. Контрольные растворы общего органического углерода готовить в соответствии с п. 2.2 Приложения А, общего неорганического углерода - в соответствии с Приложением Б.

Для приготовления контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации общего углерода объемом 900 см³ необходимо взять контрольный раствор

общего органического углерода в объеме 600 см³ и общего неорганического углерода в объеме 300 см³ согласно таблице 3.

Таблица 3

Расчетное значение массовой концентрации общего углерода, мг/дм ³	Расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм ³	Расчетное значение массовой концентрации общего неорганического углерода, мг/дм ³
6	8	2
45	65	5
95	126,5	32
200	267,5	65
4500	6500	500
9500	12650	3200

Измерения проводить в точках с расчетными значениями общего углерода 6 мг/дм³, 45 мг/дм³, 95 мг/дм³ для диапазона измерений от 0,05 до 100 мг/дм³ включ., 200 мг/дм³, 4500 мг/дм³, 9500 мг/дм³ для диапазона измерений св. 100 до 10000 мг/дм³.

Измерения проводить при температуре контрольных растворов плюс 25 °С. В каждой точке проводить не менее пяти измерений.

9.2.2 Приведенную (к верхней границе диапазона измерений) погрешность измерений массовой концентрации общего углерода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 3:

$$\gamma = \frac{\gamma_u - \gamma_0}{\gamma_{\max}} \cdot 100 \%, \quad (3)$$

где γ_u – показания анализатора при подаче контрольного раствора общего углерода, мг/дм³;

γ_0 – расчетное значение массовой концентрации общего углерода контрольного раствора, мг/дм³;

γ_{\max} – значение верхней границы диапазона измерений массовой концентрации общего углерода анализатора, мг/дм³.

9.2.3 Относительную погрешность измерений массовой концентрации общего углерода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 4:

$$\delta = \frac{\gamma_u - \gamma_0}{\gamma_0} \cdot 100 \%, \quad (4)$$

где γ_u – показания анализатора при подаче контрольного раствора общего углерода, мг/дм³;

γ_0 – расчетное значение массовой концентрации общего углерода контрольного раствора, мг/дм³.

9.2.4 Результаты операции поверки считаются положительными, если в процессе поверки для всех точек диапазона измерений общего углерода от 0,05 до 100 мг/дм³ приведенная (к верхней границе диапазона измерений) погрешность измерений не превышает ±3 %; в диапазоне св. 100 до 10000 мг/дм³ значение относительной погрешности не превышает ±3 %.

10 Оформление результатов поверки

10.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения В, в котором указывается о соответствии/несоответствии анализатора предъявляемым требованиям.

10.2 Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего средство измерений на поверку, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном результате поверке) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

10.3 Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке (при его оформлении).

**ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)**

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ
ОБЩЕГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА**

1. Средства измерений, стандартные образцы и оборудование

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74;
Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91;
Весы электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ504 (рег. № 60902-15);
Кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс» (рег. № 12048-04);
Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15);
Мешалка ММ-5 ТУ25-11-834-80;
Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
Стандартный образец состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022, массовая доля сахарозы от 95,00 % до 100,00 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности при $P = 0,95 \pm 0,9 \%$;
Система получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA, массовая концентрация общего органического углерода на выходе, не более 5 мкг/дм³;
Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,2$ °C в диапазоне температур от 0 °C до плюс 50 °C.

Приготовление контрольных растворов общего органического углерода

Колбы с приготовленными основным и контрольными растворами маркировать.

2.1 Для приготовления основного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 9500 мг/дм³ взвесить на электронных весах 22,35 г материала ГСО 11886-2022 и перенести ее в мерную колбу объемом 1000 см³, промытую дистиллированной водой, пропущенной через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA. Добавить приблизительно 100 см³ дистиллированной воды, пропущенной через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA и тщательно растворить навеску ГСО 11886-2022. Добавить дистиллированную воду, пропущенную через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA до отметки 1000 см³ и закрыть герметично колбу.

Дополнительно измерять удельную электрическую проводимость очищенной воды при помощи кондуктометра лабораторного КЛ-4 Импульс, для контроля соответствия полученной очищенной воды требованиям, установленным производителем для контроля нулевой точки при калибровке СИ: удельная электрическая проводимость менее 1 мкСм/см (при плюс 25 °C) (п. 4.1 документа «Анализаторы общего углерода MT Measurement TOC-3000. Руководство по эксплуатации и техническому обслуживанию»).

Приготовленный раствор можно хранить герметично закрытым в темном прохладном месте в течение 1 месяца, срок годности – 1 месяц.

