

**Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии  
имени Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»**

 УТВЕРЖДАЮ  
И.о. директора  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»  
А.Н. Пронин  
М.П. «09» ноября 2017 г.


Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы общего органического углерода**

**Anatel PAT700, Anatel TOC600**

Методика поверки МП-209-039-2017

Руководитель НИЛ 2091  
  
«08» 11 В.И. Суворов  
2017 г.

Разработчик  
Инженер  
  
«08» 11 М.С. Мамцева  
2017 г.

г. Санкт-Петербург  
2017 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы общего органического углерода Anatel PAT700, Anatel ТОС600 (далее – анализаторы) предназначенные для измерений массовой концентрации органического углерода и удельной электрической проводимости (УЭП) водных сред.

Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта, 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 погрешности измерений массовой концентрации углерода	п. 6.4	Да	Да
5. Определение погрешности анализатора в режиме измерений удельной электропроводности	п. 6.5	Да	Да

При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции дальнейшая поверка прекращается.

## 2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются эталоны, средства измерений, вспомогательное оборудование и СО, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Характеристики
1. Рабочий эталон 2 разряда единицы удельной электрической проводимости жидкостей по ГОСТ 8.457-2015 (кондуктометр лабораторный КЛ-С-1 (рег. № 46635-11))	Диапазон измерений удельной электрической проводимости: от $10^{-4}$ до 50 См/м, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,25$ %
2. Весы лабораторные электронные «МВ210-А 1 (Рег № 26554-04)	Наибольший предел взвешивания 210 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1$ мг (до 50 г), $\pm 0,5$ мг (до 200 г); $\pm 0,6$ мг (до 210 г)
3. Термометр лабораторный электронный ЛТ-300	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности в диапазоне от минус 50 до 199,99 °С: 0,05 °С
4. СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия)	ГСО 2216-81
5. Термостат ТW-2	Стабильность поддержания температуры $\pm 0,5$ °С в диапазоне температур до 70 °С
6. Калий хлористый х.ч.	ГОСТ 4234-77
7. Вода для лабораторного анализа	ГОСТ Р 52501-2005
8. Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-79

2.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

### 3 Требования безопасности

3.1 К работе с приборами, 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 приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

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

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

### 4 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: 20±5;
- относительная влажность воздуха, не более, %: 80;
- атмосферное давление, кПа: от 86,0 до 106,7;

### 5 Подготовка к поверке

5.1 Подготовить анализаторы к работе в соответствии с эксплуатационной документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев анализаторов в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность анализаторов в режиме измерения.

Подготовить к работе анализаторы в соответствии с руководством по эксплуатации, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. На поверку предоставляются отградуированные анализаторы.

Для учета массовой концентрации углерода в воде, используемой для приготовления поверочных растворов, необходимо на анализаторе предварительно провести соответствующие измерения.

Расчитать среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации углерода в воде по формуле (1):

$$\bar{X}_1 = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (1), \quad \text{где}$$

$X_i$  – массовая концентрация углерода, мкг/дм<sup>3</sup>;

$n$  – число измерений.

### 6 Проведение поверки

#### 6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализаторы проверяются на соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы;
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализаторов эксплуатационной документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Анализаторы считаются выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют перечисленным выше требованиям.

Анализаторы с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

## 6.2 Опробование.

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

## 6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Программное обеспечение идентифицируется для анализаторов РАТ700 в пункте меню «Run Mode» подпункте «Manual Sample»; для анализаторов ТОС600 – в пункте меню «Firmware ID».

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

## 6.4 Определение погрешности измерений массовой концентрации углерода.

Определение погрешности массовой концентрации углерода проводить путем сравнения расчетных значений массовой в контрольных растворах со значениями, полученными на анализаторе. Процедура приготовления растворов представлена в приложении А. Колбы с растворами выдержать при комнатной температуре не менее 20 минут, затем сразу провести измерения. Результат измерений массовой концентрации углерода сравнить с расчетным значением массовой концентрации ионов в контрольном растворе.

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

$$\delta_c = \frac{X_c - X_{c,i}}{X_{c,i}} \cdot 100 \quad (2)$$

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации углерода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta_c = X_c - X_{c,i} \quad (3), \quad \text{где}$$

$X_c$  – значение массовой концентрации измеренное анализатором, мкг/дм<sup>3</sup>;

$X_{c,i}$  – расчетное значение массовой концентрации в  $i$ -м контрольном растворе, мкг/дм<sup>3</sup>;

Результаты поверки считаются положительными, если значение погрешности не превышает указанных в приложении В.

