

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»)

СОГЛАСОВАНО



Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

№ 12 2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Анализаторы Хpert

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 41-251-2020

Екатеринбург
2021 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, ВострокнUTOва Е.В.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения.....	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки	5
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8 Внешний осмотр средства измерений	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	7
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	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10

1 Область применения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы Xpert (далее – анализаторы), изготовленные Trace Elemental Instruments, Нидерланды, и устанавливает методы первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора к единице массовой концентрации, воспроизводимой ГЭТ 176-2017 «Государственным первичным эталоном единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии», обеспечивается путем применения стандартных образцов ГСО 2216-81, ГСО 2960-84.

1.3 Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- 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 (ГСИ). Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания (с Поправкой)»
- ГОСТ Р 58144-2018 «Вода дистиллированная. 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 29169-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой».
- Приказ Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;
- Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

3 Перечень операций поверки

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
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик	11	-	-
Проверка относительного СКО выходного сигнала и чувствительности	11.1	да	да
Проверка пределов обнаружения	11.2	да	да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством пользователя (далее – РП). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 13.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +35;
- 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 РП на анализаторы и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении проверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 2216-81 стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия) 1-го разряда	Аттестованное значение массовой доли бифталата калия от 99,950 до 100,000 %; границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,030$ %
ГСО 2960-84 стандартный образец состава этилендиаминтетрауксусной кислоты	Аттестованное значение массовой доли 2-водной динатриевой соли этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты (трилона Б) от 99,70 до 100,00 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,03$ %
весы электронные	I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011
вода дистиллированная	по ГОСТ Р 58144-2018

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

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации от 15.12.2020 N 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 описании типа;
- наличие обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре 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 Подготавливают анализатор в соответствии с РП. При необходимости проводят калибровку анализатора.

9.2 Стандартные образцы, используемые при поверке, подготавливают согласно паспорту; средства измерений, используемые при поверке подготавливают согласно их эксплуатационной документации.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора. Номер версии ПО выводится на экран ПК при запуске и должен соответствовать требованиям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TEIS
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	не ниже 2.3.4
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка относительного СКО выходного сигнала и чувствительности

11.1.1 Для проверки относительного СКО выходного сигнала и чувствительности анализатора используют водные растворы стандартных образцов по п. 6.1 с номинальным значением массовой концентрации элемента 10 мг/дм³, полученные путем последовательного разбавления в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки¹.

11.1.2 Проводят не менее трех j -х ($j=1\dots n$, $n \geq 3$) измерений выходного сигнала i -го элемента ($I_{10,ij}$) в растворах стандартных образцов.

11.2 Проверка пределов обнаружения

11.2.1 Для проверки пределов обнаружения проводят не менее трех измерений выходного сигнала в дистиллированной воде по п. 6.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают относительное СКО измерений по формуле

$$\sigma_i = \frac{100}{I_{10,i}} \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{j=1}^n (I_{10,ij} - I_{10,i})^2}, \quad (1)$$

где $I_{10,i}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала измерений, у.е., рассчитанное по формуле

¹ Для модели Хpert-ТОС/ТN_б используют водные растворы ГСО 2216-81 и ГСО 2960-84 для модели Хpert-ТОС – водный раствор ГСО 2216-81, для модели Хpert-ТN_б – ГСО 2960-84.

$$I_{10,i} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{j=1}^n I_{10,ij}, \quad (2)$$

где $I_{10,ij}$ – j -й результат измерений выходного сигнала i -го элемента в растворе стандартного образца, у.е.

12.2 Рассчитывают чувствительность измерений по формуле

$$R_i = \frac{1000 \cdot I_{10,i}}{C_i \cdot V}, \quad (3)$$

где C_i – массовая концентрация i -го элемента (углерода или азота) в растворе стандартного образца, мг/дм³;

V – объем раствора стандартного образца², введенного в анализатор, мм³ (мкл).

Полученные значения относительного СКО измерений и чувствительности должны соответствовать требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модели		
	Xpert-TOC	Xpert-TOC/TN _b	Xpert-TN _b
Предел обнаружения, мг/дм ³ , не более: - общего углерода (все формы) - общего азота	0,15 -	0,15 0,03	- 0,03
Чувствительность, у.е./мкг, не менее: - общего углерода (все формы) - общего азота	2000 -	2000 1·10 ⁶	- 1·10 ⁶
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, %*: - общего углерода (все формы) - общего азота	2,0 -	2,0 2,0	- 2,0

* при массовой концентрации азота и углерода не менее 10 мг/дм³

12.3 Рассчитывают среднее арифметическое значение выходного сигнала углерода или азота в дистиллированной воде ($I_{10,i}$, мг/дм³) по формуле (2) и пределы обнаружения углерода или азота (lod , мг/дм³) по формуле:

$$lod_i = \frac{3 \cdot 1000 \cdot \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{j=1}^n (I_{10,ij} - I_{10,i})^2}}{R_i \cdot V}, \quad (4)$$

где $I_{10,ij}$ – j -й результат измерения выходного сигнала i -й элемента в растворе стандартного образца, у.е.;

R_i – чувствительность, у.е./мкг;

V – объем раствора стандартного образца² введенного в анализатор, мм³(мкл).

