

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора
по производству
ФГУП «ВНИИОФИ»



Р.А. Родин

«22» июня 2018 г

ГСИ. Осмометры Varco 5600
Методика поверки
№ МП 013.Д4-18

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»

С.Н. Negroda

Москва
2018 г

Введение

Настоящая методика поверки распространяется на осмометры Varpro 5600 (далее – осмометры), производства компании «ELITechGroup Inc.», США, предназначенные для измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ в водных растворах, и устанавливает порядок, методы и средства проведения их первичной и периодических поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции и средства поверки

1.1 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

1.2 При проведении поверки должны быть выполнены операции, перечисленные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта документа по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование осмометра. Проверка программного обеспечения	6.2	да	да
Определение (контроль) метрологических характеристик	6.3	да	да
Проверка диапазона измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ	6.3.1	да	да
Расчет погрешностей измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ	6.3.2	да	да

1.3 При получении отрицательных результатов, при проведении той или иной операции, поверка прекращается.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки осмометра

Номер пункта методики поверки	Наименование средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству; основные технические характеристики
6.3.1- 6.3.2	1 СО состава натрия хлористого 1-го разряда ГСО 4391-88; границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при P=0,95) $\pm 0,030$ %; 2 дозатор механический ВЮНИТ, ГРСИ № 15896-02; диапазон объемов дозирования от 2 до 20 мкл, предел допускаемого относительного СКО фактического объема дозы (при P=0,95; температуре (22 \pm 2) °С) от 6,0 до 3,0 % соответственно.

2.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке.

2.3 Допускается применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

3 Требования к квалификации поверителей и требования безопасности

3.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки в области лабораторной медицины;
- изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на осмометры;
- соблюдающие требования, установленные правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, согласно приказу Министерства труда и социальной защиты № 328Н от 24.07.13г.

3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации осмометра.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

Перед началом работы осмометр необходимо выдержать при данных условиях не менее часа.

4.2 При проведении поверки осмометр необходимо предохранять от следующих воздействий:

- перепадов температуры; потоков воздуха от вентиляционных отверстий или кондиционера/нагревателя; интенсивного движения людей;
- помех от работы оборудования; радиочастотных помех от мобильных телефонов;
- прямых солнечных лучей.

5 Подготовка к поверке

5.1 Подготовить к работе:

- СО состава натрия хлористого 1-го разряда ГСО 4391-88 в соответствии с паспортом на образец и Приложением Б к настоящей методике поверки (необходимые концентрации смесей 50, 200, 1000, 2000 ммоль/кг);
- дозатор механический в соответствии с руководством по эксплуатации.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие осмометра следующим требованиям:

- отсутствие механических повреждений корпуса осмометра и элементов управления;
- наличие маркировки на осмометре с ясным указанием типа и серийного номера осмометра.

6.1.2 Осмометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- на корпусе осмометра отсутствуют механические повреждения;
- маркировка осмометра содержит сведения о производителе, типе и серийном номере осмометра.

6.2 Опробование осмометра. Проверка программного обеспечения

6.2.1 Включить питание кнопкой на задней панели осмометра ON (I) – загорится индикатор питания POWER зеленого цвета, и прибор проведет самоконтроль.

6.2.2 Осмометр считают прошедшим операцию поверки, если на дисплее осмометра отображено главное меню с версией программного обеспечения, указанной в таблице 3.

Таблица 3 – Сведения ПО осмометров

Идентификационные данные (признаки)	Значение
1	2
Идентификационное наименование ПО	VAPRO OSMOMETER Model 5600
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже SW0157.01-08A
Цифровой идентификатор ПО	Данные являются собственностью производителя и являются защищёнными для доступа дилера и пользователей

6.3 Определение (контроль) метрологических характеристик

6.3.1 Проверка диапазона измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ

6.3.1.1 Проверку диапазона измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ совмещают с операцией определения погрешностей измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ.

6.3.1.2 Осмометр считают прошедшим операцию поверки, если диапазон измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ составляет от 50 до 2000 ммоль/кг.

6.3.2 Расчёт погрешностей измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ

6.3.2.1 Выйти на рабочий режим осмометра пользуясь клавишами «SELECT – выбрать» и «ENTER – ввести»: «Main Menu – главное меню» → «Mode Menu – меню режимов» → «Auto-Repeat Mode – режим автоповтора*».

* в данном режиме осмометр выполняет 10 (десять) последовательных измерений на одной пробе.

