

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им.Д.И.Менделеева»
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. Соби́на

2024 г.

«ГСИ. Анализаторы общего органического углерода
PL-ТОС-200.
Методика поверки»

МП 71-251-2024

г. Екатеринбург
2024 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** вед. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» О.А. Чунихина.
3. **СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

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

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего органического углерода PL-TOC-200 (далее – анализаторы), выпускаемые «Shanghai Metash Instruments Co., Ltd.», Китай. Анализаторы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка анализаторов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализаторов обеспечивается к ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 с изменением, утвержденным приказом Росстандарта от 17.05.2021 № 761 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел обнаружения, мг/дм ³	0,05
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика)*, %	3,0
*при концентрации, превышающей более чем в 10 раз предел обнаружения	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

- Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

- Приказ Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 с изменением, утвержденным приказом Росстандарта от 17.05.2021 № 761 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. 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 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. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика)	да	да	11.1
Определение предела обнаружения	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается, анализатор бракуется.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °C от + 15 до + 25
- 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 РЭ на анализаторы и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °C до плюс 40 °C с абсолютной погрешностью не более ± 1 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег.№ 22129-09)
п.11 Определение метрологических	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
характеристик средства измерений	Стандартный образец состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия), интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли калия фталевокислого кислого от 99,950 % до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,030$ %	ГСО 2216-81
	Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, КТ I специальный, наименьший предел взвешивания 0,001 г	Весы лабораторные XP Analytical XP205 (рег.№ 44573-10)
	Градуйрованные пипетки не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91	Градуйрованные пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91
	Колбы мерные колбы не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74	Колбы мерные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть утвержденного типа и поверены.

6.3 При выборе средств поверки в части стандартных образцов (далее – СО) рекомендуется отдавать приоритет СО с установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 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;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки анализатор готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализатора.

9.3 Стандартный образец готовят к поверке в соответствии с паспортом.

9.4 При включении анализатора должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.5 Готовят контрольный раствор в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Информацию об идентификационном наименовании программного обеспечения (далее - ПО) определяют при запуске ПО. Номер версии ПО определяют в меню «Help»→«About». Идентификационное наименование ПО и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TOC-RD
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.X.X.X*
Цифровой идентификатор ПО	-

* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значение от 0 до 999

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика)

11.1.1 На вход анализатора подают контрольный раствор, приготовленный в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки и проводят измерение выходного сигнала (площади пика) (Integral value) в режиме ТОС (общий органический углерод) не менее 10 раз.

11.2 Определение предела обнаружения

11.2.1 На вход анализатора подают свежеприготовленную воду для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005, очищенную от углекислого газа (CO₂) (далее – вода) и проводят измерение выходного сигнала (площади пика) (Integral value) анализатора в режиме ТОС (общий органический углерод) не менее 10 раз.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным по п. 11.1.1, рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика), S_r , %, по формуле

$$S_r = \frac{100}{\bar{I}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n - 1}}, \quad (1)$$

где I_i – i -ый результат измерений выходного сигнала (площади пика) анализатора для контрольного раствора, усл. ед.;

n – число измерений;

$\bar{I}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика) анализатора для контрольного раствора, усл. ед., которое рассчитывается по формуле

$$\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}. \quad (2)$$

12.2 Полученное значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) по формуле (1) не должно превышать значения, указанного в таблице 1.

12.3 Используя результаты, полученные в п. 11.1.1 и п. 11.2.1, рассчитывают предел обнаружения, $ПО_C$, мг/дм³, по формуле

$$ПО_C = \frac{3 \cdot S_0 \cdot C_{кр}}{\bar{I}}, \quad (3)$$

где $C_{кр}$ – массовая концентрация углерода в контрольном растворе, приготовленном в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки, мг/дм³;

$\bar{I}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика) анализатора для контрольного раствора, усл. ед., рассчитанное по формуле (2);

S_0 – среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала (площади пика) для воды, усл. ед., которое рассчитывается по формуле