Полученные значения пределов обнаружения должны соответствовать требованиям таблицы 4.

² По умолчанию объем вводимой пробы составляет 100 мм³.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов

А.1 Приготовление растворов ГСО 2216-81

А.1.1 Для приготовления растворов используют весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 в диапазоне от 1 мг до 220 г; мерные колбы по ГОСТ 1770-74, дозаторы одноканальные или пипетки по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91, воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144-2018.

А.1.2 Приготовление исходного раствора углерода с массовой концентрацией 1000 мг/дм³

Мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают на весы, обнуляют показания весов. В колбу вносят примерно 212 мг ГСО 2216-81, фиксируют массу навески. Растворяют навеску в дистиллированной воде, затем доводят до метки и тщательно перемешивают раствор. Рассчитывают значение массовой концентрации углерода в исходном растворе $C_{исх}$, мг/дм³, по формуле

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

где $m_{ГСО}$ – масса навески стандартного образца ГСО 2216-81, мг;

M_C – молярная масса углерода, 12,0106 г/моль;

A – аттестованное значение массовой доли бифталата калия в ГСО 2216-81, %;

V_p – объем приготовленного раствора, дм³;

$M_{фт}$ – молярная масса бифталата калия, 204,2206 г/моль.

Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации углерода в приготовленном исходном растворе не превышают ± 3 мг/дм³.

А.1.3 Приготовление раствора углерода с массовой концентрацией 10 мг/дм³

Раствор готовят путем разбавления аликвотной части исходного раствора водой дистиллированной в мерной колбе с последующим тщательным перемешиванием приготовленного раствора. С помощью пипетки или дозатора отбирают 1 см³ исходного раствора углерода массовой концентрации 1000 мг/дм³ и помещают в мерную колбу объемом 100 см³. Доводят объем колбы до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Массовую концентрацию азота в полученном растворе рассчитывают по формуле

$$C_C = \frac{C_{исх} \cdot V_{исх}}{V_{10}}, \quad (A.2)$$

где $C_{исх}$ – массовая концентрация углерода в исходном растворе, приготовленном по п.А.1.2, мг/дм³;

C_C – массовая концентрация углерода в разбавленном растворе, мг/дм³;

$V_{исх}$ – объем исходного раствора углерода, отбираемого пипеткой или дозатором при разбавлении, см³;

V_{10} – объем разбавленного раствора, см³.

А.2 Приготовление растворов ГСО 2960-84

А.2.1 Для приготовления 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 по ГОСТ 1770-74, дозаторы одноканальные или пипетки по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91, воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144-2018.

А.2.2 Приготовление исходного раствора азота с массовой концентрацией 1000 мг/дм³

Мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают на весы, обнуляют показания весов. В колбу вносят примерно 1200 мг ГСО 2960-84, фиксируют массу навески. Растворяют навеску в дистиллированной воде, затем доводят до метки и тщательно перемешивают раствор. Рассчитывают значение массовой концентрации азота в исходном растворе $C_{исх}$, мг/дм³, по формуле

$$C_{исх} = \frac{2 \cdot m_{ГСО} \cdot M_N \cdot A}{V_p \cdot M_{\text{трилона Б}} \cdot 100}, \quad (\text{А.3})$$

где $m_{ГСО}$ – масса навески стандартного образца ГСО 2960-84, мг;

M_N – молярная масса азота, 14,006855 г/моль;

A – аттестованное значение массовой доли 2-водной динатриевой соли этилендиамина- N,N,N',N' -тетрауксусной кислоты (трилона Б) в ГСО 2960-84, %;

V_p – объем приготовленного раствора, дм³;

$M_{\text{трилона Б}}$ – молярная масса трилона Б, 336,2080 г/моль.

Пределы допускаемой абсолютной погрешности массовой концентрации азота в приготовленном исходном растворе не превышают ± 1 мг/дм³.

А.2.3 Приготовление раствора азота с массовой концентрацией 10 мг/дм³

Раствор готовят путем разбавления аликвотной части исходного раствора водой дистиллированной в мерной колбе с последующим тщательным перемешиванием приготовленного раствора. С помощью пипетки или дозатора отбирают 1 см³ исходного раствора азота массовой концентрации 1000 мг/дм³ и помещают в мерную колбу объемом 100 см³. Доводят объем колбы до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Массовую концентрацию азота в полученном растворе рассчитывают по формуле

$$C_N = \frac{C_{исх} \cdot V_{исх}}{V_{10}}, \quad (\text{А.4})$$

где $C_{исх}$ – массовая концентрация азота в исходном растворе, приготовленном по п.А.2.2, мг/дм³;

C_N – массовая концентрация азота в разбавленном растворе, мг/дм³;

$V_{исх}$ – объем исходного раствора азота, отбираемого пипеткой или дозатором при разбавлении, см³;

V_{10} – объем разбавленного раствора, см³.