

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора
ФГУП «ВНИИОФИ»
И. С. Филимонов
« 18 » января 2019 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

СИСТЕМА ОБНАРУЖЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ НАНОВОЛОКОН IDENTIFIER C1

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ МП 005.P3-19

Главный метролог
ФГУП «ВНИИОФИ»
С.Н. Негода
« 18 » 01 2019 г.

1 Введение

Настоящая методика распространяется на системы измерений массовой концентрации углеродных нановолокон, Identifier C1 (далее по тексту – системы) производства «Stat Peel Ltd.», Швейцария и определяет методы и средства первичной и периодической поверок.

Системы предназначены для измерений концентрации углеродных нановолокон, собранных на нанопористой мембране номинального объема с помощью фильтрового накопителя. Настоящей методикой предусмотрена проверка метрологических характеристик при измерении концентрации одностенных углеродных нанотрубок (ОУНТ), представляющих собой один из наиболее важных видов углеродных нановолокон.

Интервал между поверками 1 год.

2 Операции поверки

2.1 При проведении первичной и периодической поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Основные операции поверки

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Обязательность выполнения операции	
			При первичной поверке	При периодической поверке
1	Внешний осмотр	8.1	Да	Да
2	Проверка идентификации программного обеспечения	8.2	Да	Да
3	Опробование	8.3		
4	Опробование измерительного модуля	8.3.1	Да	Да
5	Опробование фильтровых накопителей	8.3.2	Да	Да
6	Определение метрологических характеристик	8.4		
7	Определение диапазона измерений массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема	8.4.1	Да	Нет
8	Определение ОСКО случайной составляющей и систематической относительной погрешности измерений массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема	8.4.2	Да	Да

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

2.3 Поверку средств измерений осуществляют аккредитованные в установленном порядке в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

3 Средства поверки

3.1 При проведении первичной и периодической поверки должны быть использованы средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки и вспомогательное оборудование

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение НД, регламентирующего метрологические и основные технические характеристики средства поверки	Основные технические и (или) метрологические характеристики
7.1	Государственный стандартный образец массовой концентрации одностенных углеродных нанотрубок в органическом растворителе ГСО 11152-2018	Номинальное значение массовой концентрации 20,0 мг/дм ³ Относительная расширенная неопределенность аттестованного значения при коэффициенте охвата k = 2, не более 20 %
7.1	Дозатор пипеточный одноканальный «Техно» модель ДПОП-1-0,2-2, регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 43129-15	Диапазон объемов дозирования от 0,2 до 2 мкл, дискретность установки 0,002 мкл, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности ± 8 % Предел допускаемого среднеквадратичного отклонения случайной составляющей относительной погрешности от 7,0 до 6,0 %
8.3.2	Вспомогательное оборудование: Расходомер-счетчик неагрессивных газов FP PFMV 505-1, (SMC Corporation, Япония) регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 46910-11	Диапазон измерений расхода газа от 1,5 до 30 дм ³ /час (25-500 мл/мин) Предел допускаемой основной приведенной погрешности при измерении расхода ± 2 %
Приложение Б	Оборудование и реактивы, необходимые для приготовления контрольных растворов	

3.2 Средства поверки, указанные в таблице 2, должны быть поверены и аттестованы в установленном порядке. Допускается также применение других средств, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение (контроль) метрологических характеристик поверяемого анализатора с требуемой точностью.

4 Требования к квалификации поверителей

К проведению поверки допускаются лица:

- изучившие настоящую методику поверки и Руководство по эксплуатации систем,
- имеющие квалификационную группу не ниже III в соответствии с правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н;

- прошедшие полный инструктаж по технике безопасности;
- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

5 Требования безопасности

5.1 Перед началом поверки необходимо изучить Руководство по эксплуатации системы измерения массовой концентрации углеродных нановолокон Identifier C1.

5.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ Р 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанных в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 24.07.13 № 328Н. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

5.3 Система электрического питания должна быть защищена от колебаний и пиков сетевого напряжения, искровые генераторы не должны устанавливаться вблизи приборов.

5.4 При выполнении поверки должны соблюдаться требования руководства по эксплуатации системы.

5.5 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.

