

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



**СОГЛАСОВАНО**

И.о. генерального директора  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»  
А.Н. Пронин  
м.п. «13» августа 2021 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Анализаторы общего органического углерода 450ТОС**


**Методика поверки**

МП 2450-0010-2021

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

 М. В. Беднова

Инженер 1 кат. научно-исследовательской  
лаборатории госэталонов в области  
физико – химических свойств жидкостей

 Н.Б. Мкртычян

г. Санкт-Петербург  
2021 г.

## Содержание

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

## 1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего органического углерода 450ТОС (далее – анализаторы), предназначенные для измерений массовой концентрации общего органического углерода (далее-ОУУ) в воде, удельной электрической проводимости (далее – УЭП) и температуры воды. При поверке анализаторов должна быть обеспечена прослеживаемость к следующим государственным первичным эталонам:

ГЭТ 132-2018 Государственный первичный эталон единицы удельной электрической проводимости жидкостей;

ГЭТ 34-2020 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3000 °С;

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

Реализация методики поверки производится следующими методами:

при поверке измерительного канала общего органического углерода – путем прямого изменения величины, воспроизводимой контрольными растворами, приготовленными из стандартного образца;

при поверке измерительных каналов температуры и УЭП – непосредственным сличением поверяемого анализатора с рабочим эталоном единицы температуры и рабочим эталоном единицы УЭП.

Допускается в соответствии с заявлением владельца СИ проведение поверки отдельных измерительных каналов анализатора, установленных в описании типа СИ.

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 анализатора

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 7	Да	Да
2. Подготовка к поверке и опробование	п. 8	Да	Да
3. Проверка программного обеспечения	п. 9	Да	Да
4. Определение метрологических характеристик	п. 10		
4.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры	п. 10.1	Да	Да
4.2 Определение приведенной погрешности измерений УЭП	п. 10.2	Да	Да
4.3 Определение приведенной и относительной погрешности измерений массовой концентрации ОУУ	п. 10.3	Да	Да

При проведении поверки в полном объеме если по одному из пунктов поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается. При проведении поверки отдельных измерительных каналов анализатора дальнейшая проверка прекращается, если получен отрицательный результат по пп. 1-3 Таблицы 1.

### 3. Требования к условиям поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С:	от 15 до 32;
относительная влажность воздуха, не более, %:	от 5 до 80;
атмосферное давление, кПа:	от 86 до 107.

Вибрация, тряска, удары, влияющие на работу прибора, не допускаются.

### 4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Специалисты, осуществляющие поверку анализаторов должны иметь документ о базовом образовании, либо документов о дополнительном образовании (повышении квалификации), подтверждающих право выполнять работы по поверке в соответствующей области измерений. Полномочия проводить поверку, подтверждаются соответствующей записью в документации службы качества аккредитованного лица, осуществляющего поверку.

К работе с СИ используемыми при поверке, допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе с электро- и радиоизмерительными приборами.

### 5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

Таблица 2 Перечень средств поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, метрологические и основные технические характеристики средства поверки
Основные средства поверки	
10.1	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, диапазон измерений температуры от $-50^{\circ}\text{C}$ до $199,99^{\circ}\text{C}$ , предел допускаемой абсолютной погрешности измерений $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$
10.2	Кондуктометр лабораторный автоматизированный «КЛ-4 Импульс», диапазон измерений УЭП от $10^{-4}$ до $150 \text{ См/м}$ , пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,25 \%$
10.2, 10.3	Весы электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ504, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений в диапазоне: от 0,01 до 50 г включ. $\pm 0,5 \text{ мг}$ ; св. 50 до 200 г включ. $\pm 1 \text{ мг}$ ; св. 200 до 520 г включ. $\pm 1,5 \text{ мг}$
10.3	ГСО 2216-81 Калий фталевокислый кислый (бифталат калия), Интервал допускаемых аттестованных значений от 99,950 до 100,000 %; допускаемая абсолютная расширенная неопределенность аттестованного значения (при $k=2$ ) 0,030 %; Границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при $P=0,95$ ) не превышает $\pm 0,030 \%$
Вспомогательные средства поверки	
10	Термостат жидкостной, нестабильность поддержания температуры в течение 30 минут $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ в диапазоне температур от 20 до $70^{\circ}\text{C}$
10	Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
10	Калий хлористый химически чистый
10	Установка для очистки воды ELGA PF4XXXXM1, массовая концентрация общего органического углерода на выходе, не более $5 \text{ мкг/дм}^3$
10	Термогигрометр ИВА-6, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры в диапазоне от 0 до $+60^{\circ}\text{C}$ $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$ , пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности в диапазоне от 0 до 98 % $\pm 2 \%$ ; в диапазоне св. 90 до 98 % $\pm 3 \%$ . Пределы абсолютной погрешности измерений атмосферного давления в диапазоне от 700 до 1100 гПа $\pm 2,5 \text{ гПа}$ .

