

СОГЛАСОВАНО

Первый заместитель генерального
директора–заместитель по научной
работе ФГУП «ВНИИФТРИ»

_____ А.Н. Щипунов



11

_____ 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы общего органического углерода АТОС

Методика поверки
ЦФТП.414311.001 МП

2020 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	3
2	Операций поверки.....	3
3	Средства поверки.....	3
4	Требования безопасности	4
5	Условиям проведения поверки.....	4
6	Проведение поверки.....	4
7	Проверка программного обеспечения	6
8	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
9	Оформление результатов поверки.....	7
	Приложение А.....	8
	Приложение Б.....	10

1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего органического углерода АТОС (далее – анализаторы), изготавливаемые ООО «Практик НЦ», г. Москва, Зеленоград, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – один год.

По итогам проведения поверки обеспечивается прослеживаемость к ГЭТ 132-2018.

Методика поверки реализуется посредством метода прямых измерений.

2 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Операции поверки	Пункт методики	Проведение операций	
		первичная поверка	периодическая поверка
1 Внешний осмотр и проверка комплектности	6.1	Да	Да
2 Подготовка к поверке	6.2	Да	Да
3 Опробование	6.3	Да	Да
4 Определение относительной погрешности измерений удельной электрической проводимости (далее – УЭП)	6.4	Да	Да
5 Определение относительной погрешности измерений концентрации общего органического углерода (далее – ООУ)	6.5	Да	Да
6 Идентификация программного обеспечения (далее – ПО)	7	Да	Нет

3 Средства поверки

3.1 При поверке должны быть использованы средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики	Наименование и тип основного и вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.4	Кондуктометр лабораторный КЛ-С-1, диапазон измерений УЭП от $1 \cdot 10^{-6}$ до 100 См/м, пределы допускаемой относительной погрешности измерений УЭП $\pm 0,25$ %
6.5	Водные растворы сахарозы кв. «ХЧ» по ГОСТ 5833-75, калиброванные по УЭП
	<u>Вспомогательные средства</u>
Приложение А	Колбы мерные 500 см ³ , 1000 см ³ по ГОСТ 1770-74
Приложение А	Пипетки мерные 2-го кл. т. по ГОСТ 29169-91
Приложение А	Весы лабораторные электронные CE124-С, кл. точности специальный по ГОСТ 24104

3.2 Все средства поверки должны быть исправны, применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены и иметь свидетельства о поверке с неистекшим сроком действия на время проведения поверки или в документации.

3.3 Допускается замена средств поверки, указанных в таблице 2, другими средствами поверки, обеспечивающими определение метрологических характеристик анализатора с требуемой точностью.

3.4 Не допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов, или отдельных автономных блоков, или меньшего числа измеряемых величин.

4 Требования безопасности

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы в области физико-химических измерений, ежегодно проходящие проверку знаний по технике безопасности, аттестованные в качестве поверителей и ознакомленные с Руководством по эксплуатации анализаторов (далее – ЦФТП.414311.001 РЭ).

4.2 При проведении поверки должны быть соблюдены все требования техники безопасности, регламентированные ГОСТ 12.1.019-79, «Технической эксплуатации электроустановок потребителей», «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», а также всеми действующими местными инструкциями по технике безопасности.

5 Условия проведения поверки

5.1 Поверку проводить при нормальных условиях:

- | | |
|--|-----------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 25; |
| - относительная влажность, не более, % | 80; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7; |
| - напряжение питания, В | от 215 до 225; |
| - частота питания, Гц | от 49 до 51. |

5.2 Поверяемый анализатор должен быть выдержан в помещении при температуре, соответствующей условиям поверки, не менее 4 часов. В случае если анализатор находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 24 часов.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр и проверка комплектности

6.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие поверяемых анализаторов следующим требованиям:

- отсутствие механических повреждений, влияющих на метрологические характеристики;
- надежность и чистоту разъемных соединений;
- состояние соединительных кабелей.

6.1.2 Результаты поверки считать положительными, если анализаторы удовлетворяют п. 6.1.1. В противном случае результаты поверки считать отрицательными и последующие операции поверки не проводить.

6.1.3 Проверку комплектности производить визуально сравнением с перечнем, приведенным в паспорте ЦФТП.414311.001 ПС.