5.6 При проведении анализов вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться правила техники безопасности, предусмотренные ГОСТ 12.1.007-76.

6 Условия проведения поверки

6.1 При поверке должны соблюдаться следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|-------------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | от +18 до +25; |
| – относительная влажность воздуха, % | от 40 до 80; |
| – атмосферное давление, кПа | от 97,3 до 105,3. |

6.2 Помещение, где проводится поверка, должно быть чистым и сухим. В помещении не должно быть кислотных, щелочных и других газов, способных вызвать значительную коррозию металлов, а также газообразных органических растворителей (особенно бензина и разбавителя), способных вызвать коррозию краски.

6.3 Рядом с системой не должно быть источников тепла, таких как газовая горелка, электронагреватель, печь и т.п. Допускаемый перепад температуры воздуха в течение суток – не более 2 °С.

7 Подготовка к поверке

7.1 Приготовить раствор одностенных углеродных нанотрубок (ОУНТ) в н-метилпиролидоле (NMP) на основе ГСО 11152-2018 с концентрацией 1 мкг/мл (1 мг/дм³). Процедура приготовления раствора приведена в Приложении Б.

7.2 Подготовить две контрольные мембраны с массовой концентрацией ОУНТ (в пересчете на номинальный объем) 0,1 мг/дм³, закрепленные в держателе мембран типа «М», входящем в комплект системы. Для этого необходимо:

7.2.1 Установить один из ранее не использованных держателей мембран типа «М» в контрольный накопитель, также входящий в комплект системы (см. рисунок 1), зафиксировать прижимными пружинами и затянуть винты.

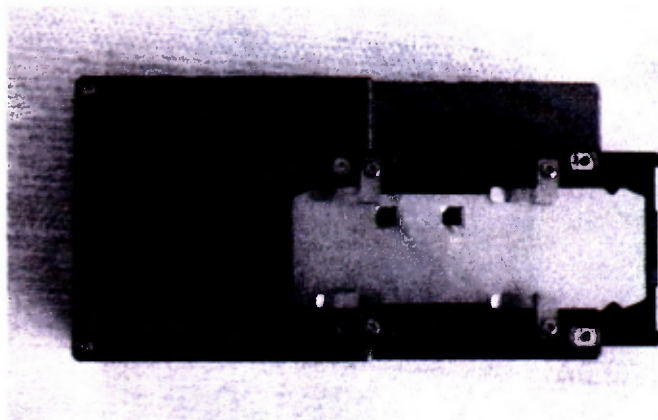


Рисунок 1 – Установка держателя мембраны в контрольном накопителе перед внесением раствора

7.2.2 С помощью USB-кабеля, входящего в комплект контрольного накопителя, соединить контрольный накопитель с встроенным компьютером, активировать программное обеспечение «Software Identifier C1» (ПО).

7.2.3 В окне ПО нажать «Start badge», включив таким образом насос контрольного накопителя.

7.2.4 С помощью пипет-дозатора внести по 1 мкл раствора с массовой концентрацией одностенных ОУНТ 1 мкг/мл, приготовленного по 7.1, в центр каждой из мембран (см. рисунок 2).

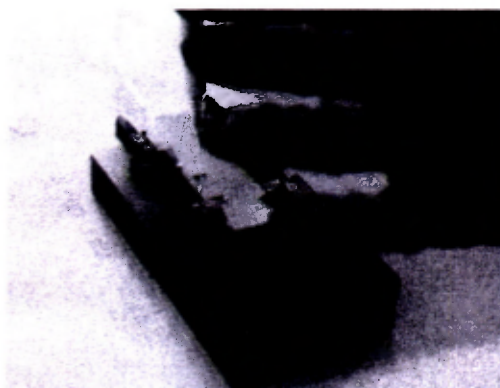


Рисунок 2 – Внесение раствора в мембрану

7.2.5 По истечению 30 секунд выключить насос, нажав в ПО «Stop badge».

7.2.6 Выдержать контрольный накопитель с закрепленными в нем мембранами в течение 5 часов для высушивания мембран.

