

**«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
Заместитель генерального директора
Е. П. Кривцов
доверенность № 54/2021
от 24.12.2021

«05» декабря 2023 г.
М.п.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы общего органического углерода
НТУ-DI1500-OL**

Методика поверки

МП 2450-0034-2023

И.о. руководителя научно-исследовательской
лаборатории госэталонов в области
физико – химических свойств жидкостей


М. В. Беднова

г. Санкт-Петербург
2023 г.

Содержание

1. Общие положения	3
2. Перечень операций поверки анализаторов	3
3. Требования к условиям проведения поверки	4
4. Метрологические и технические требования к средствам поверки	4
5. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	5
6. Внешний осмотр анализатора	6
7. Подготовка к поверке и опробование анализатора	6
8. Проверка программного обеспечения	6
9. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
10. Оформление результатов поверки	7
Приложение А	9
Приложение Б	11

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего органического углерода НТУ-DI1500-OL (далее – анализаторы).

При поверке анализаторов должна быть обеспечена прослеживаемость к следующему государственному первичному эталону:

ГЭТ 176-2019 Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021.

Реализация методики поверки производится прямым измерением поверяемым анализатором величин, воспроизводимых контрольными растворами.

При использовании настоящей методики поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на «01» января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2. Перечень операций поверки анализаторов

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

Таблица 1. Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при поверке		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
1. Внешний осмотр	Да	Да	п. 6
2. Опробование (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Да	Да	п. 7
3. Проверка программного обеспечения анализатора	Да	Да	п. 8
4. Определение метрологических характеристик анализатора и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	п. 9
5. Оформление результатов поверки	Да	Да	п. 10

При проведении поверки, если по одному из пунктов поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

3. Требования к условиям проведения поверки

- температура окружающего воздуха, °С: 20±5;
- относительная влажность воздуха, %: от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа: от 84 до 106.

4. Метрологические и технические требования к средствам поверки

При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2. Перечень средств поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 3 Требования к условиям поверки	Средства измерений температуры окружающей среды от 15 °С до 30 °С с абсолютной погрешностью не более 0,3 °С;	Термогигрометр ИВА, модификация ИВА-6Н-Д, рег. № 46434-11
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 0 % до 90 % с абсолютной погрешностью не более 2 %;	
	Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 300 до 1100 гПа, с абсолютной погрешностью не более 2,5 гПа.	
п. 7 Подготовка к поверке и опробование анализатора	Средства измерений температуры жидких сред от 0 °С до 50 °С с абсолютной погрешностью не более ±0,1 °С;	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15
	Стандартный образец состава сахарозы, массовая доля сахарозы не менее 95 %, границы абсолютной погрешности не более ±0,9 %;	СО состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022
	Вспомогательные средства: Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут ±0,2 °С в диапазоне температур от 0 °С до 90 °С; Установка для очистки воды, массовая концентрация общего органического углерода на выходе, не более $5 \cdot 10^{-3}$ мг/дм ³ , удельная электрическая проводимость, не более 1 мкСм/см (при 25 °С); Весы лабораторные неавтоматического действия не ниже II класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальной нагрузкой не менее 500 г; Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018; Посуда мерная лабораторная по ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 29227-91.	

Продолжение таблицы 2

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Определенные метрологические характеристики анализатора	Средства измерений температуры жидких сред от 0 °С до 50 °С с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,1$ °С;	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, рег. № 61806-15
	Стандартный образец состава сахарозы, массовая доля сахарозы не менее 95 %, границы абсолютной погрешности не более $\pm 0,9$ %;	СО состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022
	Эталоны единицы удельной электрической проводимости жидкостей и средства измерений, соответствующие рабочим эталонам не ниже 2 разряда по Государственной поверочной схеме для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей, утвержденной Приказом Росстандарта от 27.12.2018 г. № 2771 в диапазоне измерений от $1 \cdot 10^{-4}$ до 70 См/м, с допускаемой относительной погрешностью $\pm 0,25$ %;	Кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс», рег. № 12048-04
	<p>Вспомогательные средства:</p> <p>Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,2$ °С в диапазоне температур от 0 °С до 50 °С;</p> <p>Система подготовки воды, массовая концентрация общего органического углерода на выходе, не более $5 \cdot 10^{-3}$ мг/дм³, удельная электрическая проводимость, не более 1 мкСм/см (при 25 °С);</p> <p>Весы лабораторные неавтоматического действия не ниже II класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с максимальной нагрузкой не менее 500 г;</p> <p>Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;</p> <p>Посуда мерная лабораторная по ГОСТ 1770-74 и ГОСТ 29227-91.</p>	

Допускается применение средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность передачи единиц величин поверяемому анализатору.

Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены в установленном порядке с обязательным занесением сведений о положительных результатах поверки в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

5. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке, должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

5.2 При проведении поверки соблюдают следующие требования техники безопасности:

- при работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007-76 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования

безопасности» и ГОСТ 12.4.021-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования».