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 и иметь действующие свидетельства о поверке и/или запись 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. Стандартные образцы указанные в таблице 2, должны иметь паспорт установленного образца. Запрещается использовать СО с истекшим сроком годности.

## **6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки**

6.1 Перед включением СИ, применяемых при поверке должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть. Также необходимо проверить, заземлены ли они в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

6.2 При проведении поверки соблюдают 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 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.

6.3 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.

## **7. Внешний осмотр анализатора**

При проведении внешнего осмотра анализатора проверяется соответствие следующим требованиям:

- соответствие комплектности и внешнего вида анализатора приведенным в описании типа;
- наличия знака утверждения типа на корпусе анализатора;
- отсутствие дефектов, способных оказать влияние на безопасность проведение поверки и (или) на результат поверки анализаторов;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закрепленных элементов схемы анализатора (определяется на слух, при наклонах поверяемого анализатора);
- исправность органов управления и настройки анализаторов;
- устранение выявленных дефектов, до начала поверки анализаторов.

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

## **8. Подготовка к поверке и опробование анализатора**

8.1. Выдержать перед включением поверяемый анализатор в помещении при температуре  $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$  и относительной влажности в диапазоне от 30 до 80 %. В случае, если поверяемый анализатор находился при температуре ниже  $0^\circ\text{C}$ , время выдержки должно быть не менее 24 ч.

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

8.3 На поверку предоставляется предварительно настроенный и откалиброванный анализатор в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.4 Подготовить воду для приготовления контрольных растворов путем очистки дистиллированной воды с помощью установки для очистки воды ELGA PF4XXXXM1.

8.5 Приготовить контрольные растворы удельной электрической проводимости и массовой концентрации общего органического углерода в соответствии с Приложениями А и Б настоящей методики поверки соответственно.

8.6 При опробовании проверяется функционирование составных частей анализатора согласно технической документации фирмы-изготовителя.

## 9. Проверка программного обеспечения.

При проведении поверки анализатора выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии программного обеспечения анализаторов общего органического углерода 450ТОС доступен в меню «Menu/Info→Model/Software Revision». В нем отображается номер версии программного обеспечения анализатора.

Анализатор считается прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии, указанной в описании типа, или имеет номер выше версии, указанной в описании типа.

## 10. Определение метрологических характеристик анализатора

### 10.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры.

Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить путем сравнения значений температуры, полученных на анализаторе со значением температуры, измеренным лабораторным электронным термометром ЛТ-300 (далее – эталонным термометром).

Поместить эталонный термометр и анализатор (по возможности ближе к месту установки термометра) в термостат, установить последовательно температуру: 10 °С, 25 °С и 38 °С, выдержать в рабочем объеме при установившейся температуре не менее пяти минут. В каждой точке проводить по три измерения с интервалом в 1 минуту.

### 10.2 Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерений УЭП.

Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерений УЭП проводить путем сравнения значений УЭП контрольных растворов хлористого калия, измеренных анализатором со значениями, полученными на кондуктометре лабораторном автоматизированном. Измерения проводятся в термостате с уставленной температурой 25 °С, при выдержке рабочего объема раствора в течение 30 минут. Контрольные растворы готовят в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

Контрольные растворы готовятся с номинальным значением УЭП: 5 мкСм/см, 50 мкСм/см, 90 мкСм/см.

В каждой точке проводить не менее трех измерений.

