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

УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
К.В. Гоголинский
«__» _____ 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы общего углерода Biotector

серий B7000 и B3500.

Методика поверки МП 209-0029-2016

Руководитель лаборатории
В.И. Суворов
«__» _____ 2017 г.

Разработчик
Инженер
А.М. Смирнов
«__» _____ 2017 г.

г. Санкт-Петербург
2017 г.

gost.e-ecolog.ru

Настоящая методика распространяется анализаторы общего углерода Biotector серий B7000 и B3500 (далее – анализаторы) предназначенные для измерений массовой концентрации органического и неорганического углерода в водных растворах.

Анализаторы подлежит первичной и периодической поверке. Допускается проводить поверку отдельных поддиапазонов.

Интервал между поверками – 2 года.

1 Операции поверки

Объем и последовательность операций поверки указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта, в котором изложена методика поверки	Обязательность проведения операции	
		При первичной поверке	При периодической поверке
1. Внешний осмотр	п. 6.1	Да	Да
2. Опробование	п. 6.2	Да	Да
3. Подтверждение соответствия программного обеспечения	п. 6.3	Да	Да
4. Определение погрешности измерений массовой концентрации углерода	п. 6.4	Да	Да

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

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяются эталоны, средства измерений, вспомогательное оборудование и СО, представленное в таблице 2.

Таблица 2

Наименование	Характеристики
1. СО состава калия фталевокислого кислого (бифталата калия)	ГСО 2216-81
2. Весы лабораторные электронные «MB210-A 1 (Рег № 26554-04)	Наибольший предел взвешивания 210 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,1 мг (до 50 г), ±0,5 мг (до 200 г); ±0,6 мг (до 210 г)
3. Вода для лабораторного анализа	ГОСТ Р 52501-2005

2.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке.

3 Требования безопасности

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

3.2 Перед включением должен быть проведен внешний осмотр приборов с целью определения исправности и электрической безопасности включения их в сеть.

3.3 Перед включением в сеть приборов, используемых при поверке, они должны быть заземлены в соответствии с требованиями, указанными в эксплуатационной документации.

3.4 Помещение, в котором проводятся испытания, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4 Условия поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С: 20±5;
- относительная влажность воздуха, не более, %: 95;
- атмосферное давление, кПа: от 86,0 до 106,7;

5 Подготовка к поверке

5.1 Подготовить анализаторы к работе в соответствии с эксплуатационной документацией фирмы-изготовителя.

При подготовке к поверке необходимо:

- осуществить прогрев анализаторов в соответствии с эксплуатационной документацией;
- проверить работоспособность анализаторов в режиме измерения.

Подготовить к работе анализаторы в соответствии с руководством по эксплуатации, рабочие эталоны и вспомогательные средства измерений согласно эксплуатационной документации на них. На поверку предоставляются отградуированные анализаторы.

Поверка должна проводиться в ручном режиме, в котором нужный поддиапазон строго зафиксирован и не переключается автоматически. Для перевода анализатора в данный режим нужно в меню Operation перейти в раздел -> Manual Program и необходимый для поверки диапазон.

Для дальнейшего учета массовой концентрации углерода в воде, используемой для приготовления поверочных растворов, необходимо на анализаторе предварительно провести соответствующие измерения.

Рассчитать среднеарифметическое значение результатов измерений массовой концентрации углерода в воде по формуле (1):

$$\overline{X}_1 = \frac{\sum_i^n X_i}{n} \qquad (1), \qquad \text{где}$$

X_i – массовая концентрация углерода, мкг/дм^3;

n – число измерений

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра анализаторы проверяются на соответствие следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений, влияющих на точность показаний;
- отсутствие отсоединившихся или слабо закреплённых элементов схемы
- отсутствие механических повреждений;
- соответствие комплектности анализаторов эксплуатационной документации;
- исправность органов управления и настройки;
- четкость надписей на лицевой панели.

Анализаторы считаются выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют перечисленным выше требованиям.

Анализаторы с механическими повреждениями к поверке не допускаются.

6.2 Опробование.

При опробовании проверяется функционирование составных частей анализаторов согласно эксплуатационной документации фирмы-изготовителя, а также возможность плавного регулирования показаний с помощью органов управления и настройки.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения.

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия про-

граммного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Программное обеспечение запускается в автоматическом режиме после включения анализатора. Просмотр версии ПО доступен в разделе Menu -> Maintenance -> Commissioning-> Information -> Software.

Анализаторы считаются прошедшим поверку, если номер версии СИ совпадает с номером версии или выше номера версии, указанного в описании типа.

6.4 Определение погрешности измерений массовой концентрации углерода.

