

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



СОГЛАСОВАНО
Генеральный директор ФГУП
«ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин

« 15 » 02 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы общего органического углерода

НТУ-D11500

Методика поверки

МП-242-2521-2023

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И. Менделеева»

А.В. Колобова

Ст.научный сотрудник научно-
исследовательского отдела государственных
эталонов в области физико-химических
измерений ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

М.А. Мешалкин

С. Петербург
2023 г.

1. Общие положения

Настоящая методика распространяется на анализаторы общего органического углерода НТУ-D11500 (далее по тексту – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методика поверки обеспечивает прослеживаемость поверяемого анализатора к государственному первичному эталону ГЭТ 176-2019 единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки: прямое измерение поверяемым СИ значений массовой доли углерода, входящего в состав вещества, массовая доля которого воспроизводится стандартным образцом.

Методикой поверки предусмотрена возможность проведения периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, представившего средство измерений на поверку.

2. Перечень операций поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик	Да	Да	10
Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям	Да	Да	11

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1. При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 17 до 28
- относительная влажность %, не более 75

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1. К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации анализаторов, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1. При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 10 Определение метрологических характеристик	СО состава сахарозы. Массовая доля сахарозы не менее 95 %, относительная погрешность не более $\pm 0,9$ %	СО состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022
п.8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 до +30 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне не более 80 %	Прибор комбинированный Testo 608-N1 (рег. номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53505-13)
п.8. Приготовление поверочных растворов	Колбы наливные 2-го класса точности Пипетки мерные 2-го класса точности или дозаторы пипеточные одноканальные с допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности не более ± 2 % Средства измерений массы, диапазон измерений от 0,010 до 50 г, абсолютная погрешность не более $\pm 0,0005$ г. СО состава сахарозы. Массовая доля сахарозы не менее 95 %, относительная погрешность не более $\pm 0,9$ % Вода бидистиллированная	Колбы мерные наливные 2-250-2, 2-25-2 по ГОСТ 1770-74 2-го класса точности Пипетка мерная 2-1-2-2 ГОСТ 29228-91 2-го класса точности, либо дозаторы пипеточные (рег. номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 86493-22) Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 (рег. номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 72358-18) СО состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022 Вода бидистиллированная

5.2. Допускается использовать при поверке другие средства измерений и стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2.

5.3. Все средства измерений, используемые при поверке, должны быть поверены, а ГСО – иметь действующие паспорта.

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1. Требования безопасности должны соответствовать правилам и нормам, изложенным в руководстве по эксплуатации анализаторов.

6.2. При проведении операций по поверке следует руководствоваться действующими на предприятии правилами и нормами, регламентированными инструкциями по безопасности труда для подразделений, где установлено поверяемое СИ.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида анализатора описанию типа СИ;
- наличие знака утверждения типа в месте, указанном в описании типа СИ;
- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей анализатор;
- отсутствие на наружных поверхностях анализатора повреждений и дефектов, влияющих на его работоспособность;
- отсутствие ослаблений элементов конструкции;
- надежность крепления соединительных элементов, кабелей.

7.2. В случае обнаружения дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результаты поверки, они должны быть устранены до начала поверки.

7.3. Анализатор считают выдержавшими внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

8. Подготовка к поверке и опробование анализатора

8.1. Перед проведением поверки следует выполнить следующие подготовительные работы:

- выдержать анализаторы в помещении, в котором проводится поверка, в течение не менее 4 ч;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями эксплуатационных документов на них;
- подготовить поверяемый анализатор к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации (п.п. 8.1- 8.4);
- подготовить контрольные растворы в соответствии с Приложением А.

8.2. Проверить выполнение условий пунктов 3, 4, 5, 6 настоящей методики поверки и занести в протокол поверки условия проведения поверки (температура окружающей среды, относительная влажность воздуха).

8.3. Опробование проводится в автоматическом режиме после включения питания. Результаты опробования считают положительными, если в процессе автотестирования не возникло сообщений об ошибках.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1. Проверка программного обеспечения (далее по тексту – ПО) анализаторов проводится путем установления соответствия ПО анализаторов, представленных на поверку, тому ПО, которое указано в описании типа анализатора.

Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

Окно с номером версии ПО выводится на дисплей с помощью клика указателем мыши по пункту меню «About». Номер версии выводится в всплывающем окне.

9.2. Анализатор считается выдержавшим проверку по п. 9, если версия ПО соответствует требованиям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3– Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ТОС-Multi & Simult
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.0
Цифровой идентификатор ПО	-

10. Определение метрологических характеристик анализатора

10.1. Определение диапазона измерений и относительной погрешности анализатора

10.1.1. При проведении поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений используются только те контрольные растворы, которые соответствуют поверяемому

поддиапазону (согласно таблице 4). При проведении поверки в полном диапазоне измерений (от 45 до 1500 мкг/л) используются все контрольные растворы, указанные в таблице 3.

