

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"
(ФГБУ "ВНИИМС")**

СОГЛАСОВАНО

**Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ "ВНИИМС"**



_____ **А.Е. Коломин**

_____ **2022 г.**

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы общего органического углерода Sievers M5310 C

Методика поверки

МП 205-09-2022

г. Москва
2022 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего органического углерода Sievers M5310 С Компании "SUEZ Water Technologies & Solutions", США (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – один год.

Поверяемое средство измерений должно иметь прослеживаемость к Государственному эталону ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019).

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получают отрицательный результат, дальнейшую поверку прекращают.

2.3 Проведение поверки по меньшему числу компонентов (определяемых веществ) в соответствии с пунктом 18 Приказа Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» не предусмотрено.

3 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер раздела	Наименование основного или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
11	ГСО 2216-81 состава калия фталевокислого кислого (бифталата) калия 1-го разряда: массовая доля калия фталевокислого кислого от 99,9 до 100,0 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО ($P = 0,95$) $\pm 0,03$ %
6, 9, 10, 11	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-N1 (рег. № 53505-13), диап. изм. температуры от 0 до 50 С, абс. погрешн. $\pm 0,5$ °С, диап. изм. отн. влажности от 15 до 85 %, абс. погрешн. ± 3 %
6, 9, 10, 11	Барометр-анероид БАММ-1, (рег. № 5738-76) диапазон измерений от 80 до 106 кПа, абс. погрешность ± 200 Па
11	Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг, наибольший предел взвешивания 220 г

Продолжение таблицы 2

11	Колбы мерные наливные 2-1000-2 (1 шт.), 2-500-2 (2 шт.), 2-100-2 (5 шт.) по ГОСТ 1770-74
11	Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-5, 1-2-10 по ГОСТ 29169-91
11	Пипетка градуированная 1-2-2-5 по ГОСТ 29227-91
11	Стакан СН-34/12 по ГОСТ 25336-82
11	Деионизированная вода по ГОСТ Р 52501-2005
11	Система очистки воды Millipore Simplicity, массовая концентрация общего углерода на выходе не более 5 мкг/дм ³

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью (включая другие эталоны, ГСО).

3.3 Все средства поверки должны быть поверены, ГСО иметь действующие паспорта.

4 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

4.1 Правила безопасности при работе с анализаторами и средствами поверки в соответствии с соответствующими разделами РЭ или инструкциями по применению.

4.2 Правила безопасности, действующие на месте поверки (на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации) или в лаборатории).

4.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.4 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

4.5 Следует выполнять требования, изложенные в «Правилах технической эксплуатации электроустановок потребителей (ПТЭ)», «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилах устройства электроустановок (ПУЭ)», утвержденных в установленном порядке.

4.6 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают действующие Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С (20 ± 5);
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 107.

7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

7.1 Поверяемый анализатор подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации.

7.2 Эталоны, средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

7.3 Проверяют наличие сведений о поверке и паспортов на средства поверки.

7.4 Перед началом поверки включают приточно-вытяжную вентиляцию и выполняют другие требуемые операции по обеспечению безопасного проведения работ.

7.5 Готовят контрольные растворы (методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении 1).

8 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие внешних повреждений на анализаторе, влияющих на его работоспособность;
- исправность органов управления, четкость надписей на лицевой панели;
- все сегменты индикации на дисплее должны полностью отображаться при включении анализатора;
- соответствие комплектности анализатора требованиям технической документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

9 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При опробовании выполняют проверку общего функционирования анализатора согласно руководству по эксплуатации. Результаты опробования считают положительными, если на дисплее отображаются результаты измерений и отсутствуют сообщения о неисправностях.

10 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО анализатора версии ПО, указанной в описании типа, при включении прибора.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Sievers DataPro2
Номер версии ПО	не ниже 1.04

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Определение относительной погрешности измерений концентрации ООУ проводят с применением контрольных растворов бифталата калия с массовыми концентрациями ООУ 0,2, 0,5, 1,0, 2,0, 5,0, 10 мг/дм³ (Приложение 1).

11.2 Анализ контрольных растворов выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Число измерений (n) не менее 5 для каждого контрольного раствора.

