

СОГЛАСОВАНО



Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»

И.С. Филимонов
2021 г.

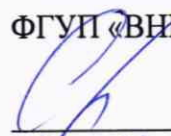
Государственная система обеспечения единства измерений

Осмометры OSMOTECH XT

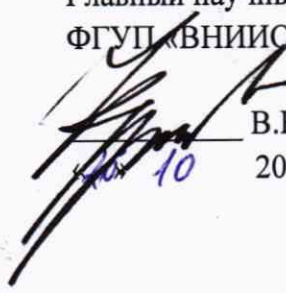
МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 037.Д4-21

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»


С.Н. Неода
«26» 10 2021 г.

Главный научный сотрудник
ФГУП «ВНИИОФИ»


В.Н. Крутиков
«10» 10 2021 г.

Москва
2021 г.

1 Общие положения

Настоящая методика распространяется на Осмометры OSMOTECH ХТ (далее – осмометры) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Осмометры предназначены для измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ в водных растворах, в том числе, в биологических жидкостях.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к ГЭТ 176 - 2019. Поверка осмометров выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики осмометров указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики осмометров

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ ммоль/кг (мОсмоль/кг)	от 50 до 2000
Пределы абсолютной погрешности измерений моляльной концентрации, ммоль/кг (мОсмоль/кг) - в диапазоне измерений от 50 до 200 ммоль/кг (мОсмоль/кг) включ.	±2,0
Пределы относительной погрешности измерений моляльной концентрации, % - в диапазоне измерений св. 200 до 2000 ммоль/кг (мОсмоль/кг)	±1,0

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Проведение операций при	
		Первичной поверке	Периодической поверке
Внешний осмотр средства измерений	7	Да	Да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
Определение метрологических характеристик средства измерений	10		
Проверка диапазона измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ, определение абсолютной и относительной погрешности измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ	10.1	Да	Да
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Метрологические и технические требования к средствам поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операция поверки	Средство поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки	Рекомендуемые типы средств поверки
Определение метрологических характеристик средства измерений п. 10.1 методики	Стандартные образцы натрия хлористого в ранге рабочего эталона 1-го разряда согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утверждённой приказом Росстандарта от 19 февраля 2021 г. № 148 (с изменениями по приказу Росстандарта № 761 от 17.05.2021)	Массовая доля натрия хлористого от 99,900 до 100,000 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,030$ %	СО состава натрия хлористого 1-го разряда ГСО 4391-88
Вспомогательное оборудование	весы лабораторные	класс точности специальный (I) по ГОСТ Р 53228-2008	
	колбы мерные с притертой пробкой	2-й класс точности по ГОСТ 1770-74	
	Термогигрометр электронный	<p>Диапазон измерений температуры от минус 20 до плюс 60 °С;</p> <p>Предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения температуры $\pm 0,8$ °С;</p> <p>Диапазон измерений относительной влажности от 10 до 100 %;</p> <p>Предел допускаемого значения основной абсолютной</p>	Термогигрометр электронный «CENTER» модели 315, рег. № 22129-09

		погрешности измерения относительной влажности $\pm 3\%$.	
	Барометр-анероид метеорологический	Диапазон измеряемого давления от 80 до 106 кПа (от 600 до 800 мм рт.ст.); Пределы допускаемых погрешностей барометра, не более: - основной $\pm 0,2$ (1,5) кПа (мм рт.ст.) - дополнительной $\pm 0,5$ (3,75) кПа (мм рт.ст.);	Барометр-анероид метеорологический «БАММ-1», рег. № 5738-76

3.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого средства измерений с требуемой точностью.

3.3 Средства поверки должны быть аттестованы (поверены) в установленном порядке.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускают лиц, изучивших настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации осмометров и прошедших полный инструктаж по технике безопасности, прошедших обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

5.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6 Требования к условиям проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура воздуха от 18 до 22 °С;
- относительная влажность воздуха, не конденсирующаяся, от 40 до 80 %;
- атмосферное давление от 96 до 104 кПа.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Комплектность поверяемого осмометра должна соответствовать комплектности, приведенной в описание типа на осмометр.

7.2 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие маркировки, подтверждающей тип и идентифицирующей поверяемый осмометр;

- отсутствие на наружных поверхностях поверяемого осмометра повреждений, влияющих на его работоспособность.

7.3 Осмометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если корпус, внешние элементы, органы управления и индикации не повреждены, отсутствуют механические повреждения, а комплектность соответствует разделу «Комплектность» описания типа на осмометр.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый осмометр к работе согласно его руководству по эксплуатации.