10.1.2. Последовательно подавать на вход прибора контрольные растворы, указанные в таблице 3 (с учетом указаний, приведенных в п. 10.1.1) проводя для каждого раствора по два измерения массовой концентрации общего органического углерода (далее по тексту – ООУ). Результаты зафиксировать.

10.1.3. Определить относительную погрешность анализатора по формуле:

$$\delta = \frac{C_{кр} - C_i}{C_{кр}} \times 100, \% \quad (1)$$

где: $C_{кр}$ – массовая концентрация ООУ в контрольном растворе, мкг/л;

C_i – результат i-ого измерения массовой концентрации ООУ, мкг/л.

Таблица 4 – Контрольные растворы

№ контрольного раствора	Поддиапазон измерений, мкг/л	Массовая концентрации органического углерода в контрольном растворе, мкг/л
1	от 45 до 100 включ.	45
2		95
3	св.100 до 500 включ.	150
4		450
5	св.500 до 1500 включ.	500
6		1000

11. Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям

Анализаторы соответствует метрологическим требованиям, указанным в его описании типа, и результаты поверки считаются положительными, если выполняются условия, указанные в таблице 5.

Таблица 5 - Предельные допускаемые значения относительной погрешности анализатора

№ контрольного раствора	Поддиапазон измерений, мкг/л	Массовая концентрации органического углерода в контрольном растворе, мкг/л	Относительная погрешность анализатора, %, не более
1	от 45 до 100 включ.	45	±35
2		95	
3	св.100 до 500 включ.	150	±12
4		450	
5	св.500 до 1500 включ.	500	±7
6		1000	

12. Оформление результатов поверки

12.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

12.2. Сведения о результатах поверки СИ и информация об объеме проведенной поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации.

12.3. При положительных результатах поверки по заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие анализатора обязательным требованиям к средствам измерений в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации, к которому прилагают протокол поверки. Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено.

12.4. При отрицательных результатах поверки анализатор к применению не допускают, по заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов

1. Для приготовления контрольных растворов следует применять следующие стандартные образцы и средства измерений:

- СО состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022;
- колбы мерные наливные 2-250-2, 2-25-2 по ГОСТ 1770-74;
- пипетка мерная 2-1-2-2 ГОСТ 29228-91 2-го класса точности, либо дозатор пипеточный одноканальный с допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности не более 2 %;

- вода бидистиллированная, дополнительно подвергнутую кипячению в течение 2-х часов (далее – вода); приготовленная вода должна храниться в стеклянной таре с закрытой пробкой в темном месте. Срок годности – не более 24 часов с момента приготовления.

- весы аналитические специального класса точности, диапазон измерения не менее чем от 0,010 до 40 г, абсолютная погрешность не более 0,0005 г (например: весы электронные Е, мод.Е50S, рег.№ФИФ 16072-97 ; весы лабораторные AS, PS, PM, рег. № ФИФ 72358-18).

2. Приготовление основного (концентрированного) раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 100 мг/л.

2.1. Возьмите навеску сахарозы $0,24 \pm 0,01$ г.

2.2. Перенесите навеску в мерную колбу объемом 1000 мл, добавьте небольшой объем воды (прибл. 500 мл). Колбу устанавливают на магнитной мешалке и перемешивают содержимое до полного растворения сахарозы.

2.3. После полного растворения навески наполнить колбу водой до отметки 1000 мл.

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

3. Приготовление контрольных растворов.

3.1. Используя формулу (А.1), производят расчет объема основного раствора и объема воды, необходимых для получения раствора с массовой концентрацией сахарозы, требуемой для поверки (см. таблицу А1).

3.2. При помощи градуированной пипетки или дозатора переносят рассчитанный объем основного раствора в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см^3 (или 1000 см^3), доливают до метки водой и перемешивают.

3.3. Действительное значение массовой концентрации контрольного вещества в растворе (C_1 , мкг/см^3) вычисляют по формуле:

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

где C_o - действительное значение массовой сахарозы в основном растворе, мкг/см^3 .

V_o - объем основного раствора, использованный для приготовления данного раствора.

V_k - общий объем приготовленного раствора (100 см^3 или 1000 см^3).

Таблица А1 – Контрольные растворы

№ контрольного раствора	Поддиапазон измерений, мкг/л	Массовая концентрации органического углерода в контрольном растворе, мкг/л	Относительная погрешность, %, не более
1	от 45 до 100 включ.	45	± 5,0
2		95	± 5,0
3	св.100 до 500 включ.	150	± 4,0
4		450	± 4,0
5	св.500 до 1500 включ.	500	± 4,0
6		1000	± 3,0

Приготовленные контрольные растворы должны быть использованы в течение 4-х часов после приготовления.