## 4.3 Определение относительной погрешности анализатора в режиме измерений удельной электропроводности.

Определение относительной погрешности измерений УЭП проводится путем сравнений УЭП контрольных растворов (Приложение Б), измеренных испытуемым анализатором со значениями, полученными на установке кондуктометрической поверочной КПУ-1, См/м.

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.

Относительную погрешность измерений УЭП рассчитывают для каждого измеренного значения по формуле (4):

$$\delta_{уэп} = \frac{X_1 - X_0}{X_0} \cdot 100\% \quad (4), \quad \text{где}$$

$X_1$  – значение УЭП измеренное испытуемым анализатором, См/м;

$X_0$  – значение УЭП измеренное на установке кондуктометрической поверочной КПУ-1, См/м;

Результаты поверки считаются положительными, если в процессе испытаний значение погрешности не превышает указанных в приложении В.

## **7 Оформление результатов поверки**

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Г.

7.2. Результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке или извещения о непригодности согласно приказу Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства поверки».

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если анализаторы удовлетворяют всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ОБЩЕГО УГЛЕРОДА

### 1. Оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 1-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74
- Цилиндр мерный 1-го класса точности по ГОСТ 1770-74
- Весы лабораторные электронные «МВ210-А»
- Воронка ВФ-1-40-ПОР10-ТСХ ГОСТ 25336-82
- Мешалка ММ-5 ТУ25-11-834-80
- Калий фталевокислый кислый (бифталат калия), ГСО 2216-81
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
- Система очистки воды Millipore Simplicity, массовая концентрация общего углерода на выходе не более 5 мкг/дм<sup>3</sup>

### 2. Перечень приготавливаемых контрольных растворов.

Таблица А. 1.

Номер раствора	Массовая концентрация общего углерода в растворе, мкг/дм <sup>3</sup>	Абсолютная погрешность приготовленного раствора, мкг/дм <sup>3</sup>	Относительная погрешность приготовленного раствора, %
0 (исходный)	5000	47,10	±0,94
1	2000	23,75	±1,22
2	1000	15,66	±1,57
3	750	14,15	±1,89
4	500	12,33	±2,47
5	250	6,20	±2,48
6	25	0,88	±2,52

### 3. Приготовление нулевого раствора (для разведения) с массовой концентрацией общего углерода 5000, мкг/дм<sup>3</sup>

Возьмите навеску ГСО ч.д.а. 0,0106 г (в течение 3 ч. при 105 °С высушенное средство). Перенесите навеску в мерную колбу объемом 1000 мл, добавьте приблизительно 700 мл чистой воды (массовая концентрация общего углерода не более 5 мкг/дм<sup>3</sup>). Установите колбу на магнитную мешалку, и перемешивайте содержимое до полного растворения навески. После полного растворения навески наполните колбу чистой водой (до отметки 1000 мл).

### Расчет погрешности приготовления нулевого раствора (для разбавления)

4.1. Расчет абсолютной погрешности приготовления нулевого раствора (для разбавления) выполняют по формуле (А.1):

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2} \quad \text{А.1}$$

где  $C_1$  - расчетное значение массовой концентрации общего углерода в растворе, мкг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta\mu$  - предельное значение массовой доли примесей в реактиве, %;

$\mu$  - массовая доля основного вещества (ГСО) в реактиве, %;

$\Delta m$  - пределы допускаемой погрешности весов в диапазоне взвешивания от 1 мг до 50 г, г;

$m$  - масса навески ГСО, г;

$\Delta V$  - допускаемая погрешность от номинальной вместимости мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V$  - вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>

Пример расчета абсолютной погрешности приготовления раствора с концентрацией общего углерода 5000 мкг/дм<sup>3</sup>:

$$\Delta_3 = 5000 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,009}{99,991}\right)^2 + \left(\frac{0,0001}{0,01063}\right)^2 + \left(\frac{0,4}{1000}\right)^2} = 5,132 \text{ мкг/дм}^3$$

#### 4. Приготовление растворов с массовой концентрацией общего углерода в диапазоне от 25 до 2000 мкг/дм<sup>3</sup> (растворы 1-6)

3.1. В качестве основного раствора для приготовления раствора 1 берется раствор с массовой концентрацией общего углерода 5000 мкг/дм<sup>3</sup> (раствор 5).