6.1.4 Результаты поверки считать положительными, если комплектность соответствует перечню, приведенному в паспорте ЦФТП.414311.001 ПС. В противном случае результаты поверки считать отрицательными и последующие операции поверки не проводить.

6.2 Подготовка к поверке

6.2.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовить анализатор к работе в соответствии с ЦФТП.414311.001 РЭ;

- приготовить поверочные водные растворы KCl, концентраций «С₁» порядка 1, 2, 4, 8 мкСм/см (далее поверочные растворы №1, №2, №3, №4, поверочный раствор №4 только для АТОС 2000Р) согласно методики калибровки МК05-03-2019 Эталонные растворы УЭП жидкостей;

- приготовить поверочные водные растворы сахарозы кв. «ХЧ» соответствующих концентраций согласно Приложению А.

6.3 Опробование

6.3.1 Опробование проводить согласно п.п. 4.3 и 7.3 ЦФТП.414311.001 РЭ.

6.3.2 Результаты опробования считать положительными, если по нажатию кнопки About на компьютере открывается экран, содержащий основную информацию о анализаторе: его серийный номер, наименование ПО, текущую версию ПО и символьный код контрольной суммы. В противном случае результаты опробования считать отрицательными и последующие операции поверки не проводить.

6.4 Определение относительной погрешности измерений УЭП

6.4.1 Подключить пробоотборную трубку к эталонному кондуктометру.

6.4.2 Погрузить пробоотборную трубку во флакон, заполненный поверочным раствором №1 для поверки УЭП, объемом не менее 1000 см³.

6.4.3 Измерить значение УЭП поверочного раствора эталонным кондуктометром и записать измеренные значения УЭП в таблицу 3.

6.4.4 Подключить пробоотборную трубку к входному штуцеру анализатора в соответствии с РЭ.

6.4.5 Установить значение расхода поверочного раствора через анализатор не менее 3 л/ч.

6.4.6 В соответствии с РЭ произвести не менее 3-х измерений УЭП.

6.4.7 Записать измеренные значения УЭП в таблицу 3.

Таблица 3

Метрологические характеристики	Номер поверочного раствора			
	1	2	3	4
1 Результаты измерений УЭП анализатором, мкСм/см				
2 Среднее значение УЭП, мкСм/см				
3 Результаты измерений УЭП эталонным кондуктометром, мкСм/см				
4 Среднее значение УЭП, мкСм/см				
5 Относительная погрешность, %				

6.4.8 Вычислить относительную погрешность измерений УЭП по формуле 1:

$$\delta = \frac{\chi_a - \chi_{эм}}{\chi_{эм}} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где χ_a – значение УЭП, измеренное анализатором, мкСм / см;

$\chi_{эм}$ – значение УЭП, измеренное эталонном кондуктометром, мкСм / см.

6.4.9 Поменять поверочный раствор на №2 для поверки УЭП объемом не менее 1000 см³ и выполнить операции п.п. 6.4.1 – 6.4.8.

6.4.10 Поменять поверочный раствор на №3 для поверки УЭП) объемом не менее 1000 см³ и выполнить операции п.п. 6.4.1 – 6.4.8.

6.4.11. Поменять поверочный раствор на №4 для поверки УЭП (только для АТОС 2000Р) объемом не менее 1000 см³ и выполнить операции п.п. 6.4.1 – 6.4.8.

6.4.12 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений УЭП находятся в пределах $\pm 2\%$. В противном случае результаты поверки считать отрицательными и последующие операции поверки не проводить.

6.5 Определение относительной погрешности измерений концентрации ООУ.

6.5.1 Погрузить пробоотборную трубку во флакон, заполненный поверочным раствором №1 для поверки концентрации ООУ, объемом не менее 1000 см^3 .

6.5.2 Установить значение расхода не менее 3 л / ч .

6.5.3 В соответствии с ЦФТП.414311.001 РЭ произвести не менее 3-х измерений концентрации ООУ.

6.5.4 Записать измеренные значения концентрации ООУ в таблицу 4.