- при работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019-2017 «МГС Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» и ГОСТ 12.2.007.0-75 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

5.3 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования» и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83 «МГС. Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

6. Внешний осмотр анализатора

6.1 При проведении внешнего осмотра анализатора проверяют:

- соответствие комплектности и внешнего вида анализатора приведенным в описании типа (наличие товарного знака «TAILIN» на корпусе анализатора);

- наличие знака утверждения типа и соответствие места его нанесения на корпус анализатора приведенному в описании типа;

- целостность соединительных проводов датчиков, а также отсутствие других дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведения поверки и (или) на результат поверки анализатора.

6.2 Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям. Анализаторы, не соответствующие указанным требованиям, к поверке не допускаются.

7. Подготовка к поверке и опробование анализатора

7.1 Выдержать поверяемый анализатор в помещении в условиях, соответствующих условиям поверки, не менее 4 ч. В случае, если поверяемый анализатор находился при температуре ниже 0 °С, время выдержки должно быть не менее 8 ч.

7.2 Подготовить средства поверки и поверяемый анализатор к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией (далее – ЭД).

7.3 На поверку предоставляется подготовленный к работе анализатор в соответствии с его руководством по эксплуатации.

7.4 Приготовить контрольные растворы общего органического углерода (далее – ООУ). Контрольные растворы готовят в соответствии с методикой, приведенной в п. 2.1 Приложения А со следующими номинальными значениями ООУ:

- 0,05, 0,07, 0,09 мг/дм³ для диапазона измерений от 0,04 до 0,1 мг/дм³ включ.;

- 0,125, 0,3, 0,45 мг/дм³ для диапазона измерений св. 0,1 до 0,5 мг/дм³ включ.;

- 0,625, 1,0, 1,45 мг/дм³ для диапазона измерений св. 0,5 до 1,5 мг/дм³.

7.5 Провести опробование анализатора. Опробование проводится в автоматическом режиме после включения питания. Результаты опробования считаются положительными, если в процессе автотестирования не возникло сообщений об ошибках.

8. Проверка программного обеспечения

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

8.2 Для проверки соответствия ПО открыть окно с номером версии ПО на экране компьютера во вкладке «About».

8.3 Результаты подтверждения соответствия ПО считаются положительными, если на экране компьютера отображается номер версии ПО, соответствующий требованиям, приведенным в описании типа.

9. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

9.1 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода.

Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода проводить путем сравнения показаний анализатора при подаче контрольных растворов общего органического углерода с расчетными значениями массовой концентрации общего органического углерода контрольных растворов.

Контрольные растворы готовить в соответствии с п. 2.1 Приложения А из стандартного образца состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022 и дистиллированной воды, очищенной при помощи системы водоподготовки Sartorius arium mini, массовая концентрация общего органического углерода на выходе которой, в соответствии с характеристиками установки, не превышает $5 \cdot 10^{-3}$ мг/дм³. Дополнительно измерять удельную электрическую проводимость очищенной воды при помощи кондуктометра лабораторного КЛ-4 Импульс для контроля соответствия полученной очищенной воды требованиям, установленным производителем: массовая концентрация общего органического углерода менее 0,1 мг/дм³ и удельная электрическая проводимость менее 1 мкСм/см (при 25 °С) (п. 5.3 документа «Анализаторы общего органического углерода НТУ-DI1500-OL. Руководство по эксплуатации»).

Измерения проводить в точках с расчетными значениями массовой концентрации органического углерода:

- 0,05, 0,07, 0,09 мг/дм³ для диапазона измерений от 0,04 до 0,1 мг/дм³ включ.;
- 0,125, 0,3, 0,45 мг/дм³ для диапазона измерений св. 0,1 до 0,5 мг/дм³ включ.;
- 0,625, 1,0, 1,45 мг/дм³ для диапазона измерений св. 0,5 до 1,5 мг/дм³.

Измерения проводить при температуре контрольных растворов плюс 25 °С. В каждой точке проводить не менее трех измерений.

9.2 Относительную погрешность измерений массовой концентрации общего органического углерода рассчитать для каждого измеренного значения по формуле 1:

$$\delta = \frac{\gamma_u - \gamma_0}{\gamma_0} \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где γ_u – показания анализатора при подаче контрольного раствора общего органического углерода, мг/дм³;

γ_0 – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода контрольного раствора, мг/дм³.

9.3 Результаты операции поверки считаются положительными, если в процессе поверки для всех точек диапазона измерений содержания общего органического углерода от 0,04 до 0,1 мг/дм³ включ. относительная погрешность измерений не превышает ± 35 %; в диапазоне св. 0,1 до 0,5 мг/дм³ включ. значение относительной погрешности не превышает ± 12 %, в диапазоне св. 0,5 до 1,5 мг/дм³ значение относительной погрешности не превышает ± 7 %.

10. Оформление результатов поверки

10.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений по форме Приложения Б, в котором указывается о соответствии/несоответствии анализатора предъявляемым требованиям.

10.2. Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего средство измерений на поверку, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном

результате поверке) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

10.3. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке (при его оформлении).

