

**Федеральное государственное унитарное предприятие
«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

2025 г.


Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы диоксида кремния MT Measurement Si

Методика поверки

МП 2450-0040-2025

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

 **М. В. Беднова**

**г. Санкт-Петербург
2025 г.**

Содержание

1	Общие положения	3
2	Перечень операций поверки средства измерений	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 средства измерений	5
7	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	5
8	Проверка программного обеспечения	6
9	Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	6
10	Оформление результатов поверки	7
	Приложение А	8
	Приложение Б	10

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы диоксида кремния MT Measurement Si (далее – анализаторы).

При поверке анализаторов обеспечивается прослеживаемость к государственному первичному эталону единицы массы - килограмма ГЭТ 3-2020 посредством применения стандартных образцов утвержденного типа, метрологические характеристики которых установлены с использованием аттестованных методик измерений, предусматривающих применение поверенных весов, прослеживаемых к ГЭТ 3-2020 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 04.07.2022 № 1622.

Реализация методики поверки производится методом прямых измерений поверяемым анализатором величины, воспроизводимой контрольными растворами.

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.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка в сокращенном объеме не допускается.

2. Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 - Перечень операций поверки средства измерений

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр	Да	Да	п. 6
2. Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	п. 7
3. Проверка программного обеспечения	Да	Да	п. 8
4. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	п. 9
4.1 Определение относительной погрешности анализатора	Да	Да	п. 9.1
5. Оформление результатов поверки	Да	Да	п. 10

При проведении поверки, если по одному из пунктов поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

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

4. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 - Метрологические и технические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 7.2 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средства измерений температуры окружающей среды от +15 °С до +25 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,3 °С	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11 в ФИФ ОЕИ
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более 2 %	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1100 гПа, с абсолютной погрешностью не более ±2,5 гПа	
п. 9 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Средства измерений температуры жидких сред от +15 °С до +25 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °С	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15 в ФИФ ОЕИ
	Стандартный образец состава раствора ионов кремния, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации ионов кремния от 0,90 до 1,1 г/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения (при Р=0,95), не более ± 1,0 %	ГСО 9729-2010
	Вспомогательные средства: Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018; Посуда мерная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74, ГОСТ 29227-91.	

Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы и средства измерений утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2.

Средства измерений, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, стандартные образцы утвержденного типа должны иметь действующий срок годности.

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 соблюдают 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 средства измерений

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида анализатора приведенным в описании типа;
- наличие знака утверждения типа в соответствии с описанием типа;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результат поверки анализатора.

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 средства измерений

7.1 Выдержать поверяемый анализатор в помещении в условиях, соответствующих условиям проведения поверки, не менее 8 ч. В случае, если поверяемый анализатор находился при температуре ниже 0 °С время выдержки должно быть не менее 24 ч.

7.2 Провести контроль условий поверки.

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

7.4 На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный в соответствии с руководством по эксплуатации анализатор.

7.5 Приготовить контрольные растворы диоксида кремния в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

7.6 При опробовании проверяется функционирование анализатора согласно соответствующему пункту Руководства по эксплуатации.

8 Проверка программного обеспечения

Операция «Проверка программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (далее – ПО).

Просмотр номера версии ПО возможен при включении анализатора на стартовом экране.

Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если номер версии ПО СИ соответствует номеру версии, указанному в описании типа.

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

9.1 Определение относительной погрешности анализатора.

9.1.1 Определение относительной погрешности измерений анализатора проводить путем сравнения расчетных значений массовой концентрации диоксида кремния в контрольных растворов, приготовленных в соответствии с приложением А к настоящей методике поверки, с их значениями, измеренными анализатором.

Проводят измерения трех контрольных растворов с расчетными значениями массовой концентрации ионов кремния, соответствующими началу, середине и концу диапазона измерений.

Измерения проводятся при температуре контрольных растворов в диапазоне от плюс 15 °С до плюс 25 °С, температуру контрольных растворов контролируют эталонным термометром. В каждой точке проводят не менее трех измерений.

9.1.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке анализатора.

Относительную погрешность измерений рассчитать для каждого измеренного значения массовой концентрации диоксида кремния в каждой точке по формуле:

$$\delta = \frac{C_u - C_p}{C_p} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где C_u – показания анализатора при подаче контрольного раствора массовой концентрации кремния, мкг/дм³;

C_p – расчетное значение массовой концентрации диоксида кремния контрольного раствора, мкг/дм³.

Результаты определения считают положительными, если значение относительной погрешности анализатора в каждой точке не превышает $\pm 5 \%$.

10 Оформление результатов поверки

10.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений, в котором указывается о соответствии/несоответствии анализатора предъявляемым требованиям. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении Б.

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

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

Методика приготовления контрольных растворов диоксида кремния.

Контрольные растворы диоксида кремния приготавливаются методом объёмного разбавления дистиллированной водой аликвоты стандартного образца состава раствора ионов кремния (КР-1) ГСО 9729-2010 с использованием посуды 2 класса точности по ГОСТ 1770 -74 и ГОСТ 29227-91.

Для приготовления 1000 см³ контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации ионов кремния 880 мкг/дм³ (раствор № 1) отбирают при помощи пипетки, вместимостью 1 см³, в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, 0,88 см³ материала стандартного образца ГСО 9729-2010 и, добавив дистиллированную воду, доводят объем раствора до риски 1000 см³, затем закрывают колбу пробкой.