Таблица 4

Метрологическая характеристика	Номер поверочного раствора			
	1	2	3	4
1 Результат измерений концентрации ООУ анализатором, мкг / дм ³				
2 Среднее значение ООУ, мкг / дм ³				
3 Действительное значение концентрации ООУ, мкг / дм ³				
4 Относительная погрешность, %				

6.5.5 Вычислить относительную погрешность измерений концентрации ООУ по формуле 2:

$$\delta = \frac{c_a - c_{эт}}{c_{эт}} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где c_a – значение концентрации ООУ, измеренное анализатором, мкг/дм³;

$c_{эт}$ – значение концентрации ООУ поверочного раствора, мкг/дм³.

6.5.6 Поменять поверочный раствор на №2 для поверки концентрации ООУ, объемом не менее 1000 см^3 и выполнить операции п.п. 6.5.1 – 6.5.5.

6.5.7 Поменять поверочный раствор на №3 для поверки концентрации ООУ, объемом не менее 1000 см^3 и выполнить операции п.п. 6.5.1 – 6.5.5.

6.5.8 Поменять поверочный раствор на №4 (только для АТОС 2000Р) для поверки концентрации ООУ, объемом не менее 1000 см^3 и выполнить операции п.п. 6.5.1 – 6.5.5.

6.5.9 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений ООУ находятся в пределах $\pm 5\%$. В противном случае результаты поверки считать отрицательными и последующие операции поверки не проводить.

7 Идентификация ПО

7.1 При подтверждении соответствия встроенного ПО анализаторов проверить идентификационные данные ПО.

7.2 Идентификацию ПО проводить по эксплуатационной документации на анализаторы. Проверить наименование ПО и номер версии (идентификационный номер) ПО.

7.3 Проверка ПО осуществляется при проведении операций раздела 5 ЦФТП.414311.001 РЭ.

7.4 Результаты поверки считать положительными, если по нажатию кнопки About на компьютере открывается экран, содержащий основную информацию о анализаторе: его серийный номер, наименование ПО, текущую версию ПО и символьный код

контрольной суммы. В противном случае результаты поверки считать отрицательными и последующие операции поверки не проводить.

8 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

8.1 Определение погрешности измерений ООУ.

Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений ООУ соответствуют значениям, приведенным в п. 6.5.9.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки средств измерений подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, на средство измерений наносится знак поверки, и (или) выдается свидетельство о поверке средства измерений, и (или) в паспорт (формуляр) средства измерений вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

Начальник НИО-5
ФГУП «ВНИИФТРИ»

В.Н.Некрасов

Старший научный сотрудник
НИО-5 ФГУП «ВНИИФТРИ»

Ю.А. Овчинников

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ САХАРОЗЫ

А.1 Оборудование и реактивы:

- колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74;
- пипетки мерные 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91;
- весы лабораторные не ниже 2 кл. точности с пределом взвешивания 20 или 200 г по ГОСТ 24104-2001;
- воронка ВФ-1-40-ПОР10-ТСХ ГОСТ 25336-82;
- мешалка ММ-5 ТУ25-11-834-80;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-70;
- сахароза кв. «ХЧ» по ГОСТ 5833-75.

А.2 Проверка пригодности дистиллированной (деионизированной) воды для приготовления основного (концентрированного) и контрольных растворов

Используя кондуктометр лабораторный КЛ-4 измерить электропроводность дистиллированной воды. В том случае, если электропроводность воды более 1,0 мкСм/см, провести дополнительную деионизацию воды до достижения электропроводности менее 1,0 мкСм/см.

А.3 Приготовление основного (концентрированного) раствора с массовой концентрацией общего органического углерода $C = 100 \text{ мг / дм}^3$

- Взять навеску сахарозы $0,24 \pm 0,01 \text{ г}$ (использовать высушенный реактив в течение 3 ч, при температуре 105 °С).
- Перенести навеску в мерную колбу объемом 1000 мл, добавить небольшой объем дистиллированной (деионизированной) воды (приблизительно 500 мл). Колбу установить на магнитной мешалке и перемешать содержимое до полного растворения сахарозы. После полного растворения навески наполнить колбу дистиллированной (деионизированной) водой до отметки 1000 мл.
- Приготовленный раствор следует плотно закрыть и хранить в темном прохладном месте, срок годности – 1 месяц.

А.4 Приготовление поверочных растворов

А.4.1 Используя формулу (А.1), производят расчет объема основного раствора и объема дистиллированной воды, необходимых для получения раствора с массовой концентрацией сахарозы, требуемой для поверки (см. таблицу А.1).

