

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**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»)

Утверждаю

**И.о. директора УНИИМ –
филиала ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И.Менделеева»**



Е.П. Собина

2020 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы общего, органического, неорганического

углерода Teledyne Tekmar

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 77-251-2019

г. Екатеринбург

2020 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:** ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» А.С. Засухин.

3. **УТВЕРЖДЕНА** и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в декабре 2020 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки	4
3	Перечень операций поверки средства измерений	4
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	6
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
13	Оформление результатов поверки	8
	ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	9
	ПРИЛОЖЕНИЕ Б	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы общего, органического, неорганического углерода Teledyne Tekmar. Методика поверки	МП 77-251-2019
---	----------------

Дата введения в действие: _____ 20__ г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего, органического, неорганического углерода Teledyne Tekmar, выпускаемых фирмой «Teledyne Tekmar», США, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора:

– к ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 27.12.2018 №2753 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 Интервал между поверками – 1 год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Росстандарта Российской Федерации от 27.12.2018 №2753 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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 29169-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой»

ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия»

ГОСТ OIML R 76 1–2011 «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 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
3 Проверка программного обеспечения	10	да	да
4 Определение метрологических характеристик	11		
4.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации углерода	11.1	да	да
4.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода	11.2	да	да
4.3 Проверка диапазона измерений массовой концентрации углерода	11.3	да	нет

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций проводится настройка анализатора в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 Допускается проводить поверку на меньшем числе поддиапазонов измерений, для которых предполагается использовать анализатор.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 22 ± 5
- относительная влажность воздуха, % от 10 до 80
- напряжение переменного тока, В 220 ± 22
- частота переменного тока, Гц 50/60

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение и аттестованные в порядке, установленном Росстандартом, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на анализатор.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
1	2
ГСО 2216-81 стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия)	Интервал аттестованных значений массовой доли бифталата калия от 99,950 до 100,000 %; границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения ± 0,030 % при P = 0,95.
Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1	Наибольший предел взвешивания 120 г, дискретность 0,01 мг
Мерные колбы	Вместимость 50 и 100 см ³ , не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74

Продолжение таблицы 2

1	2
Пипетки	Вместимость от 0,5 до 10 см ³ , не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91
Вода дистиллированная	По ГОСТ 6709-72
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4
Мультиметр	Диапазоны измерений напряжения и частоты переменного тока не менее требуемых по п. 4

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазон измерений.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «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 необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Подготовить анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации, при необходимости провести градуировку.

9.2 При включении анализатора осуществляется автоматическое тестирование электроники и аппаратных средств анализатора.

9.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы с использованием ГСО по п.6 в соответствии с Приложением А настоящей методики. В зависимости от модели анализатора для определения абсолютной и относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода используют следующие растворы:

- анализатор модели Lotix – 0,3, 0,6, 3, 6, 60, 300, 600, 3 000, 6 000 мг/дм³;
- анализатор модели Torch – 0,6, 3, 6, 60, 300, 600, 3 000, 6 000 мг/дм³;
- анализатор модели Fusion – 0,006, 0,03, 0,06, 0,15, 0,3, 0,6, 3, 6, 300 мг/дм³.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО анализатора.

Идентификационное наименование ПО, номер версии ПО идентифицируется при включении анализатора, запуска ПО и дальнейшего вывода из ПО на экран монитора номера версии ПО и его идентификационного наименования. Номер версии ПО и идентификационное наименование ПО должны соответствовать данным, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение для модели		
	Lotix	Torch	Fusion
Идентификационное наименование ПО	Lotix TOC TekLink	Torch TOC TekLink	Fusion TOC TekLink
Номер версии ПО (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.0.0.0	не ниже 1.0.0.0	не ниже 1.0.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой концентрации углерода

Провести измерения массовой концентрации углерода в контрольных растворах, действительное значение массовой концентрации углерода в которых не превышает 0,5 мг/дм³, не менее 3 раз. Результаты измерений массовой концентрации углерода заносят в протокол.

11.2 Проверка относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода

Провести измерения массовой концентрации углерода в контрольных растворах, действительное значение массовой концентрации углерода в которых св. 0,5 мг/дм³, не менее 3 раз. Результаты измерений массовой концентрации углерода заносят в протокол.