6.3.2.2 Провести измерения моляльной концентрации осмотически активных веществ каждого приготовленного раствора натрия хлористого в соответствии с руководством по эксплуатации осмометра.

Внимание:

- для измерения пробу объёмом 10 мкл необходимо нанести дозатором механическим на специальный одноразовый бумажный диск, предварительно размещённый в держателе пробы осмометра;

- после измерений десяти проб дать осмометру постоять в течение семи минут.

6.3.2.3 По результатам измерений рассчитать среднее арифметическое значение измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ, D_{cp} , ммоль/кг, для каждой смеси по формуле

$$D_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{n=10} D_i}{10}, \quad (1)$$

где D_i – измеренное значение моляльной концентрации осмотически активных веществ, ммоль/кг.

6.3.2.4 Рассчитать абсолютную погрешность измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ, S_i , ммоль/кг, для смесей с концентрацией 50 и 200 ммоль/кг по формуле

$$S_i = \left(\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=10} (D_i - D_{cp})^2}{9}} \right) + \Delta A, \quad (2)$$

где ΔA - абсолютная погрешность, ммоль/кг, раствора натрия хлористого, рассчитанная в соответствии с Приложением Б к настоящей методике поверки.

6.3.2.5 Рассчитать относительную погрешность измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ, S_{i0} , %, для смесей с концентрацией 1000 и 2000 ммоль/кг по формуле

$$S_{i0} = \left(\frac{S_i}{D_{cp}} \cdot 100 \right) + \delta, \quad (3)$$

где δ - относительная погрешность, %, раствора натрия хлористого, рассчитанная в соответствии с Приложением Б к настоящей методике поверки.

6.3.2.6 Осмометр считают прошедшим операцию поверки, если:

- абсолютная погрешность измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ не превышает 5 ммоль/кг в диапазоне измерений от 50 до 200 ммоль/кг включ.;
- относительная погрешность измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ не превышает 2 % в диапазоне измерений св. 200 до 2000 ммоль/кг.

7 Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки заносятся в протокол поверки, который хранится в организации, проводившей поверку (см. Приложение А к настоящей методике поверки).

7.2 Если осмометр прошел поверку с положительным результатом, он признаётся годным и допускается к применению.

7.2.1 Результаты поверки оформляются свидетельством о поверке; наносится знак поверки в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

7.2.2 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке осмометра.

7.3 Если осмометр прошел поверку с отрицательным результатом, он признаётся непригодным, не допускается к применению; на него выдаётся извещение о непригодности в соответствии с требованиями Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Начальник отдела Д-4
(должность)


(подпись)

А.В. Иванов
(расшифровка подписи)

Начальник сектора
МО СИМН отдела Д-4
(должность)


(подпись)

Н.Ю. Грязских
(расшифровка подписи)

Ведущий инженер отдела Д-4
(должность)


(подпись)

И.Н. Швалёва
(расшифровка подписи)

**Протокол
Первичной/ периодической поверки**

от « _____ » _____ 20__ года

Средство измерений: осмометр Varpro 5600

Заводской №: _____

Принадлежащая: _____

Поверено в соответствии с: документом «ГСИ. Осмометры Varpro 5600. _____

Методика поверки № МП 013.Д4-18»

С применением эталона _____

При следующих значениях влияющих факторов:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- относительная влажность воздуха, % _____

Результаты поверки:

1 Внешний осмотр: соответствует п. 6.1 методики поверки.

2 Опробование: соответствует п. 6.2 методики поверки.

3 Определение метрологических характеристик:

3.1 Проверка диапазона измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ: соответствует п. 6.3.1 методики поверки.

3.2 Результаты определения погрешностей измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ указаны в таблице А.1.

Таблица А.1 – результаты поверки

Моляльная концентрации осмотически активных веществ	50 ммоль/кг	200 ммоль/кг	1000 ммоль/кг	2000 ммоль/кг
D_{cp}				
S_i			-	-
S_{i0}	-	-		

Требования ТД:

- абсолютная погрешность измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ не более 5 ммоль/кг в диапазоне измерений от 50 до 200 ммоль/кг включ.;

- относительная погрешность измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ не более 2 % в диапазоне измерений св. 200 до 2000 ммоль/кг.

Рекомендации: осмометр Varpro 5600 заводской № _____ признать пригодным для применения.

Поверитель _____ (Ф.И.О)

Методика приготовления растворов натрия хлористого

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов натрия хлористого, предназначенных для проведения поверки осмометров Varpro 5600.

