

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



УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.Н. Пронин


20 февраля 2018 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы общего органического углерода в воде QuickTOCuv

Методика поверки
МП-243-04-2018

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ А.И. Крылов

Разработчик
Руководитель лаборатории
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ И.Б. Максакова

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего органического углерода в воде QuickTOCuv, изготовитель LAR Process Analysers AG, Германия и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

Примечание: Допускается проводить периодическую поверку в ограниченных диапазонах измерений по письменному обращению заявителя с обязательным указанием в свидетельстве о поверке.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	п. 6.1	да	да
2.	Опробование.	п. 6.2	да	да
3.	Проверка соответствия программного обеспечения (ПО).	п. 6.2.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	п. 6.3	да	да

1.1. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	4.1.	Измеритель параметров микроклимата: Метеометр МЭС-200А	ТУ ЯВША.416311.003 (№27468-04 по реестру СИ РФ)
2.	6.3.	Стандартный образец (калий фталевокислый, с содержанием основного вещества 99,9-100 %)	ГСО 2216-81
3.	6.3.	Весы лабораторные электронные специального класса точности с пределом допускаемой погрешности не более 1 мг и наибольшим пределом взвешивания не менее 200 г	ГОСТ OIMLR 76-1
4.	6.3.	Колбы мерные на 1000 см ³	ГОСТ 1770-74
5.	6.3.	Цилиндры мерные 500 см ³ , 100 см ³ и 10 см ³	ГОСТ 1770-74
6.	6.3.	Вода для лабораторного анализа, ст.чистоты «1»	ГОСТ Р 52501-2005

2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, класс точности и характеристики которых не хуже указанных.

2.3. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства, а стандартные образцы и реактивы должны иметь действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации (далее в тексте – РЭ) анализаторов.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- диапазон температуры окружающей среды $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- диапазон атмосферного давления от 84 до 106,7 кПа;
- диапазон относительной влажности воздуха до 80 % (без конденсации);

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

5.1.1. Прогреть анализатор не менее двух часов.

5.1.2. Приготовить поверочные растворы на основе ГСО с массовой концентрацией общего органического углерода 10; 80; 500 мг/дм³ согласно приложению Б.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности анализаторов технической документации, входящей в комплект анализатора;
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность анализатора;
- четкость всех надписей на анализаторе;
- исправность органов управления, настройки и коррекции (кнопки, переключатели, тумблеры).

6.1.2. Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование

6.2.1. Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания и запуска программы на дисплее появляется стартовое окно программы управления анализатором.

6.2.2. Проверка соответствия программного обеспечения (ПО).

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (ПО).

Анализатор включается главным выключателем справа на корпусе. Уже установленное программное обеспечение производит самоконтроль и после этого запускается автоматически (рис.1). Спустя некоторое время появляется главное меню анализатора (рис. 2).

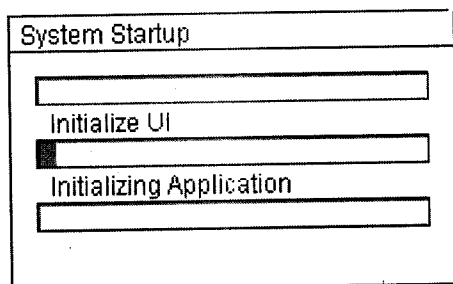


Рисунок 1 – запуск программного обеспечения

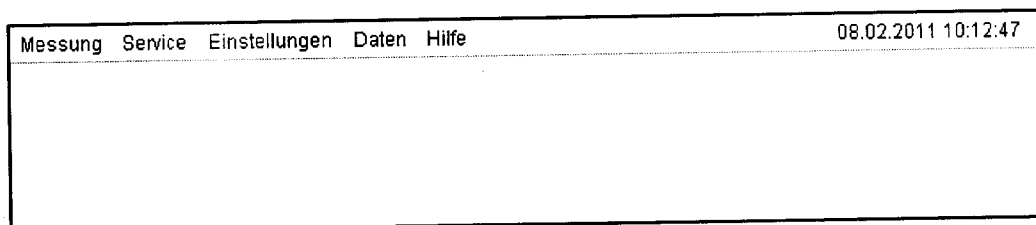


Рисунок 2 – Отображение главного меню, времени и даты
Информация о версии программного обеспечения появляется при входе в раздел ПО «Помощь (Hilfe)».

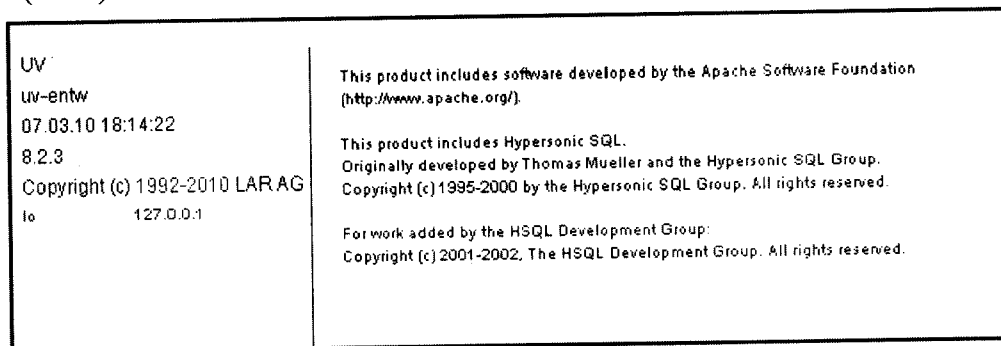


Рисунок 3 – Отображение версии ПО

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные (меню программного обеспечения) соответствуют идентификационным данным, указанным в описании типа средства измерений (приложение к свидетельству об утверждении типа).

6.2.3 Проверка нулевых показаний.