### 10.3 Определение приведенной (к диапазону) погрешности измерений массовой концентрации ООУ.

Определение приведённой (к диапазону) погрешности измерений массовой концентрации ООУ проводить путем сравнения расчетных значений массовой концентрации углерода в контрольных растворах со значениями, полученными на анализаторе. Процедура приготовления растворов представлена в приложении Б настоящей методики поверки.

Для учета встречной примеси общего органического углерода в «нулевом» растворе, предварительно на анализаторе проводится регистрация показаний испытываемого анализатора при подаче «нулевого» раствора и рассчитывается среднеарифметическое значение показаний анализатора по формуле.

$$\bar{X}_0 = \frac{\sum_i^n X_{0i}}{n} \quad (1)$$

где  $X_{0i}$  – показания анализатора при подаче «нулевого» раствора, мкг/дм<sup>3</sup>;  
 $n$  – число измерений.

## 11. Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала температуры:

Рассчитать значение результатов измерений температуры анализатором и эталонным термометром в каждой точке для значений установленной температуры в термостате : 10°C, 25°C и 38°C.

Абсолютную погрешность измерений температуры рассчитать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт.}}, \quad (2)$$

где  $t_{\text{изм}}$  – значение температуры, измеренной анализатором, °C;  
 $t_{\text{эт.}}$  – температура, измеренная эталонным термометром, °C.

11.2 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала УЭП.

Рассчитать значение результатов измерений УЭП, полученные при измерении поверяемым анализатором и лабораторным кондуктометром для каждого раствора с номинальными значениями УЭП 5 мкСм/см, 50 мкСм/см, 90 мкСм/см.

Приведенную (к диапазону) погрешность измерений УЭП рассчитать для каждого значения УЭП, полученного при измерении анализатором каждого раствора по формуле:

$$\delta_c = \frac{\chi_{\text{изм}} - \chi_0}{X_{\text{в}} - X_{\text{н}}} \cdot 100\% \quad (3),$$

где  $\chi_{\text{изм}}$  – значение УЭП, измеренное анализатором, мкСм/см;  
 $\chi_0$  – значение УЭП, измеренное лабораторным кондуктометром, мкСм/см,  
 $X_{\text{в}}, X_{\text{н}}$  – значения верхнего и нижнего предела диапазона измерений УЭП.

11.3 Обработка результатов измерений, полученных при поверке измерительного канала ООУ.

Приведенную (к диапазону) погрешность измерений массовой концентрации общего органического углерода рассчитывают для каждого измеренного значения по формуле:

$$\gamma = \frac{(X_c - \bar{X}_0) - X_{pi}}{X_{\text{в}} - X_{\text{н}}} \cdot 100 \quad (4)$$

где  $X_c$  – показания анализатора при измерении массовой концентрации общего органического углерода в контрольном растворе, мкг/дм<sup>3</sup>,

$X_{pi}$  – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в  $i$ -м контрольном растворе, мкг/дм<sup>3</sup>,

$X_{\text{в}}, X_{\text{н}}$  – значения верхнего и нижнего предела диапазона измерений массовой концентрации ООУ анализатора соответственно, мкг/дм<sup>3</sup>.

11.4 Подтверждение соответствия анализатора метрологическим требованиям, установленным при утверждении типа.

Соответствие поверяемого анализатора метрологическим требованиям, установленным в описании типа, устанавливается при выполнении всех (при поверке в полном объеме) или одного и более (при поверке не в полном объеме) условий :

- значение абсолютной погрешности измерений температуры не превышает ±0,3 °C;
- значение приведенной (к диапазону) погрешности измерений УЭП не превышает ±2,0 %;
- значение приведенной (к диапазону) погрешности измерений массовой концентрации ООУ в диапазоне измерений от 0,5 до 50 мкг/дм<sup>3</sup> включ. не превышает ±10 %, в диапазоне измерений св. 50 до 1000 мкг/дм<sup>3</sup> не превышает ±5 %.

## **12 Оформление результатов поверки**

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

12.2. Результаты поверки оформляют путем внесения соответствующей записи в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и, при наличии соответствующего запроса заказчика, в виде свидетельства о поверке установленной формы (при положительном результате поверке) или извещения о непригодности установленной формы (при отрицательном результате поверки).