8.2 Проверка выхода на рабочий режим осмометров проводится путём включения спектрометров в соответствии с указаниями, приведёнными в РЭ и прогрева в течении 20 минут

После прогрева осмометра (выхода на режим) на экране осмометра отображается главное меню осмометра.


8.3 Осмометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если после прогрева осмометра (выхода на режим) на экране осмометра отображается главное меню (рисунок 1).



Рис. 1 – Главное меню осмометра

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Проверить соответствие заявленных идентификационных данных ПО сведениям, приведенным в описании типа на осмометр.

Для проверки программного обеспечения выполнить проверку версии программного обеспечения осмометра необходимо нажать на значок  на главном экране.

9.2 Осмометр считается прошедшим операцию поверки с положительным результатом, если идентификационные данные ПО соответствуют значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Advanced Instruments OSMOTECH XT
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	не ниже v1.2
Цифровой идентификатор ПО	-

$\Delta P_{осм}$ – абсолютная погрешность аттестованного значения моляльной концентрации осмотически активных веществ растворов в соответствии с Приложением Б к настоящей методике;

$P_{осм}$ – аттестованное значение моляльной концентрации осмотически активных веществ в растворах в соответствии с Приложением 1 к настоящей программе.

m – число суммируемых НСП, $m = 2$

11.1.5 Рассчитать пределы абсолютной погрешности результата измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ по формуле:

$$\Delta P_{осм} = k \cdot S_{P_{осм\ сумм}} \quad (5)$$

где k – коэффициент, рассчитываемый по формуле

$$k = \frac{\varepsilon_{P_{осм}} + Q_{P_{осм}}}{S_{P_{осм}} + \frac{Q_{P_{осм}}}{\sqrt{3}}} \quad (6)$$

$S_{P_{осм\ сумм}}$ – оценка суммарного СКО рассчитывается по формуле

$$S_{P_{осм\ сумм}} = \sqrt{\left(\frac{Q_{P_{осм}}}{\sqrt{3}}\right)^2 + S_{P_{осм}}^2} \quad (7)$$

11.1.6 Рассчитать пределы относительной погрешности результата измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ по формуле:

$$\Delta_0 = \frac{\Delta P_{осм} \cdot 100}{P_{осм}} \quad (8)$$

11.1.7 Осмометры считаются выдержавшими этап поверки, если значения абсолютной погрешности измерений моляльной концентрации не превышает 2,0 ммоль/кг (мОсмоль/кг) в диапазоне измерений от 50 до 200 ммоль/кг (мОсмоль/кг) включ.; значения относительной погрешности измерений моляльной концентрации не превышает 1,0 % в диапазоне измерений св. 200 до 2000 ммоль/кг (мОсмоль/кг).

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в приложении А. Протокол может храниться на электронных носителях.

12.2 При положительных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено свидетельство о поверке в установленной форме.

12.3 При отрицательных результатах поверки по запросу заказчика может быть оформлено извещение о непригодности в установленной форме с указанием причин непригодности.

12.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4



А.В. Иванов

Начальник сектора отдела Д-4



Н.Ю. Грязских

Ведущий инженер отдела Д-4



И.Н. Зябликова

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка диапазона измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ, определение абсолютной и относительной погрешности измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ

10.1.1 Провести подготовку ГСО 4391-88 к работе в соответствии с паспортом на стандартный образец и Приложением Б к настоящей методике поверки; результатом станут растворы с моляльной концентрации осмотически активных веществ 50, 200, 1000, 2000 ммоль/кг (мОсмоль/кг).

10.1.2 Провести по 5 (пять) измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ каждой смеси.

10.1.3 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.1.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ

11.1.1 Рассчитать среднее арифметическое значение измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ, $\overline{P_{осм}}$, ммоль/кг (мОсмоль/кг), для каждой смеси по формуле:

$$\overline{P_{осм}} = \frac{\sum_{i=1}^n P_{осми}}{n} \quad (1)$$

где $P_{осми}$ – измеренное значение моляльной концентрации осмотически активных веществ, ммоль/кг (мОсмоль/кг);

n – количество повторов измерений на осмометре, равное пяти.

11.1.2 Рассчитать среднее относительное квадратическое отклонение среднего арифметического результата измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ по формуле:

$$S_{\overline{P_{осм}}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (P_{осми} - \overline{P_{осм}})^2}{n(n-1)}} \quad (2)$$

11.1.3 Рассчитать значение границы случайной погрешности результата измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ по формуле

$$\varepsilon = t \cdot S_{\overline{P_{осм}}} \quad (3)$$

где t – коэффициент Стьюдента (значение коэффициента Стьюдента $t = 2,776$ при $P=0,95$, $n-1 = 4$ по ГОСТ Р 8.736-2011).