А.4.2 При помощи градуированной пипетки переносят необходимый объем основного раствора в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

А.4.3 Действительное значение массовой концентрации контрольного вещества в растворе (C_1 , мг / см³) вычисляют по формуле (А.1):

$$C_1 = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (\text{А.1})$$

где C_1 – действительное значение массовой сахарозы в основном растворе, мкг/см³,
 V_0 – объем основного раствора, использованный для приготовления данного раствора,
 V_k – общий объем приготовленного раствора 1000 см³.

Таблица А.1 - Концентрации поверочных растворов

Поверочный раствор	Номинальное значение массовой концентрации ООУ в растворе, мкг/дм ³	Допустимое отклонение от номинального значения, %
№1	200	±5
№2	500	
№3	800	
№4	1600	

А.5 Погрешность действительного значения концентрации поверочного раствора рассчитывают с учётом процедуры их приготовления в формуле (А.2):

$$\Delta c = 1.1c \sqrt{\left(\frac{\Delta v_1}{v_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta v_2}{v_2}\right)^2 + \left(\frac{\delta}{c}\right)^2 + \left(\frac{\Delta c_A}{c_A}\right)^2}, \quad (\text{А.2})$$

где c – концентрация контрольного раствора, мкг / см³,

V_1 – объём раствора, отмеряемый пипеткой, см³,

ΔV_1 – предел погрешности используемой пипетки, см³,

V_2 – объём мерной колбы, см³,

ΔV_2 – предел погрешности используемой колбы, см³,

δ – предел обнаружения примеси при контроле чистоты растворителя, мкг / см³,

c_A – аттестованное значение концентрации компонента в ГСО, мкг/см³,

Δc_A – абсолютная погрешность аттестованного значения ГСО или массовая концентрация примесей в реактиве (чистом веществе), мкг/см³.

А.5.1 Характеристики СИ, используемых для приготовления поверочных растворов приведены в таблице А.2.

Таблица А.2

Наименование	Наименование НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Пределы допускаемой абсолютной погрешности СИ
Весы лабораторные	ГОСТ 24104-2001	Масса, m	От 0 до 20 г	$\Delta m = 0,25$ мг
Колба мерная 1-1000-2	ГОСТ 1770	Объём, V_k	1000 см ³	$\Delta V_k = \pm 0,8$ см ³
Колба мерная 2-250-2	ГОСТ 1770		250 см ³	$\Delta V_k = \pm 0,3$ см ³
Колба мерная 2-100-1	ГОСТ 1770		100 см ³	$\Delta V_k = \pm 0,2$ см ³
Колба мерная 2-50-2	ГОСТ 1770		50 см ³	$\Delta V_k = \pm 0,12$ см ³
Пипетка 2-2-25	ГОСТ 29169	Объём, V_a	25 см ³	$\Delta V_a = \pm 0,06$ см ³
Пипетка 2-1-5	ГОСТ 29169		5 см ³	$\Delta V_a = \pm 0,015$ см ³

А.5.2 При использовании СИ, стандартных образцов и реактивов, указанных в п. А.1 настоящего приложения, относительная погрешность поверочного раствора, приготовленного по данной методике находится в пределах ±5 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
анализатора общего органического углерода АТОС (модификация)
(вид поверки)

Зав. № _____

Дата выпуска _____ 20__ года

Дата поверки « __ » _____ 20__ года

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____ ° С;
- атмосферное давление _____ кПа;
- относительная влажность _____ %.

Результаты поверки

Внешний осмотр	
Опробование	
Определение метрологических характеристик	

Метрологическая характеристика	Номер поверочного раствора			
	1	2	3	4
Результат измерения УЭП анализатора АТОС, мкСм / см				
Среднее значение УЭП анализатора АТОС, мкСм / см				
Результат измерения УЭП эталонного кондуктометра, мкСм / см				
Среднее значение УЭП эталонного кондуктометра, мкСм / см				
Относительная погрешность, %				
Результат измерения концентрации ООУ, мкг / дм ³				
Среднее значение концентрации ООУ, мкг / дм ³				
Действительное значение концентрации ООУ, мкг / дм ³				
Относительная погрешность, %				

Анализатор общего органического углерода АТОС (модификация) № _____ на основании результатов поверки признан пригодным к применению.

Дата поверки

Поверитель