7.3 При проведении первичной поверки наряду с операциями, предусмотренными п.п.7.1 – 7.2, необходимо подготовить дополнительный держатель мембран типа М с массовыми концентрациями ОУНТ $0,005 \text{ мг/дм}^3$ в одной из его мембран и $1,0 \text{ мг/дм}^3$ – в другой (в пересчете на номинальный объем). Для этого необходимо:

7.3.1 Приготовить растворы ОУНТ в н-метилпириролидоле (NMP) с концентрациями 0,05 мкг/мл и 10 мкг/мл в соответствии с методикой приготовления растворов, приведенной в Приложении Б.

7.3.2 Использовать новый держатель мембран типа «М». На одну из мембран, закрепленных в этом держателе, нанести раствор с концентрацией ОУНТ 0,05 мкг/мл, а на другую 10 мкг/мл. Процедуру нанесения растворов проводить аналогично приведенной в п.7.2.

8 Проведение поверки

8.1 Внешний осмотр

8.1.1 При внешнем осмотре систему проверяют отсутствие видимых повреждений, наличие заземления; подключение к электрической сети; проверяют наличие маркировки с ясным указанием типа и серийного номера системы; комплектность системы в соответствии с Руководством по эксплуатации и описанием типа.

8.1.2 Систему считают прошедшей операцию поверки, если отсутствуют видимые повреждения, есть заземление, подключение к электрической сети, маркировка, с указанием типа и серийного номера системы; комплектность системы соответствует руководству по эксплуатации и описанию типа.

8.2 Проверка идентификации программного обеспечения

8.2.1 Включают входящий в состав системы встроенный компьютер, загружают программное обеспечение (ПО), проверяют его наименование и версию.

8.2.2 Систему считают прошедшей операцию поверки, если наименование и версия ПО соответствует данным, указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Identifier C1 Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.0
Цифровой идентификатор ПО	–

8.3 Опробование

8.3.1 Опробование измерительного модуля

При опробовании измерительного модуля следует использовать контрольный накопитель (verification badge), входящий в комплект системы.

8.3.1.1 Загрузить ПО и войти с уровнем доступа «Technitian». В открывшемся окне произвести щелчок по кнопке «Connect» (Соединить), при этом откроется окно, обеспечивающее поверку. В этом окне произвести щелчок по кнопке «System hardware check» (проверка аппаратной части), после чего загрузится одноименное окно.

8.3.1.2 Приготовить держатель мембран типа «Н» (slide H), входящий в комплект системы.

8.3.1.3 Закрепить держатель мембран типа «Н» в контрольном накопителе, при этом не следует прикреплять прижимные пружины (см. рисунок 3).

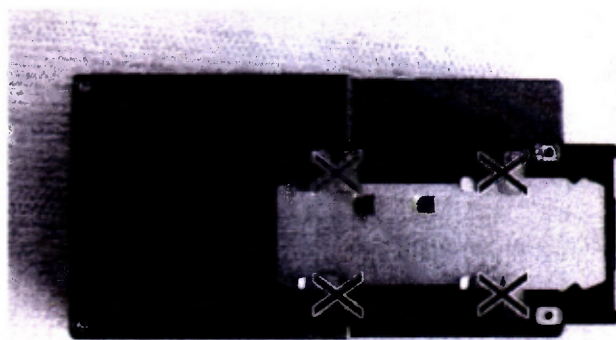


Рисунок 3 – Установка держателя мембраны в контрольном накопителе перед загрузкой в измерительный модуль

8.3.1.4 Поместить контрольный накопитель (А), указанный на рисунке 4а, в выдвижной лоток (В) измерительного модуля для загрузки накопителей и ввести лоток в гнездо измерительного модуля (см. рисунок 4б).