Для приготовления 2000 см³ контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации кремния 440 мкг/дм³ (раствор № 2) отбирают при помощи пипетки, вместимостью 1 см³, в мерную колбу, вместимостью 2000 см³, 0,88 см³ материала стандартного образца ГСО 9729-2010 и, добавив дистиллированную воду доводят объем раствора до риски 2000 см³, затем закрывают колбу пробкой.

Для приготовления 1000 см³ контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации кремния 220 мкг/дм³ (раствор № 3) отбирают при помощи пипетки, вместимостью 1 см³, в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, 0,22 см³ материала стандартного образца ГСО 9729-2010. Добавив дистиллированную воду, доводят объем раствора до риски 1000 см³, затем закрывают колбу пробкой.

Для приготовления 2000 см³ контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации кремния 110 мкг/дм³ (раствор № 4) отбирают при помощи пипетки, вместимостью 1 см³, в мерную колбу, вместимостью 2000 см³, 0,22 см³ материала стандартного образца ГСО 9729-2010. Добавляя дистиллированную воду, доводят объем раствора до риски 2000 см³, затем закрывают колбу пробкой.

Для приготовления 1000 см³ контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации кремния 44 мкг/дм³ (раствор № 5) отбирают при помощи пипетки, вместимостью 10 см³, в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, 10 см³ раствора № 2. Добавляя дистиллированную воду, доводят объем раствора до риски 1000 см³, затем закрывают колбу пробкой.

Для приготовления 1000 см³ контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации кремния 88 мкг/дм³ (раствор № 6) отбирают при помощи стакана, вместимостью 100 см³, в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, 100 см³ раствора № 1. Добавляя дистиллированную воду, доводят объем раствора до риски 1000 см³, затем закрывают колбу пробкой.

Для приготовления 1000 см³ контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации кремния 22 мкг/дм³ (раствор № 7) отбирают при помощи стакана, вместимостью 100 см³ в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, 100 см³ раствора № 3. Добавляя дистиллированную воду, доводят объем раствора до риски 1000 см³, затем закрывают колбу пробкой.

Для приготовления 1000 см³ контрольного раствора с расчетным значением массовой концентрации кремния 0,22 мкг/дм³ (раствор № 8) отбирают при помощи пипетки, вместимостью 1 см³, 1 см³ раствора № 3 и переносят в мерную колбу, вместимостью 1000 см³. Добавляя дистиллированную воду, доводят объем раствора до риски 1000 см³, затем закрывают колбу пробкой.

Относительную расширенную неопределенность приготовления растворов рассчитывают по формулам:

$$U^p = 2 \cdot \sqrt{u_{\text{ГСО}}^2 + u_{\text{п}}^2} \quad (\text{A.1})$$

где $u_{\text{ГСО}}$ - относительная стандартная неопределенность измерений, обусловленная погрешностью ГСО, %,

где $u_{\text{п}}$ - относительная стандартная неопределенность измерений, обусловленная приготовлением растворов, %.

$$u_{\text{ГСО}} = \frac{\delta}{\sqrt{3}} \quad (\text{A.2})$$

где δ - предел относительной погрешности СО, в соответствии с паспортом на стандартный образец %.

$$u_{\text{п}} = \sqrt{u_{\text{пп}}^2 + u_{\text{к(ц)}}^2} \quad (\text{A.3})$$

где $u_{\text{пп}}$ - относительная стандартная неопределенность, обусловленная применением пипетки для приготовления растворов, %.

$$u_{\text{пп}} = \frac{\Delta}{V \cdot \sqrt{3}} \cdot 100, \quad (\text{A.4})$$

где Δ - предел абсолютной погрешности пипетки по ГОСТ 29227-91, см³,

$u_{\text{к(ц)}}$ - стандартная неопределенность измерений, обусловленная использованием колбы (цилиндра) для приготовления контрольного раствора, %.

$$\text{при использовании цилиндра: } u_{\text{к(ц)}} = \frac{\Delta}{V \cdot \sqrt{3}} \cdot 100, \quad (\text{A.5})$$

$$\text{при использовании колбы: } u_{\text{к(ц)}} = \frac{\Delta}{V \cdot \sqrt{6}} \cdot 100, \quad (\text{A.6})$$

где - Δ - предел абсолютной погрешности колбы/цилиндра по ГОСТ 1770 -74, см³,

V - объем применяемой для приготовления контрольного раствора колбы/цилиндра, см³.

Значение относительной расширенной неопределённости массовой концентрации диоксида кремния в контрольных растворах, рассчитанное по формуле А.1, соответствует значению границ относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95.

Таблица А1.

№ раствора	Расчетное значение массовой концентрации диоксида кремния, мкг/дм ³	Расчетное значение массовой концентрации ионов кремния, мкг/дм ³	Значение относительной погрешности массовой концентрации диоксида кремния, %
1	1882,82	880	± 1,5
2	941,16	440	± 1,5
3	470,7	220	± 1,5
4	235,3	110	± 1,5
5	94,12	44	± 2,1
6	188,3	88	± 2,1
7	47,07	22	± 2,0
8	0,47	0,22	± 2,0

Приготовленные растворы длительному хранению не подлежат.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(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, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		
Температура жидкости, °С		

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр _____
2. Опробование _____
3. Результаты идентификации ПО _____
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки) _____

Расчетное значение массовой концентрации диоксида кремния, мкг/дм ³	Показания анализатора, мкг/дм ³	Значение относительной погрешности, полученное при поверке, %

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

На основании результатов поверки подтверждается/не подтверждается соответствие анализатора установленным метрологическим требованиям.

Поверитель _____

ФИО

от _____

Подпись

Дата _____