11.1.4 Рассчитать границу абсолютной неисключенной систематической погрешности результата измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ при доверительной вероятности $P = 0,95$ по формуле:

$$Q_{P_{осм}} = \pm \sum_n^m |Q_{iP_{осм}}| = \pm (|\overline{P_{осм}} - P_{осмэj}| + |\Delta P_{осмэj}|) \quad (4)$$

где $Q_{iP_{осм}}$ – граница i -й неисключенной систематической погрешности результата измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ;

Приложение А
(Рекомендуемое)
Форма протокола поверки

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ ПОВЕРКИ

Осмометр OSMOTECH ХТ

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в единственном числе)

Заводской номер:

Год выпуска:

Владелец СИ:

ИНН владельца СИ:

Применяемые эталоны:

Применяемая методика поверки: МП 037.Д4-21 «ГСИ. Осмометры OSMOTECH ХТ. Методика поверки»

Условия поверки:

- температура окружающей среды:
- относительная влажность воздуха:
- атмосферное давление:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Опробование:
3. Идентификация программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Метрологическая характеристика	Требования технической документации	Полученные значения	Результат (соответствие)
Диапазон измерений моляльной концентрации осмотически активных веществ ммоль/кг (мОсмоль/кг)	от 50 до 2000		
Пределы абсолютной погрешности измерений моляльной концентрации, ммоль/кг (мОсмоль/кг) - в диапазоне измерений от 50 до 200 ммоль/кг (мОсмоль/кг) включ.	±2,0		
Пределы относительной погрешности измерений моляльной концентрации, % - в диапазоне измерений св. 200 до 2000 ммоль/кг (мОсмоль/кг)	±1,0		

5 Заключение по результатам поверки:

Начальник
отдела:

Подпись Фамилия И.О.

Поверитель:

Подпись Фамилия И.О.

Дата поверки:

Приложение Б
(Обязательное)

к МП 037.Д4-21 «ГСОЕИ. Осмометры OSMOTECH XT. Методика поверки»

**Методика приготовления
растворов натрия хлористого**

Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления растворов натрия хлористого, предназначенных для поверки Осмометров OSMOTECH XT.

Значения молярной концентрации в растворах 50, 200, 1000, 2000, 4000 ммоль/кг (мОсмоль/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 приготовления 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 $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление от 96 до 104 кПа;
- относительная влажность воздуха $(60 \pm 15) \%$.

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

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 10) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- отсутствие контакта с агрессивными средами.

Б.6.3 Растворы натрия хлористого устойчивы в течение 2-х недель.

Б.7 Приготовление растворов натрия хлористого

Б.7.1 На лабораторных весах взвесить 0,079; 0,316; 1,573; 3,145 г натрия хлористого. Навеску натрия хлористого перенести в колбы вместимостью 50 дм³, долить на 1/3 дистиллированной водой. Содержимое колб перемешать. Довести до отметки дистиллированной водой. Полученные растворы имеют значения массовой доли С, г/кг, натрия хлора: 1,575; 6,300; 31,460; 62,900 г/кг.

Примечание: масса навески и значение массовой доли натрия хлора может отличаться от указанной.

Б.7.2 Рассчитать значение моляльной концентрации $P_{осм}$, ммоль/кг (мОсмоль/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 (ГСССД 154-91 Водные растворы хлоридов натрия и калия. Понижение температуры замерзания и эффективные (осмотические) концентрации.

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

Б.8 Оценка метрологических характеристик растворов натрия хлористого

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

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

где δ - относительная погрешность, %, приготовления смесей, рассчитываемая по формуле (3);

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

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

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

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

где δ_v - относительная погрешность, %, весов лабораторных, указанная в свидетельстве о поверке весов;

ΔV_k - погрешность измерений объема мерной колбы, %, в соответствии с требованиями ГОСТ 1770-74;

V_k - объем мерной колбы, мм³.

Б.9 Оформление результатов

Б.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных растворов натрия хлористого записать в таблицу Б.9.1.

Таблица Б.9.1 – Метрологические характеристики растворов натрия хлористого

№ смеси	Массовая доля раствора, г/кг	Моляльная концентрация осмотически активных веществ, ммоль/кг (мОсмоль/кг)	Абсолютная погрешность значения растворов натрия хлористого, ΔА, ммоль/кг (мОсмоль/кг)	Относительная погрешность значения растворов натрия хлористого, δ, %
1	1,575	50	0,121	0,2420
2	6,300	200	0,484	0,2420
3	31,460	1000	2,419	0,2419
4	62,900	2000	4,837	0,2418