Определение погрешности измерений массовой концентрацией углерода проводить с помощью поверочных растворов, приготовленных согласно приложению А. В каждой точке проводить не менее пяти независимых измерения.

Абсолютную погрешность измерений массовой концентрации углерода рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\Delta_C = X_C - (X_{0,C} + X_{i,C}) \qquad (2)$$

Относительную погрешность измерений массовой концентрации углерода рассчитывать для каждого измеренного значения по формуле:

$$\delta_C = \frac{X_a - (X_{0,C} + X_{i,C})}{(X_{0,C} + X_{i,C})} \cdot 100 \qquad (3)$$

где

X_C – значение массовой концентрации углерода измеренное анализатором, мкг/дм^3;

$X_{0,C}$ – расчетное значение массовой концентрации углерода в поверочном растворе, мкг/дм^3;

$X_{i,C}$ – значение массовой концентрации углерода в воде, используемой для приготовления поверочных растворов, рассчитанное по формуле 1, мкг/дм^3.

Результаты поверки считать положительными, если значения погрешностей не превышают указанных в приложении Б.

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки составляется протокол поверки, рекомендуемая форма приведена в Приложения В.

7.2. Результаты поверки оформляют в виде свидетельства о поверке или извещения о непригодности согласно приказу Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства поверки».

7.3. Результаты поверки считаются положительными, если анализаторы удовлетворяют всем требованиям настоящей методики. Положительные результаты поверки оформляются путем выдачи свидетельства о поверке. Знак поверки рекомендуется наносить на свидетельство о поверке.

7.4. Результаты считаются отрицательными, если при проведении поверки установлено несоответствие поверяемого анализатора, хотя бы одному из требований настоящей методики. Отрицательные результаты поверки оформляются путем выдачи извещений о непригодности с указанием причин непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ ОБЩЕГО УГЛЕРОДА

1. Оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 1-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74
- Цилиндр мерный 1-го класса точности по ГОСТ 1770-74
- Весы лабораторные электронные «MB210-A»
- 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 Р 52501-2005
- Система очистки воды Millipore Simplicity, массовая концентрация общего углерода на выходе не более 5 мкг/дм^3

2. Требования квалификации оператора

Приготовление растворов может осуществлять инженер-химик-аналитик, прошедший специальную подготовку.

3. Перечень приготавливаемых поверочных растворов.

Таблица А. 1.

Номер раствора	Массовая концентрация общего углерода в растворе, мг/дм^3	Абсолютная погрешность приготовленного раствора, мг/дм^3	Относительная погрешность приготовленного раствора, мг/дм^3
1.	20000	8,200	±0,04
2.	10000	4,100	±0,04
3.	5000	2,05	±0,04
4.	2500	1,03	±0,04
5.	2000	0,821	±0,04
6.	1000	0,413	±0,04
7.	500	0,21	±0,04
8.	250	0,11	±0,05
9.	100	0,062	±0,06
10.	40	0,050	±0,12
11.	20	0,103	±0,52
12.	10	0,072	±0,72
13.	5	0,044	±0,88
14.	2,5	0,025	±1,01
15.	0,625	0,008	±1,23

4. Приготовление растворов массовой концентрацией общего углерода в диапазоне от 40 до 20000 мг/дм^3 (растворы 1-10)

Возьмите навеску ГСО 2216-81 в соответствии с таблицей А.2 и перенесите навеску в мерную колбу объемом 1000 мл, добавьте приблизительно 700 мл чистой воды (массовая концентрация общего углерода не более 5 мкг/дм^3). Установите колбу на магнитную мешалку, и перемешивать содержимое до полного растворения навески. После полного растворения навески наполнить колбу чистой водой (до отметки).

Таблица А. 2.

Номер раствора	Масса навески, г	Значение массовой концентрации общего углерода (C_1), мг/дм^3
1.	42,5072	20000
2.	21,2536	10000
3.	10,6268	5000
4.	5,3134	2500
5.	4,2507	2000
6.	2,1254	1000
7.	1,0627	500
8.	0,5313	250
9.	0,2125	100
10.	0,0850	40

5. Приготовление растворов массовой концентрацией общего углерода в диапазоне от 0,625 до 20 мг/дм^3 (растворы 11-15)

5.1. В качестве основного раствора для приготовления растворов 11-15 берется раствор с массовой концентрацией общего углерода 40000 мкг/дм^3 (раствор 10).

5.2 Расчет объема основного раствора и объема дистиллированной воды, необходимых для получения раствора с требуемой концентрацией общего углерода производится по формуле А.2

$$C_1 = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_k} \qquad \text{А.2}$$

где C_0 - расчетное значение массовой доли общего углерода в основном растворе, мкг/дм^3

V_0 – объем основного раствора, использованный для приготовления раствора, см^3

$V_к$ – общий объем приготовленного раствора, см^3

5.2 При помощи мерного цилиндра переносят необходимый объем основного раствора в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Для упрощения приготовления растворов каждый последующий раствор готовился разбавлением предыдущего.