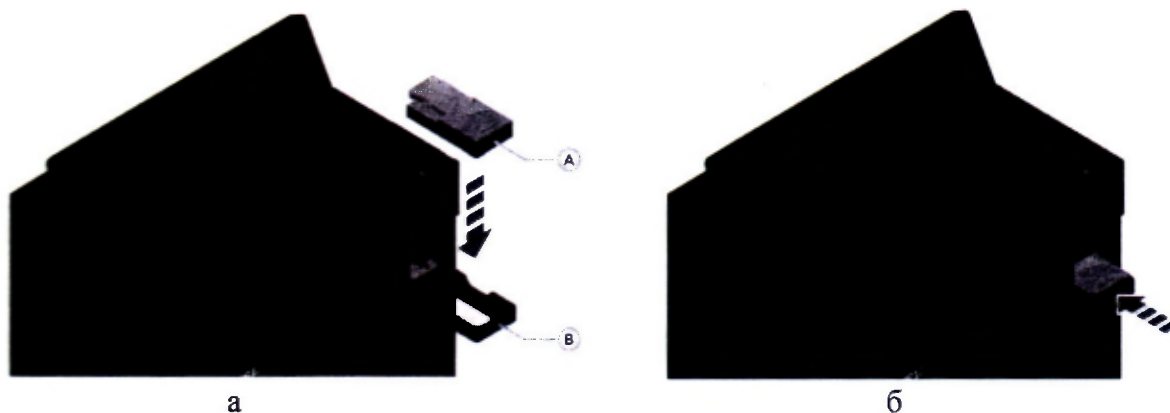


Рисунок 4 – Загрузка контрольного накопителя в измерительный модуль

8.3.1.5 В окне ПО произвести щелчок по кнопке «Confirm» (Подтвердить), подав тем самым команду на проверку оптической системы измерительного модуля. При этом внутри модуля держатель мембран автоматически извлекается из накопителя и производится измерение мощности лазера и интенсивности комбинационного (рамановского) рассеяния от пластины из двуокиси кремния, находящейся в одном из гнезд держателя типа «Н».

8.3.1.6 По окончании процедур, перечисленных в п. 8.3.5, держатель мембран автоматически возвращается в контрольный накопитель, находящийся внутри измерительного модуля, лоток с накопителем выдвигается из модуля, а в окне ПО отображаются результаты измерений.

8.3.2 Опробование фильтровых накопителей

При опробовании проверяется отклонение показаний расхода воздуха, определяемых в каждом из фильтровых накопителей, входящих в состав системы.

8.3.2.1 Установить держатель мембран с закрепленными в нем мембранами в проверяемый фильтровый накопитель.

8.3.2.2 К выходу первого воздушного насоса фильтрового накопителя подключить счетчик-расходомер неагрессивных газов FP PFMV 505-1.

8.3.2.3 Подключить фильтровый накопитель и счетчик-расходомер к компьютеру (счетчик-расходомер подключается через модуль сбора данных), включить компьютер и загрузить окно ПО предназначенное для контроля измерения расхода газа, нажав «Flow rate».

8.3.2.4 Для каждого из воздушных насосов, входящих в состав фильтрового накопителя, произвести по 5 циклов измерений, при значении мощности насоса в 65 % от максимального. В каждом цикле измеряются и передаются в компьютер перепад давлений на мембране (по датчику давлений, находящемуся внутри накопителя) и расход воздуха (по внешнему расходомеру), длительность цикла составляет 200 секунд, результаты измерений, проведенных в течение цикла. При этом компьютерная программа вычисляет расход воздуха по заложенным в память накопителя параметрам эмпирической формулы.

8.3.2.5 Для каждой серии определений расхода воздуха (расчетным путем и по внешнему расходомеру) в каждом из воздушных насосов вычислить среднее значение расхода воздуха, мл/мин, по формуле (1):

$$\bar{F} = \frac{\sum_{i=1}^N F_i}{N}, \quad (1)$$

где F_i – измеренное или рассчитанное значение расхода воздуха в i -ой серии, мл/мин;
 N - общее число определений.

8.3.2.6 Отклонение показаний расхода воздуха для каждого из насосов, Δ , %, вычислить по формуле (2):

$$\Delta = \frac{\bar{F}_{\text{рассчит}} - \bar{F}_{\text{измер}}}{\bar{F}_{\text{рассчит}}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $\bar{F}_{\text{рассчит}}$ – рассчитанное в системе среднее значение расхода воздуха, мл/мин;

$\bar{F}_{\text{измер}}$ – измеренное внешним расходомером среднее значение расхода воздуха, мл/мин.

8.3.3 Систему считают прошедшей операцию поверки, если измеренная мощность лазера составляет не менее 2,5 мВт; интенсивность комбинационного (рамановского) рассеяния соответствует $(550,0 \pm 82,5)$ относительных единиц; отклонение показаний расхода воздуха для каждого из насосов не превышает 10 %.