12.3. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).



**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ  
УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОВОДИМОСТИ**

**Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.**

- калий хлористый х.ч., ГОСТ 4234-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-79;
- весы электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ504 (рег. № 60902-15);
- посуда мерная 2 класса точности ГОСТ 1770-74

**Контрольные растворы хлористого калия**

Контрольные растворы с требуемой массовой концентрацией готовят с помощью хлористого калия, предварительно высушенного до постоянного веса.

Для приготовления растворов расчетную навеску соли (согласно таблице А.1) взвешивают в стакане и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды. Без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> на 75 % объема заполненную дистиллированной водой, перемешивают, затем помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при температуре 25,0 °С, после чего раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой с температурой 25,0 °С. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Таблица А.1

Номер раствора	Масса навески хлористого калия, г	Молярная концентрация хлористого калия, моль/л	УЭП контрольного раствора, мкСм/см
1.	0,00199	0,000027	5
2.	0,025	0,00033	50
3.	0,0455	0,00061	90

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ  
ОБЩЕГО УГЛЕРОДА

1. Оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74
- Цилиндр мерный 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74
- Весы электронные лабораторные неавтоматического действия ХРЕ504, (рег. № 60903-15);
- Воронка ВФ-1-40-ПОР10-ТСХ ГОСТ 25336-82
- Мешалка ММ-5 ТУ25-11-834-80
- Калий фталевокислый кислый (бифталат калия), ГСО 2216-81
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
- Установка для очистки воды ELGA PF4XXXXM1, массовая концентрация общего углерода на выходе не более 5 мкг/дм<sup>3</sup>

1. Приготовление растворов массовой концентрацией общего органического углерода

Для приготовления основного раствора с массовой концентрацией углерода 1000 мкг/дм<sup>3</sup> взвесить навеску 2,12 мг предварительно высушенного (в течение 3 ч. при 105 °С) ГСО 2216-81 калия фталевокислого и перенести ее в мерную колбу объемом 2000 см<sup>3</sup>. Добавить приблизительно 1500 см<sup>3</sup> чистой воды, пропущенную через систему очистки воды. Установить колбу на магнитную мешалку, и перемешивать содержимое до полного растворения навески. После полного растворения навески наполнить колбу чистой водой (до отметки).

Расчет объема основного раствора и объема дистиллированной воды, необходимых для получения раствора с требуемой концентрацией общего углерода производится по формуле 1

$$C_1 = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k} \quad 1)$$

где  $C_0$  – расчетное значение массовой доли общего углерода в основном растворе, мкг/дм<sup>3</sup>

$V_0$  – объем основного раствора, использованный для приготовления раствора, см<sup>3</sup>

$V_k$  – общий объем приготовленного раствора, см<sup>3</sup>

3.2 При помощи мерного цилиндра переносят необходимый объем основного раствора в мерную колбу с притертой пробкой, доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица А.1.

Номер раствора	Объем основного раствора, использованный для приготовления, $V_0$ , см <sup>3</sup>	Общий объем приготовленного раствора, $V_k$ , см <sup>3</sup>	Значение массовой концентрации общего углерода ( $C_1$ ), мкг/дм <sup>3</sup>
1	500	1000	500
2	100	1000	100
3	50	1000	50
4	25	1000	25
5	10	1000	10

«Нулевым раствором» является дистиллированная вода, пропущенная через установку для очистки воды (с массовой концентрацией общего углерода на выходе не более 5 мкг/дм<sup>3</sup>).

Приготовленный раствор следует плотно закрыть и хранить в темном прохладном месте, срок годности – 1 недели. Относительная погрешность приготовленных растворов не превышает ±2,5 %.

**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

№ \_\_\_\_\_ от XX.XX.20XX г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений (ОЕИ)	
Заводской номер (если имеется информация)	
Изготовитель (если имеется информация)	
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		

**Результаты поверки:**

1. Внешний осмотр \_\_\_\_\_
2. Опробование \_\_\_\_\_
3. Результаты идентификации ПО \_\_\_\_\_
4. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Наименование параметра	Диапазон измерений	Полученная погрешность измерений

5. 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