12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

12.1 Значение относительной погрешности измерений в каждой заданной точке определяют по формуле (1)

$$\delta_i = \frac{|C_o - C_i|}{C_o} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где C_i – средний результат измерений массовой концентрации ООУ i – го определения, мг/дм³,

C_o – расчетное значение массовой концентрации ООУ в i -м контрольном растворе, мг/дм³.

12.2 Полученные значения относительной погрешности анализаторов не должны превышать: 20 % в диапазоне от 0,15 до 1,0 мг/м³ включ., 10 % в диапазоне св. 1,0 до 10 мг/м³ включ.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

13.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы.

13.2 Если анализатор удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки, его признают годным к применению, вносят сведения о результатах его поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по запросу владельца выдают свидетельство о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденными Приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31.07.2020 г.

Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

13.3 Если анализатор не удовлетворяет требованиям настоящей методики, его признают непригодным к применению, вносят сведения с указанием причин непригодности в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, по запросу владельца выдают извещение о непригодности в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденными приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31.07.2020 г.

13.4 После ремонта анализатор подвергают поверке.

Начальник отдела № 205 ФГБУ "ВНИИМС"

Старший научный сотрудник ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Г.А. Микрюкова

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 ГСО 2216-81 состава калия фталевокислого кислого (бифталата) калия 1-го разряда: массовая доля калия фталевокислого кислого 99,989 %, границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО ($P = 0,95$) $\pm 0,028$ %
- 1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг, наибольший предел взвешивания 220 г
- 1.3 Колбы мерные наливные 2-1000-2 (1 шт.), 2-500-2 (2 шт.), 2-100-2 (5 шт.) по ГОСТ 1770-74
- 1.4 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-5, 1-2-10 по ГОСТ 29169-91
- 1.5 Пипетка градуированная 1-2-2-5 по ГОСТ 29227-91
- 1.6 стакан СН-34/12 по ГОСТ 25336-82
- 1.7 Деионизированная вода по ГОСТ Р 52501-2005
- 1.8 Система очистки воды Millipore Simplicity, массовая концентрация общего углерода на выходе не более 5 мкг/дм³.

2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

2.1 Приготовление исходного раствора бифталата калия с массовой концентрацией ООУ 2 500 мг/дм³

На лабораторных весах взвешивают рассчитанное количество бифталата калия: (5,31 \pm 0,01) г. Бюкс, в котором проводят взвешивание, заполняют не более чем на 1/3 объема деионизированной водой и переносят получившийся раствор в колбу вместимостью 1000 см³. Повторяют данную процедуру 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

2.2 Приготовление раствора бифталата калия с массовой концентрацией ООУ 50 мг/дм³

С помощью пипетки вместимостью 10 см³ отбирают 10 см³ раствора бифталата калия по 2.1 и вносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

2.3 Приготовление раствора бифталата калия с массовой концентрацией ООУ 10 мг/дм³

С помощью градуированной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают 2 см³ раствора бифталата калия по 2.1 и вносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

2.4 Приготовление раствора бифталата калия с массовой концентрацией ООУ 5,0 мг/дм³

С помощью пипетки вместимостью 10 см³ отбирают 10 см³ раствора бифталата калия по 2.2 и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

2.5 Приготовление раствора бифталата калия с массовой концентрацией ООУ 2,0 мг/дм³

С помощью градуированной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают 4 см³ раствора бифталата калия по 2.2 и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

2.6 Приготовление раствора бифталата калия с массовой концентрацией ООУ 1,0 мг/дм³

С помощью пипетки вместимостью 10 см³ отбирают 10 см³ раствора бифталата калия по 2.3 и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

2.7 Приготовление раствора бифталата калия с массовой концентрацией ООУ
0,5 мг/дм³

С помощью пипетки вместимостью 5 см³ отбирают 5 см³ раствора бифталата калия по 2.3 и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

2.8 Приготовление раствора бифталата калия с массовой концентрацией ООУ
0,2 мг/дм³

С помощью градуированной пипетки вместимостью 5 см³ отбирают 2 см³ раствора бифталата калия по 2.3 и вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки деионизированной водой и тщательно перемешивают.

Контрольные растворы используют в день приготовления.

Относительная погрешность массовой концентрации приготовленных контрольных растворов не превышает $\pm 5\%$.