

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
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»

Е.П. Соби́на

"11" июля 2025 г.

«ГСИ. Анализаторы общего органического углерода с инфракрасным детектированием INSPIRION TOS. Методика поверки»

МП 108-251-2023

г. Екатеринбург
2025 г.

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 зам. зав. лаб. 251, Вострокнутова Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки средства измерений	5
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8 Внешний осмотр средства измерений	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
13 Оформление результатов поверки	8
ПРИЛОЖЕНИЕ А	9

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего органического углерода с инфракрасным детектированием INSPIRION TOC (далее – анализаторы). Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализаторов обеспечивается к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» путем применения стандартных образцов утвержденных типов в соответствии с поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, 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
Предел обнаружения углерода ¹⁾ , мг/дм ³ , не более	0,05
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика), %	2,0
¹⁾ при измерении в режиме ТС (общий углерод)	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;
- ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия;
- ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;
- ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования;
- ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;
- ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

3 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций 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
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика)	да	да	11.1
Определение предела обнаружения	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае, невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается и выполняются операции по п. 13.4.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от + 15 до + 25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализаторы и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °C до плюс 40 °C с абсолютной погрешностью не более ± 1 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %;	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег.№ 22129-09)

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия), интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли калия фталевокислого кислого от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,030$ %.	ГСО 2216-81
	Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, КТ I специальный, наименьший предел взвешивания 0,001 г	Весы лабораторные XP Analytical XP205 (рег.№ 44573-10)
	Градуированные пипетки не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91	Градуированные пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91
	Колбы мерные колбы не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74	Колбы мерные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74
	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005	
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы утвержденных типов с действующим паспортом, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки анализатор готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализатора.

9.3 Стандартный образец готовят к поверке в соответствии с паспортом.

9.4 При включении анализатора должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.5 Готовят контрольный раствор в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных внешнего ПО анализаторов модели INSPIRION TOC 200. Наименование и номер версии ПО отображаются в левом верхнем углу экрана ПО и должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные внешнего ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TOC View Pro
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.X*
Цифровой идентификатор ПО	—

* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и может принимать численные значения от 0 до 9999, буквенные символы от а до z, математические и пунктуационные знаки.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика)

11.1.1 На вход анализатора подать контрольный раствор, приготовленный в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки. Провести измерение выходного сигнала (площади пика) в режиме ТС (общий углерод) не менее 10 раз. Результаты измерений выходного сигнала занести в протокол произвольной формы.

11.2 Определение предела обнаружения

11.2.1 На вход анализатора подать воду для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, провести измерение выходного сигнала анализатора в режиме ТС (общий углерод) не менее 10 раз. Результаты измерений выходного сигнала занести в протокол произвольной формы.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1 рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика), S_{ri} , %, по формуле

$$S_{ri} = \frac{100}{\bar{I}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n - 1}}, \quad (1)$$

где I_i – i -ый результат измерений выходного сигнала анализатора для контрольного раствора, у.е.;

n – число измерений;

$\bar{I}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала анализатора для контрольного раствора, у.е., которое рассчитывается по формуле

$$\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}. \quad (2)$$

12.2 Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала по п. 12.1 не должны превышать значения, указанного в таблице 1.

12.3 Используя результаты, полученные в п. 11.1 и п. 11.2, рассчитать предел обнаружения, $ПО_C$, мг/дм³, по формуле

$$ПО_C = \frac{3 \cdot S_0 \cdot C_i}{\bar{I}}, \quad (3)$$

где C_i – массовая концентрация углерода в контрольном растворе, приготовленном в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки, мг/дм³;

S_0 – среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала для воды в соответствии с таблицей 3 настоящей методики поверки, у.е., которое рассчитывается по формуле

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{0i} - \bar{I}_0)^2}{n - 1}}, \quad (4)$$

где I_{0i} – i -ый результат измерений выходного сигнала анализатора для воды в соответствии с таблицей 3 настоящей методики поверки, у.е.;

$\bar{I}_0$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала анализатора для воды в соответствии с таблицей 3 настоящей методики поверки, у.е., которое рассчитывается по формуле

$$\bar{I}_0 = \frac{\sum_{i=1}^n I_{0i}}{n}. \quad (5)$$

12.4 Полученные значения предела обнаружения по п. 12.3 должны соответствовать требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.В. Вострокнутова

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольного раствора

Для приготовления контрольного раствора используются ГСО 2216-81 стандартный образец бифталата калия (далее – ГСО) по п. 6 настоящей методики поверки, мерные колбы вместимостью 100,0 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, градуированные пипетки вместимостью 1, 10 см³ не хуже 2 класса по ГОСТ 29227-91, вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, КТ I специальный.

А.1 Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 5000 мг/дм³

А.1.1 Мерную колбу вместимостью 100,0 см³ помещают на весы, обнуляют показания весов. В колбу вносят (1,0645±0,0010) г ГСО 2216-81, фиксируют массу навески. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают раствор. Рассчитывают значение массовой концентрации общего органического углерода в исходном растворе $C_{исх}$, мг/дм³, по формуле

$$C_{исх} = \frac{8 \cdot m_{фт} \cdot M_c \cdot A}{V_k \cdot M_{фт}} \cdot 10000, \quad (A.1)$$

где $m_{фт}$ – масса навески ГСО, г;

M_c – молярная масса углерода, 12,0107 г/моль;

A – аттестованное значение массовой доли бифталата калия в ГСО, %;

V_k – объем мерной колбы, см³;

$M_{фт}$ – молярная масса бифталата калия, 204,2151 г/моль.

Относительная погрешность массовой концентрации общего органического углерода в приготовленном растворе не превышает ±0,25 %.

А.2 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 50 мг/дм³

А.2.1 Для приготовления промежуточного раствора при помощи градуированной пипетки 1 см³ отбирают 1 см³ исходного раствора (по п. А.1.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации общего органического углерода в промежуточном растворе C_i , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_i = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (A.2)$$

где C_0 – массовая концентрация общего органического углерода в исходном растворе (по п. А.1.1), мг/дм³;

V_0 – объем исходного раствора по п. А.1.1, см³;

V_k – объем приготовленного раствора (колбы), см³.

А.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 5 мг/дм³

А.3.1 Для приготовления контрольного раствора при помощи градуированной пипетки 10 см³ отбирают 10 см³ промежуточного раствора (по п. А.2.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³. Доводят уровень раствора до риски водой для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации общего органического углерода в контрольном растворе C_i , мг/дм³, рассчитывают по аналогии с формулой (А.2), используя для

расчета действительное значение массовой концентрации углерода в промежуточном растворе по п. А.2.1.

Относительная погрешность приготовления контрольных растворов не превышает 2 %.

Примечание – Допускается приготовление контрольного раствора путем последовательного объемного разбавления исходного раствора (по п. А.1) водой по ГОСТ Р 52501-2005, используя иной шаг разбавления.