Значения молярной концентрации осмотически активных веществ в растворах: 50, 200, 1000, 2000 ммоль/кг.

Б.2 Нормы и погрешности

Б.2.1 Характеристики погрешности растворов натрия хлористого оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления растворов натрия хлористого.

Б.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение растворов натрия хлористого с погрешностью значений натрия хлористого, не превышающих при доверительной вероятности $P=0,95$ доверительных интервалов абсолютной погрешности ($\pm\Delta A$) при соблюдении всех регламентированных условий.

Б.3 Средства измерений, приборы и реактивы

Процедура приготовления растворов натрия хлористого проведена с использованием следующих средств измерений, приборов и реактивов:

- весы лабораторные, класс точности специальный (I) по ГОСТ Р 53228-2008;
- колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74;
- стандартный образец (далее – СО) состава натрия хлористого 1-го разряда (ГСО 4391-88).
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

Используемые для приготовления растворов натрия хлористого средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

Б.4 Требования безопасности

Б.4.1 При подготовке СО к применению требования безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.1.005-88, ГОСТ 12.1.007-76.

Б.4.2 Необходимо соблюдать требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

Б.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению растворов натрия хлористого и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

Б.6 Условия приготовления растворов натрия хлористого

Б.6.1 Приготовление растворов натрия хлористого проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 96 до 104 кПа;
- относительная влажность воздуха (60 ± 15) %.

Б.6.2 Приготовленные растворы натрия хлористого следует хранить в колбах с хорошо притертыми пробками при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха (20 ± 10) °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- отсутствие контакта с агрессивными средами.

Б.6.3 Растворы натрия хлористого устойчивы в течение 1 месяца.

Б.7 Приготовление растворов натрия хлористого

На лабораторных весах взвесить 0,079; 0,316; 1,576; 3,151 г натрия хлористого. Навеску натрия хлористого перенести в колбы вместимостью 50 дм³, долить на 1/3 дистил-

лированной водой. Содержимое колб перемешать. Довести до отметки дистиллированной водой. Полученные растворы имеют значения массовой доли С, г/кг, натрия хлора: 1,576; 6,304; 31,511; 63,022 г/кг.

Рассчитать значение моляльной концентрации $P_{осм}$, ммоль/кг, по формуле Вант-Гоффа

$$P_{осм} = k \cdot \frac{C}{\mu} \cdot \phi, \quad (Б.1)$$

где μ - молярная масса молекулы NaCl; $\mu = 58,5$ г/моль;

k - коэффициент диссоциации молекулы NaCl; $k = 2$;

ϕ - осмотический коэффициент (справочная информация); $\phi = 0,93$.

Примечание: Расчетные значения моляльной концентрации в растворах не должны превышать 50, 200, 1000, 2000 ммоль/кг с отклонением $\pm 0,5$ ммоль/кг.

Б.8 Оценка метрологических характеристик растворов натрия хлористого

Б.8.1 Пределы абсолютной погрешности, ΔA , ммоль/кг, приготовления растворов натрия хлористого рассчитать по формуле

$$\Delta A = \frac{(\delta \cdot X)}{100}, \quad (Б.2)$$

где δ - относительная погрешность, %, приготовления растворов, рассчитываемая по формуле (Б.3);

X - концентрация натрия хлора, г/кг, приготовленных растворов.

Б.8.2 Относительную погрешность, %, приготовления растворов натрия хлористого рассчитать по формуле

$$\delta = \sqrt{\delta_в^2 + \delta_1^2}, \quad (Б.3)$$

$$\delta_1 = \left(\frac{\Delta V_к}{V_к} \right) \cdot 100, \quad (Б.4)$$

где $\delta_в$ - относительная погрешность, %, весов лабораторных, указанная в свидетельстве о поверке весов;

$\Delta V_к$ - погрешность измерений объема мерной колбы, %, в соответствии с требованиями ГОСТ 1770-74;

$V_к$ - объем мерной колбы, мм³.

Б.9 Оформление результатов

Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов натрия хлористого записать в таблицу Б.1.

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики растворов натрия хлористого

№ смеси	Массовая доля раствора, г/кг	Моляльная концентрация осмотически активных веществ, ммоль/кг	Абсолютная погрешность растворов натрия хлористого, ΔA , ммоль/кг	Относительная погрешность растворов натрия хлористого, δ , %
1				
2				
3				
4				