11.3 Проверка диапазона измерений массовой концентрации углерода

Проверка диапазона измерений массовой концентрации углерода производится одновременно с определением абсолютной и относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода по пп. 11.1-11.2.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Абсолютную погрешность для каждого измерения по п. 11.1 рассчитать по формуле

$$\Delta_{ij} = C_{ij} - C_j, \quad (1)$$

где Δ_{ij} – абсолютная погрешность i -го измерения массовой концентрации углерода в j -ом растворе, мг/дм³;

C_{ij} – измеренное i -ое значение массовой концентрации углерода в j -ом растворе, мг/дм³;

C_j – действительное значение массовой концентрации углерода в j -ом растворе, мг/дм³.

12.2 Относительную погрешность для каждого измерения по п. 11.2 рассчитать по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{C_{ij} - C_j}{C_j} \cdot 100, \quad (2)$$

где δ_{ij} – относительная погрешность i -го измерения массовой концентрации углерода в j -ом растворе, %;

C_{ij} – измеренное i -ое значение массовой концентрации углерода в j -ом растворе, мг/дм³;

C_j – действительное значение массовой концентрации углерода в j -ом растворе, мг/дм³.

12.3 Полученные значения абсолютной и относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода должны удовлетворять требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значения для модели		
	Lotix	Torch	Fusion
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
Диапазон измерений массовой концентрации углерода, мг/дм ³	от 0,2 до 6 000	от 0,5 до 6 000	от 0,005 до 500
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации углерода, мг/дм ³ , в поддиапазонах измерений: - от 0,005 до 0,05 мг/дм ³ включ. - св. 0,05 до 0,2 мг/дм ³ включ. - св. 0,2 до 0,5 мг/дм ³ включ.	- - ± 0,06 ¹⁾	- - -	± 0,003 ± 0,015 ± 0,05
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода, %, в поддиапазонах измерений: - св. 0,5 до 5,0 мг/дм ³ включ. - св. 5,0 до 500 мг/дм ³ включ. - св. 500 до 6 000 мг/дм ³ включ.	± 10 ²⁾ ± 7 ± 5		± 7 ± 5 -
¹⁾ Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации углерода в точке 0,2 мг/дм ³ для модели Lotix равны ± 0,06 мг/дм ³ . ²⁾ Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода в точке 0,5 мг/дм ³ для модели Torch равны ± 10 %.			

12.4 За диапазоны измерений анализатора принимают диапазоны измерений массовой концентрации углерода, приведенные в таблице 4, если полученные значения абсолютной и относительной погрешности по пп. 12.1-12.2 удовлетворяют требованиям таблицы 4.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 или действующими на дату проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносится на правую боковую панель анализатора.

13.3 При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 или действующими на дату проведения поверки нормативными правовыми актами в области обеспечения единства измерений.

Ст. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



А.С. Засухин

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов

Для приготовления контрольных растворов используют весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 в диапазоне от 1 мг до 200 г; мерные колбы не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74, дозаторы одноканальные или пипетки не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91, вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.1 Приготовление исходного раствора (массовая концентрация углерода 30 000 мг/дм³)

Мерную колбу вместимостью 100,0 см³ помещают на весы, обнуляют показания весов. В колбу вносят примерно 6,38 г ГСО 2216-81, фиксируют массу навески ГСО. Доводят уровень раствора до риски водой дистиллированной, тщательно перемешать раствор. Рассчитывают значение массовой концентрации углерода в исходном растворе $C_{исх}$, мг/дм³, по формуле

$$C_{исх} = \frac{8 \cdot m_{фт} \cdot M_C \cdot A}{V_k \cdot M_{фт} \cdot 100}, \quad (A.1)$$

где $m_{фт}$ – масса навески ГСО, мг;

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

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

V_k – объем мерной колбы, дм³;

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

Относительная погрешность массовой концентрации углерода в приготовленном исходном растворе находится в интервале $\pm 0,25$ %.

А.2 Приготовление контрольных растворов

Контрольные растворы готовят путем разбавления аликвотной части исходного (или промежуточного) раствора водой дистиллированной в мерной колбе с последующим тщательным перемешиванием приготовленного раствора. Контрольные растворы приготовить в соответствии с таблицей А.1. Массовая концентрация углерода в приготовленных растворах рассчитывается по формуле

$$C_j = \frac{C_k \cdot V_k}{V_j}, \quad (A.2)$$

где C_j – массовая концентрация углерода в j -ом приготовленном растворе, мг/дм³;

C_k – массовая концентрация углерода в k -ом исходном (промежуточном) растворе, мг/дм³;

V_k – объем k -го исходного (промежуточного) раствора углерода, отбираемый пипеткой или дозатором при разбавлении, см³;

V_j – объем j -ой мерной колбы, используемой при разбавлении, см³.