Таблица А. 3.

Номер раствора	Номер раствора, используемого для приготовления	Объем основного раствора, использованный для приготовления, V_o, см^3	Общий объем приготовленного раствора, $V_к$, см^3	Значение массовая концентрация общего углерода (C_1), мг/дм^3
11.	10	500	1000	20
12.	11			10
13.	12			5
14.	13			2,5
15.	14	250	1000	0,625

Приложение Б
(рекомендуемое)

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики анализаторов

Наименование характеристик	Значение характеристики
B7000i standard range	
Диапазон измерений массовой концентрации углерода, мг/дм^3 диапазон 1 диапазон 2 диапазон 3	 от 0,6 до 100 от 3,0 до 1000 от 60 до 10000
Пределы допускаемой абсолютной / относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода диапазон 1 диапазон 2 диапазон 3	 ±0,3 мг/дм^3 (в диапазоне от 0,6 до 10 мг/дм^3) ±3 % (в диапазоне св. 10 до 100 мг/дм^3) ±1,5 мг/дм^3 (в диапазоне от 3,0 до 50 мг/дм^3) ±3 % (в диапазоне св. 50 до 1000 мг/дм^3) ±30 мг/дм^3 (в диапазоне от 60 до 1000 мг/дм^3) ±3 % (в диапазоне св. 1000 до 10000 мг/дм^3)
B7000i high range	
Диапазон измерений массовой концентрации углерода, мг/дм^3 диапазон 1 диапазон 2 диапазон 3	 от 0,9 до 250 от 12 до 2000 от 60 до 20000
Пределы допускаемой абсолютной / относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода диапазон 1 диапазон 2 диапазон 3	 ±0,45 мг/дм^3 (в диапазоне от 0,9 до 15 мг/дм^3) ±3 % (в диапазоне св. 15 до 250 мг/дм^3) ±6 мг/дм^3 (в диапазоне от 12 до 200 мг/дм^3) ±3 % (в диапазоне св. 200 до 2000 мг/дм^3) ±30 мг/дм^3 (в диапазоне от 60 до 1000 мг/дм^3) ±3 % (в диапазоне св. 1000 до 20000 мг/дм^3)
B3500e	
Диапазон измерений массовой концентрации углерода, мг/дм^3	
диапазон 1	от 0,9 до 250
диапазон 2	от 4,0 до 1000
Пределы допускаемой абсолютной / относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода диапазон 1 диапазон 2	 ±0,45 мг/дм^3 (в диапазоне от 0,9 до 15 мг/дм^3) ±3 % (в диапазоне св. 15 до 250 мг/дм^3) 2 мг/дм^3 (в диапазоне от 4,0 до 50 мг/дм^3) ±4 % (в диапазоне св. 50 до 1000 мг/дм^3)
B3500c/B3500s/B3500dw	
Диапазон измерений массовой концентрации углерода, мг/дм^3 диапазон 1 диапазон 2	 от 0,06 до 25 от 1,0 до 100
Пределы допускаемой абсолютной / относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода	

Наименование характеристик	Значение характеристики
диапазон 2	±3 % (в диапазоне св. 1 до 25 мг/дм^3) ±0,5 мг/дм^3 (в диапазоне от 1,0 до 10 мг/дм^3) ±5 % (в диапазоне св. 10 до 100 мг/дм^3)
B3500ul	
Пределы допускаемой абсолютной / относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода диапазон 1	от 0,01 до 5
Пределы допускаемой абсолютной / относительной погрешности измерений массовой концентрации углерода диапазон 1	±0,01 мг/дм^3 (в диапазоне от 0,01 до 0,5 мг/дм^3) ±2 % (в диапазоне св. 0,5 до 5 мг/дм^3)

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

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 ГСО	Метрологические характеристики

Условия поверки:

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25	
Относительная влажность воздуха, %	не более 95	
Атмосферное давление, кПа	от 86,0 до 106,7	

Результаты поверки:

1. Внешний осмотр_____
2. Опробование_____
3. Определение метрологических характеристик (в соответствии с требованиями НД на методы и средства поверки)

Диапазон измерений массовой концентрации углерода, мг/дм^3	Расчетная массовая концентрация углерода, мг/дм^3	Измеренная анализатором массовая концентрации углерода, мг/дм^3	Полученная погрешность измерений массовой концентрации углерода.
поддиапазон 1			
поддиапазон 2			
поддиапазон 3			

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

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке №_____от_____

Поверку произвел_____от_____ _____
ФИО Подпись Дата

gost.e-ecolog.ru