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_{0i} - \bar{I}_0)^2}{n - 1}}, \quad (4)$$

где I_{0i} – i -ый результат измерений выходного сигнала (площади пика) для воды, усл. ед.;

$\bar{I}_0$ – среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала (площади пика) для воды, усл. ед., которое рассчитывается по формуле

$$\bar{I}_0 = \frac{\sum_{i=1}^n I_{0i}}{n}. \quad (5)$$

12.4 Полученное значение предела обнаружения по формуле (3) не должно превышать значения, указанного в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено. Пломбирование анализаторов не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Вед. инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

 О.А. Чунихина

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольного раствора

Для приготовления контрольного раствора используют ГСО 2216-81 (далее – ГСО), мерные колбы вместимостью 100 см³, градуированные пипетки вместимостью 5 см³ и 10 см³, весы лабораторные; воду для лабораторного анализа (далее – вода) по п. 6 таблицы 3 настоящей методики поверки.

А.1 Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 1000 мг/дм³

А.1.1 Мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают на весы лабораторные, обнуляют показания весов. В колбу вносят (0,212±0,0010) г ГСО, фиксируют массу навески. Доводят уровень раствора до риски водой, тщательно перемешивают раствор. Рассчитывают значение массовой концентрации углерода в исходном растворе $C_{исх}$, мг/дм³, по формуле

$$C_{исх} = \frac{8 \cdot m_{фт} \cdot M_C \cdot A}{V_k \cdot M_{фт}} \cdot 10000, \quad (A.1)$$

где $m_{фт}$ – масса навески ГСО, г;
 M_C – молярная масса углерода, 12,0107 г/моль;
 A – аттестованное значение массовой доли бифталата калия в ГСО, %;
 V_k – объем мерной колбы, см³;
 $M_{фт}$ – молярная масса бифталата калия, 204,2151 г/моль.

А.2 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 100 мг/дм³

А.2.1 Для приготовления промежуточного раствора 100 мг/дм³ при помощи градуированной пипетки 10 см³ отбирают 10 см³ исходного раствора $C_{исх}$ (1000 мг/дм³) (по п. А.1.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до риски водой, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации углерода в промежуточном растворе C_1 , мг/дм³ рассчитывают по формуле

$$C_1 = C_{исх} \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (A.2)$$

где $C_{исх}$ – массовая концентрация углерода в исходном растворе (по п. А.1.1), мг/дм³;
 V_0 – объем исходного раствора, приготовленного по п. А.1.1, см³;
 V_k – объем колбы, см³.

А.3 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 5 мг/дм³

А.3.1 Для приготовления промежуточного раствора 5 мг/дм³ при помощи градуированной пипетки 5 см³ отбирают 5 см³ раствора C_1 (100 мг/дм³) (по п. А.2.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до риски водой, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации углерода в промежуточном растворе C_2 , мг/дм³ рассчитывают по формуле

$$C_2 = C_1 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (A.3)$$

где C_1 – массовая концентрация углерода в промежуточном растворе (по п. А.2.1), мг/дм³;
 V_0 – объем промежуточного раствора, приготовленного по п. А.2.1, см³;
 V_k – объем колбы, см³.

А.4 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 0,5 мг/дм³

А.4.1 Для приготовления контрольного раствора 0,5 мг/дм³ при помощи градуированной пипетки 10 см³ отбирают 10 см³ раствора C_2 (5 мг/дм³) (по п. А.3.1) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до риски водой, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации углерода в контрольном растворе $C_{кр}$, мг/дм³ рассчитывают по формуле

$$C_{кр} = C_2 \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (A.4)$$

где C_2 – массовая концентрация углерода в промежуточном растворе (по п. А.3.1), мг/дм³;
 V_0 – объем промежуточного раствора, приготовленного по п. А.3.1, см³;
 V_k – объем колбы, см³.

Примечание – Допускается приготовление контрольного раствора путем последовательного объемного разбавления исходного раствора (по п. А.1) водой по ГОСТ Р 52501-2005, используя иной шаг разбавления.