Приготовленные контрольные растворы с массовой концентрацией углерода менее 1 000 мг/дм³ не подлежат длительному хранению и используются в день приготовления.

А.3 Расчет погрешности приготовления контрольных растворов

Границы относительной погрешности приготовления растворов рассчитывается по формуле

$$\delta_j = 1,1 \cdot \sqrt{\delta(C_k)^2 + \delta(V_k)^2 + \delta(V_j)^2}, \quad (A.3)$$

где δ_j – границы относительной погрешности приготовления j -го раствора, %;

$\delta(C_k)$ – относительная погрешность действительного значения k -го исходного (промежуточного) раствора, %;

$\delta(V_k)$ – относительная погрешность дозатора или мерной пипетки при отборе аликвотной части k -го исходного (промежуточного) раствора, %;

$\delta(V_j)$ – относительная погрешность мерной колбы, используемой для приготовления j -го раствора, %.

Границы абсолютной погрешности приготовления растворов рассчитывается по формуле

$$\Delta_j = \frac{\delta_j}{100} \cdot C_j. \quad (\text{A.4})$$

Таблица А.1 – Приготовление контрольных растворов

№ п/п	Массовая концентрация углерода в исходном (промежуточном) растворе ¹⁾ , C_k , мг/дм ³	Объем исходного (промежуточного) раствора углерода, отбираемый пипеткой, V_k , см ³	Объем мерной колбы, V_j , см ³	Массовая концентрация углерода в приготовленном растворе, C_j , мг/дм ³	Границы относительной погрешности приготовления контрольных растворов, %	Границы абсолютной погрешности приготовления контрольных растворов, мг/дм ³
1	30 000 (исходный)	5	50	3 000	± 1,1	-
2	30 000 (исходный)	1	50	600	± 1,1	-
3	30 000 (исходный)	1	100	300	± 1,1	-
4	600	10	100	60	± 1,5	-
5	600	1	100	6	± 1,5	-
6	600	0,5	100	3	± 1,5	-
7	6	10	100	0,6	± 1,8	-
8	3	10	100	0,3	-	± 0,0054
9	3	5	100	0,15	-	± 0,0027
10	3	2	100	0,06	-	± 0,0011
11	3	1	100	0,03	-	± 0,0005
12	0,15	4	100	0,006	-	± 0,0001
13	0,15	2	100	0,003	-	± 0,00006
14	0,06	1	100	0,0006	-	± 0,000012

¹⁾ Точное значение массовой концентрации углерода в растворах рассчитывают с учетом аттестованного значения массовой доли бифталата калия в ГСО 2216-81 по формулам А.1-А.2.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № _____ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Анализатор общего, органического, неорганического углерода Teledyne Tekmar,

модель _____,

зав. № _____.

Документ на поверку:

МП 77-251-2019 «ГСИ. Анализаторы общего, органического, неорганического углерода Teledyne Tekmar. Методика поверки»

Информация об использованных средствах поверки:

Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____
- относительная влажность воздуха, % _____
- напряжение переменного тока, В _____
- частота переменного тока, Гц _____

Результаты внешнего осмотра _____

Результаты опробования _____

Результаты проверки программного обеспечения средства измерений:

Идентификационное наименование ПО _____

Номер версии ПО _____

Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 – Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой концентрации углерода

Действительное значение массовой концентрации углерода в растворе, мг/дм ³	Измеренное значение массовой концентрации в растворе, мг/дм ³	Значение абсолютной погрешности измерений массовой концентрации углерода в растворе, мг/дм ³	Нормируемое значение абсолютной погрешности измерения массовой концентрации углерода в растворе, мг/дм ³
1	2	3	4

Таблица Б.2 – Результаты проверки относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода

Действительное значение массовой концентрации углерода в растворе, мг/дм ³	Измеренное значение массовой концентрации в растворе, мг/дм ³	Значение относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода в растворе, %	Нормируемое значение относительной погрешности измерения массовой концентрации углерода в растворе, %
1	2	3	4

Таблица Б3 – Проверка диапазона измерений массовой концентрации углерода

Характеристика	Соответствует (+/-)
Диапазон измерений массовой концентрации углерода	

Результат проведения поверки: _____

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «__» _____ 20__ г, № _____

Поверитель _____
 Подпись (Ф.И.О.)

Организация, проводившая поверку _____