3.2 Расчет объема основного раствора и объема дистиллированной воды, необходимой для получения раствора с требуемой концентрацией общего углерода производится по формуле А.2

$$C_1 = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k} \quad \text{А.2}$$

где  $C_0$  - расчетное значение массовой доли общего углерода в основном растворе, мкг/дм<sup>3</sup>

$V_0$  - объем основного раствора, использованный для приготовления раствора, см<sup>3</sup>

$V_k$  - общий объем приготовленного раствора, см<sup>3</sup>

3.2 При помощи мерного цилиндра переносят необходимый объем основного раствора в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица А. 2.

Номер раствора	Номер раствора, используемого для приготовления	Объем основного раствора, использованный для приготовления, $V_0$ , см <sup>3</sup>	Общий объем приготовленного раствора, $V_k$ , см <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации общего углерода ( $C_1$ ), мкг/дм <sup>3</sup>
1.	0	400	1000	2000
2.	5	200	1000	1000
3.	6	750	1000	750
4.	6	500	1000	500
5.	8	500	1000	250
6.	8	100	1000	25

#### Расчет погрешности приготовления контрольных растворов 1-6

4.1. Расчет абсолютной погрешности приготовления растворов 6-9 выполняют по формуле (А.3):

$$\Delta_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta k}{C_k}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{ц}}{V_{ц}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2} \quad \text{А.3}$$

где  $C_i$  - расчетное значение массовой концентрации общего углерода в растворе, мкг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta k$  - абсолютная погрешность основного раствора, использованного для приготовления, мкг/дм<sup>3</sup>

$C_k$  - значение массовой концентрации общего углерода основного раствора, использованного для приготовления, мкг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta V_{ц}$  - допускаемая погрешность от номинальной вместимости мерного цилиндра, см<sup>3</sup>;

$V_{ц}$  - номинальный объем раствора, отбираемого цилиндром, см<sup>3</sup>

$\Delta V$  - допускаемая погрешность от номинальной вместимости мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V$  - вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>

Пример расчета абсолютной погрешности приготовления раствора с концентрацией общего углерода 1000 мкг/дм<sup>3</sup>:

$$\Delta_6 = 1000 \cdot \sqrt{\left(\frac{47,10}{5000}\right)^2 + \left(\frac{2,5}{200}\right)^2 + \left(\frac{0,4}{1000}\right)^2} = 15,66 \text{ мкг/дм}^3$$

Приготовленный раствор следует плотно закрыть и хранить в темном прохладном месте, срок годности - 1 неделя.



## Приготовление контрольных растворов удельной электропроводности

### Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-79;
- кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс» (№ госреестра 12048-04)
- весы лабораторные электронные МВ210-А (№ госреестра 26554-04)
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74

### 1. Приготовление растворов УЭП в диапазоне от 20 мкСм/см до 150 мкСм/см

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

Для приготовления контрольных растворов хлористого калия № 1-4 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 1000 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. Раствор №5 готовят разбавлением раствора №4 в два раза.

Таблица Д.1.

Номер раствора	Масса навески хлористого калия, г	УЭП контрольного раствора, мкСм/см
1.	0,07455	146,9
2.	0,050569	100,0
3.	0,037275	74,0
4.	0,025003	50,0
5.	-	25,0

## Приложение В

## Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристики	Значение	
	РАТ700	ТОС600
Диапазон измерений массовой концентрации углерода, мкг/дм <sup>3</sup>	от 0,5 до 2000	от 1,0 до 1000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации углерода, мкг/дм <sup>3</sup> : - в диапазоне от 0,5 (1,0) до 50 мкг/дм <sup>3</sup> включ. - в диапазоне св. 50 до 100 мкг/дм <sup>3</sup> включ.		±10 ±15
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода, %: - в диапазоне св. 100 до 1000 мкг/дм <sup>3</sup> включ. - в диапазоне св. 1000 мкг/дм <sup>3</sup>	±10 ±10	±10 -
Диапазон измерений УЭП, мкСм/см	от 0,05 до 150	от 0,05 до 150
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений УЭП, %	±1,0	±2,5

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

№ \_\_\_\_\_ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер (если имеется информация)	
Изготовитель (если имеется информация)	
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 ГСО	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25	
Относительная влажность воздуха, %	не более 95	
Атмосферное давление, кПа	от 86,0 до 106,7	

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр \_\_\_\_\_
2. Опробование \_\_\_\_\_
3. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Наименование характеристики	Расчетная массовая концентрация углерода, мкг/дм <sup>3</sup>	УЭП контрольных растворов, мкСм/см	Допускаемая погрешность измерений	Полученная погрешность измерений
Массовая концентрация углерода		-		
УЭП	-			

4. Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) \_\_\_\_\_ отсутствует

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

Поверку произвел \_\_\_\_\_

ФИО

от \_\_\_\_\_

Подпись

Дата