

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
"28" 10 2025 г.

«ГСИ. Анализаторы общего органического углерода
RULLAB.
Методика поверки»
МП 128-251-2023

г. Екатеринбург
2025 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 2025 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Перечень операций поверки средства измерений	5
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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
12 Оформление результатов поверки.....	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	12

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего органического углерода RULLAB (далее – анализаторы), выпускаемые ООО «МИЛЛАБ» на производственной площадке «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 «Государственный первичный эталон 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 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 для модификации	
	TOC-3000	TOC-5000 RN TOC-5000 RD
Предел обнаружения углерода ¹⁾ , мг/дм ³ , не более	0,05	0,10
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) ²⁾ , %	5,0	3,0

¹⁾ При измерении в режиме общий углерод (ТС)
²⁾ При массовой концентрации углерода, превышающей более чем в 10 раз предел обнаружения для анализаторов модификации TOC-3000; при массовой концентрации, превышающей более чем в 100 раз предел обнаружения для анализаторов модификаций TOC-5000 RN, TOC-5000 RD

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

- Приказ Росстандарта 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 и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	-	-	11
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) и предела обнаружения	да	да	11.1

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, °С от + 15 до + 30
- относительная влажность, % от 10 до 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализаторов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации на анализатор (далее – РЭ) и настоящую методику поверки.

5.2 Для получения экспериментальных данных с анализатора допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений.

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 15 °С до плюс 30 °С, с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапа-	Термогигрометры электронные «CENTER» (рег.№ 22129-09)

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	зоне от 10 % до 80 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Вода для лабораторного анализа ГОСТ Р 52501-2005 (далее – вода)	1-ой степени очистки по
	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 ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91	Градуйрованные пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91
	Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74	Колбы мерные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74
Примечание – Допускается использовать при поверке другие типы стандартных образцов, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

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

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты Российской Федерации 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;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- 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 При включении анализатора должны отсутствовать сообщения об ошибках.
- 9.4 Воду очищают от углекислого газа (CO₂) в соответствии с требованиями к воде, указанными в РЭ на анализатор.
- 9.5 Стандартный образец готовят к поверке в соответствии с паспортом.
- 9.6 Готовят контрольный раствор в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 При оснащении внешним программным обеспечением ТОС

10.1.1 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.

10.1.2 Идентификационное наименование ПО и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные внешнего ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	ТОС
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.X.X.X*
Цифровой идентификатор ПО	–
* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значения от 0 до 999	

10.2 При оснащении внешним программным обеспечением TOCLAB

10.2.1 Информацию об идентификационном наименовании ПО определяют при запуске ПО. Номер версии ПО определяют в меню «System» или в меню «Help»→«About».

10.2.2 Идентификационное наименование ПО и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 5.

Таблица 5 – Идентификационные данные внешнего ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	TOCLAB
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.X.X.X*
Цифровой идентификатор ПО	–
* «X» не относится к метрологически значимой части ПО и принимает значения от 0 до 999	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

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

11.1.1 В настройках анализатора выбрать метод определения общего углерода (ТС), объем вводимой пробы: для анализаторов модификаций ТОС-5000 RN и ТОС-5000 RD - (0,1-0,5) мл; для анализаторов модификации ТОС-3000 - 2 мл.

11.1.2 На вход анализатора подать свежеприготовленную воду в соответствии с п. 9.4. Провести измерение выходного сигнала (площади пика) (Integral) не менее 10 раз.

11.1.3 На вход анализатора модификации ТОС-3000 подать контрольный раствор массовой концентрацией 0,5 мг/дм³ (приготовленный в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки). Провести измерение выходного сигнала (по площади пика) (Integral) не менее 10 раз.

11.1.4 На вход анализаторов модификаций TOC-5000 RN и TOC-5000 RD подать контрольный раствор массовой концентрацией 10 мг/дм³ (приготовленный в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки). Провести измерение выходного сигнала (по площади пика) (Integral) не менее 10 раз.

Примечания:

1) Для анализаторов модификации TOC-3000 к вводимому раствору добавляют окислитель в соответствии с РЭ.

2) Рекомендуются провести проверку результатов измерений выходного сигнала, полученных в условиях повторяемости, на наличие выбросов по критерию Граббса по приложению Б настоящей методики поверки.

11.1.5 Рассчитать среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала (площади пика) для воды ($\bar{I}_0$, усл. ед.) и среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала (площади пика) для воды (S_0 , усл. ед.) по формулам:

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

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

где I_{0i} – i -ый результат измерений выходного сигнала (площади пика) для воды, усл. ед.;
 $i=1...n$, n – число измерений выходного сигнала (площади пика) для воды.