Проверка нулевых показаний проводится в соответствии с НД на анализатор при добавлении в измерительную ячейку только растворов реактивов и очищенной воды. Проводят считывание показаний - C_i , мг/дм³ через 30 минут.

Анализатор считается выдержавшим проверку, если выполняется условие:

$$C_i \leq 0,3 C_n$$

где C_n – нижнее значение диапазона измерений, (0,03) мг/дм³.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если анализаторы соответствуют требованиям п. 6.2.1 - 6.2.3.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительной погрешности анализатора

Перед проведением определения метрологических характеристик необходимо провести проверку нулевых показаний по п. 6.2.3 и осуществить подготовку анализатора согласно руководству по эксплуатации анализатора.

6.3.2 Определение относительной погрешности анализатора проводится путем измерений анализатором массовой концентрации органического (ТОС) углерода в поверочных растворах и сравнением показаний с действительными значениями. Поверочные растворы готовятся в соответствии с указаниями Приложения Б к настоящей методике. При поверке должно быть использовано не менее трех поверочных растворов (растворы №№ 1, 2, 3), содержание общего органического углерода (ТОС) в которых должно соответствовать началу, середине и концу диапазона измерений, приведенного в таблице А.1. Приложения А настоящей методики.

В соответствии с указаниями руководства по эксплуатации анализатора измерить массовую концентрацию ТОС в поверочных растворах.

Значения относительной погрешности (δ , %) для каждого поверочного раствора рассчитывается по формуле (1):

$$\delta = \frac{C_{изм} - C_{д}}{C_{д}} \cdot 100 \quad (1)$$

где $C_{изм}$ – измеренное значение массовой концентрации ТОС, мг/дм³;
 $C_{д}$ - действительное значение массовой концентрации ТОС, мг/дм³;

Полученные значения относительной погрешности не должны превышать пределов, приведенных в таблице А.1. Приложения 1.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в приложении В.

7.2. Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке по форме, установленной приказом Госстандарта России от 2 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

7.4. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются, и на них выдается извещение о непригодности.

7.5 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (во избежание повреждения знака поверки).

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Таблица А1. Метрологические характеристики анализаторов.

Диапазон измерений массовой концентрации растворенного общего органического углерода в воде, мг/дм ³	Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации растворенного общего органического углерода в воде, %
от 0,1 до 50 мг/дм ³	±10
св. 50 до 100 мг/дм ³	±5
св. 100 до 1000 мг/дм ³	±3

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Приготовление поверочных растворов

1. Основной раствор № 4 с содержанием общего органического углерода 1000 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают ≈2,1254 г, взвешенного с точностью до четвертого знака, предварительного высушенного при температуре 110 °С в течение одного часа калия фталевокислого кислого или количественно переносят ГСО 2216-81, и растворяют в 200 см³ ультрачистой воды по ГОСТ Р 52501-2005, перемешивают и доводят до метки ультрачистой водой. Раствор хранят в плотно закрытой емкости при температуре 2°С-8°С не более 3-х месяцев. Массу общего органического углерода рассчитывают по формуле:

$$m_c = \frac{m \times 1000}{2,1254} \quad (1)$$

где m_c - масса общего органического углерода в растворе №1, мг;

m – масса фталевокислого кислого калия, г;

2,1254 — масса фталевокислого кислого калия содержащая 1000 мг общего органического углерода., г;

1000 — мг общего органического углерода содержащегося в навеске фталевокислого кислого калия, массой 2,1254 г, мг.

2. Поверочный раствор № 3 с содержанием общего органического углерода 500 мг/дм³.

В мерную колбу на 1000 см³ помещают 150-200 см³ ультрачистой воды, вносят 500 см³ раствора №4 (массовая концентрация ТОС - 1000 мг/дм³), перемешивают и доводят до метки ультрачистой водой. Закрывают и хранят в темном прохладном месте. Срок годности - 1 месяц.

3. Поверочный раствор № 2 с содержанием общего органического углерода 80 мг/дм³.

В мерную колбу на 1000 см³ помещают 150-200 см³ ультрачистой воды, вносят 80 см³ раствора №4 (массовая концентрация ТОС - 1000 мг/дм³), перемешивают и доводят до метки ультрачистой водой. Закрывают и хранят в темном прохладном месте. Срок годности - 1 месяц.

4. Поверочный раствор № 1 с содержанием общего органического углерода 10 мг/дм³.

В мерную колбу на 1000 см³ помещают 150-200 см³ ультрачистой воды, вносят 10 см³ раствора №4 (массовая концентрация ТОС - 1000 мг/дм³), перемешивают и доводят до метки ультрачистой водой. Закрывают и хранят в темном прохладном месте. Срок годности - 1 месяц.

Примечание — Для приготовления растворов используют мерные цилиндры на 500, 100 см³ и 10 см³.

Относительная погрешность приготовленных поверочных растворов не превышает ±1,5%.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
анализаторов общего органического углерода в воде QuickTOCuv

Зав.№ _____
Дата выпуска _____
Дата поверки _____
Принадлежит _____
ИНН Владельца _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;
атмосферное давление _____ кПа;
относительная влажность _____ %.

Наименование документа, по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Опробование _____
3. Проверка соответствия программного обеспечения
Наименование и версия ПО _____
4. Определение метрологических характеристик
- 4.1 Проверка нулевых показаний
- 4.2 Определение относительной погрешности анализатора:

№ поверочного раствора	Действительное значение массовой концентрации общего органического углерода (ТОС) в поверочном растворе, мг/дм ³	Измеренное значение массовой концентрации ТОС, мг/дм ³	Допускаемая основная погрешность, %	
			норма	фактически

Результаты поверки: _____
(годен, забракован – указать причину непригодности)

На основании результатов поверки выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____

Поверитель: _____