Контрольные растворы с расчетной массовой концентрацией общего органического углерода 6 мг/дм³, 45 мг/дм³, 95 мг/дм³, 200 мг/дм³, 4500 мг/дм³ готовить путем смешивания необходимого объема основного раствора и дистиллированной воды, пропущенной через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA.

Расчет объема основного раствора V_0 , необходимого для приготовления 500 см³ контрольного раствора, с требуемым расчетным значением массовой концентрации общего органического углерода производится по формуле:

$$V_0 = 500 \cdot \frac{C_{kp}}{C_0}, \quad (A.1)$$

где C_o – значение массовой концентрации общего органического углерода в основном растворе, мг/дм³;

V_o – объем основного раствора, необходимый для приготовления контрольного раствора с массовой концентрацией C_{kp} , см³;

C_{kp} – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в контрольном растворе, мг/дм³.

2.2 Для приготовления основного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 12650 мг/дм³ взвесить на электронных весах 29,76 г материала ГСО 11886-2022 и перенести ее в мерную колбу объемом 1000 см³, промытую дистиллированной водой, пропущенной через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA. Добавить приблизительно 100 см³ дистиллированной воды, пропущенной через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA и тщательно растворить навеску ГСО 11886-2022. Добавить дистиллированную воду, пропущенную через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA до отметки 1000 см³ и закрыть герметично колбу.

Приготовленный раствор можно хранить герметично закрытым в темном прохладном месте в течение 1 месяца, срок годности – 1 месяц.

Контрольные растворы с расчетной массовой концентрацией общего органического углерода 8 мг/дм³, 65 мг/дм³, 126,5 мг/дм³, 267,5 мг/дм³, 6500 мг/дм³ готовить путем смешивания необходимого объема основного раствора и дистиллированной воды, пропущенной через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA.

Расчет объема основного раствора V_o , необходимого для приготовления 1000 см³ контрольного раствора, с требуемым расчетным значением массовой концентрации общего органического углерода производится по формуле:

$$V_o = 1000 \cdot \frac{C_{kp}}{C_o}, \quad (\text{A.2})$$

где C_o – значение массовой концентрации общего органического углерода в основном растворе, мг/дм³;

V_o – объем основного раствора, необходимый для приготовления контрольного раствора с массовой концентрацией C_{kp} , см³;

C_{kp} – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в контрольном растворе, мг/дм³.

3. Расчет погрешности приготовления контрольных растворов

3.1. Расчет погрешности приготовления основного раствора массовой концентрацией общего органического углерода 9500 мг/дм³, выполняют по формуле:

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta \mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2} \quad (\text{A.3})$$

где C_1 - расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм³;

$\Delta\mu$ - допускаемая абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли сахарозы в материале стандартного образца, %;

μ - аттестованное значение массовой доли сахарозы в материале стандартного образца, %;

Δm - абсолютная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески материала стандартного образца сахарозы, г;

ΔV - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³.

Абсолютная погрешность приготовления основного раствора с концентрацией 9500 мг/дм³ составляет ± 10 мг/дм³.

3.2. Расчет погрешностей приготовления контрольных растворов с массовой концентрацией общего органического углерода 8 мг/дм³, 65 мг/дм³, 126,5 мг/дм³, 267,5 мг/дм³, 6500 мг/дм³ соответственно, выполняют по формуле:

$$\Delta_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_k}{C_k}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V2}}{V_2}\right)^2} \quad (A.4)$$

где C_i - расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода i -го контрольного раствора, мг/дм³;

Δ_k - значение абсолютной погрешности приготовления основного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода C_k (здесь C_k - 9500 мг/дм³), мг/дм³;

C_k - расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода основного раствора (здесь C_k - 9500 мг/дм³), мг/дм³;

Δ_{V1} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V_1 - вместимость мерной колбы, см³;

Δ_{V2} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбиаемого цилиндром (пипеткой), от номинального значения, см³;

V_2 - номинальный объем раствора, отбиаемого цилиндром (пипеткой), см³.

**ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)**

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ
ОБЩЕГО НЕОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА**

1. Средства измерений, стандартные образцы и оборудование

Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74;
Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91;
Весы электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ504
(рег. № 60902-15);
Кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс» (рег. № 12048-04);
Термометр лабораторный электронный ЛТ-300 (рег. № 61806-15);
Мешалка ММ-5 ТУ25-11-834-80;
Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
СО массовой доли карбоната натрия в карбонате натрия высокой чистоты (Na_2CO_3
СО УНИИМ) ГСО 10450-2014, массовая доля карбоната натрия от 99,950 % до 100,000 %,
допускаемая абсолютная расширенная неопределенность аттестованного значения
(при $k = 2$) 0,03 %;
Система получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA, массовая
концентрация общего органического углерода на выходе, не более 5 мкг/дм³;
Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30
минут $\pm 0,2$ °C в диапазоне температур от 0 °C до плюс 50 °C.