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ОБЩЕГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА

1. Средства измерений, стандартные образцы и оборудование

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74;
- Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91;
- Весы лабораторные электронные MSA524S-1CE-DI (рег. № 49613-12);
- Мешалка ММ-5 ТУ25-11-834-80;
- Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
- Стандартный образец состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022, массовая доля сахарозы от 95,00 % до 100,00 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности при $P = 0,95 \pm 0,9$ %;
- Лабораторная система водоподготовки Sartorius arium mini, массовая концентрация общего органического углерода на выходе не более $5 \cdot 10^{-3}$ мг/дм³.

2. Приготовление контрольных растворов общего органического углерода

2.1 Для приготовления основного раствора общего органического углерода с массовой концентрацией 100 мг/дм³ взвесить на электронных весах 0,235 г материала ГСО 11886-2022 и перенести ее в мерную колбу объемом 1000 см³, промытую дистиллированной водой, пропущенной через лабораторную систему водоподготовки Sartorius arium mini. Добавить приблизительно 100 см³ дистиллированной воды, пропущенной через лабораторную систему водоподготовки Sartorius arium mini и тщательно растворить навеску ГСО 11886-2022. Добавить дистиллированную воду, пропущенную через лабораторную систему водоподготовки Sartorius arium mini до отметки 1000 см³ и закрыть герметично колбу.

Приготовленный раствор можно хранить герметично закрытым в темном прохладном месте в течение 1 месяца, срок годности – 1 месяц.

Контрольные растворы с расчетной массовой концентрацией общего органического углерода 0,625 мг/дм³, 1,0 мг/дм³ и 1,45 мг/дм³ готовить путем смешивания необходимого объема основного раствора и дистиллированной воды, пропущенной через лабораторную систему водоподготовки Sartorius arium mini. Колбы с приготовленными основным и контрольными растворами маркировать.

Расчет объема основного раствора V_0 , необходимого для приготовления 500 см³ контрольного раствора, с требуемым расчетным значением массовой концентрации общего органического углерода производить по формуле:

$$V_0 = 500 \cdot \frac{C_{кр}}{C_0}, \quad (A.1)$$

где C_0 – значение массовой концентрации общего органического углерода в основном растворе, мг/дм³;

V_0 – объем основного раствора, необходимый для приготовления контрольного раствора с массовой концентрацией $C_{кр}$, см³;

$C_{кр}$ – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в контрольном растворе, мг/дм³.

2.2 Контрольные растворы с расчетной массовой концентрацией общего органического углерода 0,125 мг/дм³, 0,3 мг/дм³ и 0,45 мг/дм³ готовить путем кратного разбавления контрольного раствора с расчетной массовой концентрацией общего органического углерода 1,0 мг/дм³.

2.3 Контрольные растворы с расчетной массовой концентрацией общего органического углерода 0,05 мг/дм³, 0,07 мг/дм³ и 0,09 мг/дм³ готовить путем кратного разбавления контрольного раствора с расчетной массовой концентрацией общего органического углерода 0,625 мг/дм³.

3. Расчет погрешности приготовления контрольных растворов

3.1. Расчет погрешности приготовления основного раствора со значением общего органического углерода 100 мг/дм³, выполнять по формуле:

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2} \quad (\text{A.2})$$

где C_1 - расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм³;

$\Delta\mu$ - допускаемая абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли сахарозы в материале стандартного образца, %;

μ - аттестованное значение массовой доли сахарозы в материале стандартного образца, %;

Δm - абсолютная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески материала стандартного образца сахарозы, г;

ΔV - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V - вместимость мерной колбы, см³.

Абсолютная погрешность приготовления основного раствора с концентрацией 100 мг/дм³ составляет $\pm 2,3$ мг/дм³.

3.2. Расчет погрешностей приготовления контрольных растворов с необходимыми значениями массовой концентрации общего органического углерода выполнять по формуле:

$$\Delta_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_k}{C_k}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V2}}{V_2}\right)^2} \quad (\text{A.3})$$

где C_i - расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода i -го контрольного раствора, мг/дм³;

Δ_k - значение абсолютной погрешности приготовления основного раствора общего органического углерода C_k (здесь C_k - 100 мг/дм³), мг/дм³;

C_k - расчетное значение общего органического углерода основного раствора (здесь C_k - 100 мг/дм³), мг/дм³;

Δ_{V1} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см³;

V_1 - вместимость мерной колбы, см³;

Δ_{V2} - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого цилиндром (пипеткой), от номинального значения, см³;

V_2 - номинальный объем раствора, отбираемого цилиндром (пипеткой), см³.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер	
Изготовитель	
Год выпуска (если имеется информация)	
Заказчик (наименование и адрес)	
Серия и номер знака предыдущей поверки (если такие имеются)	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки:

Наименование и регистрационный номер эталона, тип СИ, заводской номер, номер паспорта на СО	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающей среды, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		
Температура жидкости при термостатировании, °С		

Результаты поверки:

Внешний осмотр _____

Опробование _____

Результаты идентификации ПО _____

Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Наименование измерительного канала	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

Дополнительная информация (состояние объекта поверки, сведения о ремонте, юстировке) _____

На основании результатов поверки внесена запись в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений № _____

выдано:

Свидетельство о поверке № _____ от _____

Извещение о непригодности № _____ от _____

Поверитель _____ от _____

ФИО

Подпись

Дата