11.1.6 Рассчитать среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика) для контрольного раствора ($\bar{I}$, усл. ед.) и относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала (площади пика) для контрольного раствора (S_r , %) по формулам:

$$\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}, \quad (3)$$

$$S_r = \frac{100}{\bar{I}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n - 1}} \quad (4)$$

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

$i=1...n$, n – число измерений выходного сигнала (площади пика) для контрольного раствора.

11.1.7 Рассчитать предел обнаружения ($ПО_C$, мг/дм³) по формуле

$$ПО_C = \frac{3 \cdot S_0 \cdot C_{кр}}{\bar{I}}, \quad (5)$$

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

S_0 – среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала (площади пика) для воды, усл. ед., рассчитанное по формуле (2);

$\bar{I}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика) для контрольного раствора, усл. ед., рассчитанное по формуле (3).

11.2 Полученное значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) по формуле (4) и полученное значение предела обнаружения по формуле (5) должны соответствовать требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

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

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

12.5 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.

12.6 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 1 см³ и 5 см³, весы лабораторные; воду 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 50 мг/дм³

А.2.1 Для приготовления промежуточного раствора 50 мг/дм³ при помощи градуированной пипетки 5 см³ отбирают 5 см³ исходного раствора $C_{исх}$ (1000 мг/дм³) (по п. А.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), мг/дм³;
 V_0 – объем исходного раствора, приготовленного по п. А.1.1, см³;
 V_k – объем колбы, см³.

А.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 10 мг/дм³ (для анализаторов модификаций ТОС-5000 RN и ТОС-5000 RD)

А.3.1 Для приготовления контрольного раствора 10 мг/дм³ при помощи градуированной пипетки 1 см³ отбирают 1 см³ исходного раствора $C_{исх}$ (1000 мг/дм³) (по п. А.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 $C_{кр10}$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_{кр10} = C_{исх} \cdot \frac{V_0}{V_k}, \quad (A.3)$$

где $C_{исх}$ – массовая концентрация углерода в исходном растворе (по п. А.1), мг/дм³;
 V_0 – объем исходного раствора, приготовленного по п. А.1, см³;
 V_k – объем колбы, см³.

А.4 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 0,5 мг/дм³ (для анализаторов модификации ТОС-3000)

А.4.1 Для приготовления контрольного раствора 0,5 мг/дм³ при помощи градуированной пипетки 1 см³ отбирают 1 см³ раствора C_1 (50 мг/дм³) (по п. А.2) и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят уровень раствора до риски водой, тщательно перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации углерода в контрольном растворе $C_{кр0,5}$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$C_{кр0,5} = C_1 \cdot \frac{V_1}{V_k}, \quad (A.4)$$

где C_1 – массовая концентрация углерода в промежуточном растворе (по п. А.2), мг/дм³;
 V_1 – объем промежуточного раствора, приготовленного по п. А.2, см³;
 V_k – объем колбы, см³.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (рекомендуемое)

Проверка результатов измерений выходного сигнала, полученных в условиях повторяемости, на наличие выбросов по критерию Граббса

а) Для результатов измерений выходного сигнала (площади пика) $\{X_i, i=1 \dots n, n - \text{число измерений выходного сигнала (площади пика)}\}$ находят максимальное $X_{i(max)}$ и минимальное $X_{i(min)}$ значения.

Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала (площади пика) ($\bar{X}$, усл. ед.) и среднее квадратическое отклонение результатов измерений выходного сигнала (площади пика) (S , усл. ед.) по формулам:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (\text{Б.1})$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}. \quad (\text{Б.2})$$

б) Рассчитывают критерии Граббса по формулам:

$$GR_{(max)} = \frac{X_{i(max)} - \bar{X}}{S}, \quad (\text{Б.3})$$

$$GR_{(min)} = \frac{\bar{X} - X_{i(min)}}{S}. \quad (\text{Б.4})$$

Сравнивают $GR_{(max)}$ и $GR_{(min)}$ с критическим значением $GR_{(табл)}$ для соответствующего числа измерений n и принятой доверительной вероятности $P=0,95$ (Приложение А ГОСТ Р 8.736-2011).

Если $GR_{(max)} > GR_{(табл)}$ и (или) $GR_{(min)} > GR_{(табл)}$, то результаты $X_{i(max)}$ и (или) $X_{i(min)}$ исключают.

в) Расчёты по а) и б) продолжают до тех пор, пока не будут выполнены условия: $GR_{max} \leq GR_{табл}$ и $GR_{min} \leq GR_{табл}$.