2. Приготовление контрольных растворов общего неорганического углерода

Для приготовления основного раствора с массовой концентрацией неорганического
углерода 3200 мг/дм³ взвесить на электронных весах 29,1 г материала ГСО 10450-2014 и
перенести ее в мерную колбу объемом 1000 см³, промытую дистиллированной водой,
пропущенной через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA.
Добавить приблизительно 100 см³ дистиллированной воды, пропущенной через систему
получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA и тщательно растворить
навеску. Добавить дистиллированную воду, пропущенную через систему получения
деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA до отметки 1000 см³ и закрыть
герметично колбу.

Приготовленный раствор можно хранить герметично закрытым в темном прохладном
месте в течение 1 месяца, срок годности – 1 месяц.

Для приготовления контрольных растворов с расчетной массовой концентрацией
неорганического углерода 2 мг/дм³, 5 мг/дм³, 32 мг/дм³, 65 мг/дм³, 500 мг/дм³ необходимый
объем основного раствора при помощи пипетки лабораторной перенести в мерную колбу
с притертой пробкой, вместимостью 500 см³, долить до метки дистиллированной водой,
пропущенной через систему получения деионизированной воды PURELAB FLEX 4 ELGA
и перемешать. Колбы с приготовленными основным и контрольными растворами
маркировать.

Расчет объема основного раствора V_o , необходимого для приготовления 500 см³
контрольного раствора с требуемым расчетным значением массовой концентрации общего
неорганического углерода производится по формуле:

$$V_o = 500 \cdot \frac{C_{kp}}{C_0}, \quad (\text{Б.1})$$

где C_o – значение массовой концентрации общего неорганического углерода в основном
растворе, мг/дм³;

V_o – объем основного раствора, необходимый для приготовления контрольного раствора с массовой концентрацией C_{kp} , см³;

C_{kp} – расчетное значение массовой концентрации общего неорганического углерода в контрольном растворе, мг/дм³.

3. Расчет погрешности приготовления контрольных растворов

3.1. Расчет погрешности приготовления основного раствора массовой концентрацией неорганического углерода 3200 мг/дм³, выполняют по формуле:

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2} \quad (Б.2)$$

где C_1 - расчетное значение массовой концентрации неорганического углерода, мг/дм³;

$\Delta\mu$ - допускаемая абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли сахарозы в материале стандартного образца, %;

μ - аттестованное значение массовой доли сахарозы в материале стандартного образца, %;

Δm - абсолютная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески материала стандартного образца сахарозы, г;

ΔV - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³.

Абсолютная погрешность приготовления основного раствора с массовой концентрацией неорганического углерода 3200 мг/дм³ составляет ±3 мг/дм³.

3.2. Расчет погрешностей приготовления контрольных растворов с массовой концентрацией неорганического углерода 2 мг/дм³, 5 мг/дм³, 32 мг/дм³, 65 мг/дм³, 500 мг/дм³ соответственно, выполняют по формуле:

$$\Delta_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_k}{C_k}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V2}}{V_2}\right)^2} \quad (Б.3)$$

где C_i - расчетное значение массовой концентрации общего неорганического углерода i -го контрольного раствора, мг/дм³;

Δ_k - значение абсолютной погрешности приготовления основного раствора с массовой концентрацией общего неорганического углерода C_k (здесь C_k - 3200 мг/дм³), мг/дм³;

C_k - расчетное значение массовой концентрации общего неорганического углерода основного раствора (здесь C_k - 3200 мг/дм³), мг/дм³;

Δ_{V1} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V_1 - вместимость мерной колбы, см³;

Δ_{V2} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого цилиндром (пипеткой), от номинального значения, см³;

V_2 - номинальный объем раствора, отбираемого цилиндром (пипеткой), см³.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер	
Изготовитель	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на СО	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °C		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		
Температура жидкости при термостатировании, °C		

Результаты поверки:

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Результаты идентификации ПО _____

Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Наименование измерительного канала	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) _____

На основании результатов поверки внесена запись в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений № _____ выдано:

Свидетельство о поверке № _____ от _____
 Извещение о непригодности № _____ от _____

Поверитель _____ от _____
 ФИО _____ Подпись _____ Дата _____