8.4.1 Определение диапазона измерений массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема

При определении диапазона подтверждается возможность измерения массовой концентрации ОУНТ на нижней и верхней его границах с погрешностями, не превышающими установленных значений. Для этого необходимо:

8.4.1.1 В окне ПО системы произвести щелчок по кнопке «CNT mass check» (проверка массы ОУНТ), загрузив тем самым одноименное окно.

8.4.1.2 Закрепить в контрольном накопителе держатель типа «М» с мембранами, массовая концентрация ОУНТ в которых составляет 0,005 и 1,0 мг/дм³ подготовленным по п.7.3.

8.4.1.3 В окне ПО произвести щелчок по кнопке «Confirm» (Подтвердить), по этой команде запускается процедура сканирования мембран, измерения интенсивности комбинационного (рамановского) рассеяния и вычисления массы ОУНТ по построенному и хранящемуся в ПО градуировочному графику. Каждую мембрану сканируют 5 раз, выполняя измерение нажатием кнопки «Confirm». По окончании измерений, держатель мембран автоматически возвращается в контрольный накопитель, находящийся внутри измерительного модуля, лоток с этим накопителем выдвигается из модуля, а в окне ПО отображаются результаты измерений.

Для каждого сканирования вычисляется массовая концентрация ОУНТ в мембране номинального объема, C_i , мг/дм³, по формуле (3):

$$C_i = \frac{10^{-6} \cdot m_i}{V_{\text{ном}}} \quad (3)$$

где $V_{\text{ном}}$ – номинальный объем мембраны, принимается $V_{\text{ном}} = 10^{-5}$ дм³;

m_i – значение массы ОУНТ в мембране, рассчитанное компьютерной программой по градуировочному графику, нг.

8.4.1.4 По результатам проведенных измерений для каждой из мембран вычисляют среднее значение массовой концентрации ОУНТ, мг/дм³, по формуле (4):

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^N C_i}{N}, \quad (4)$$

Относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) случайной составляющей погрешности измерений массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема, S , %, вычисляют по формуле (5):

$$S = \frac{1}{\bar{C}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (C_i - \bar{C})^2}{N-1}} \cdot 100 \quad (5)$$

где N – общее число измерений (в данном случае $N=5$).

Вычисляют для каждой из мембран систематическую относительную погрешность измерений массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема по формуле (6):

$$\Delta_i = \sqrt{\left(\frac{C_i^{\text{расч}} - C_i^{\text{приг}}}{C_i^{\text{приг}}} \cdot 100\right)^2 + \Delta_{\text{ГСО}}^2 + \Delta_{\text{доз}}^2} \quad (6)$$

где $C_{\text{приг}}$ – значение массовой концентрации по процедуре приготовления контрольной мембраны ($0,005 \text{ мг/дм}^3$ для первой мембраны и $1,0 \text{ мг/дм}^3$ для второй мембраны)

$\Delta_{\text{ГСО}}$ – расширенная неопределенность аттестованного значения ГСО при коэффициенте охвата $k=2$, %

$\Delta_{\text{доз}}$ - предельное значение погрешности пипеточного дозатора, %.

Если измеренные значения массовой концентрации для мембран составляют $(0,0050 \pm 0,0014)$ и $(1,00 \pm 0,28) \text{ мг/дм}^3$ при ОСКО случайной составляющей погрешности, не превышающем 15 %, то диапазон измерения массовой концентрации в мембранах номинального объема от $0,001$ до $1,0 \text{ мг/дм}^3$ считается подтвержденным.

8.4.1.6 Систему считают прошедшей операцию поверки, если измеренный диапазон массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема составляет от $0,005$ до $1,0 \text{ мг/дм}^3$.

4.2 Определение ОСКО случайной составляющей и систематической относительной погрешности измерения массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема

8.4.2.1 В ПО системы загрузить окно «CNT mass check» (проверка массы ОУНТ).

8.4.2.2 Закрепить держатель типа «М» с мембранами, подготовленными по п. 7.2, в контрольном накопителе, при этом не следует прикреплять прижимные пружины (см. рисунок 3).

8.4.2.3 Поместить контрольный накопитель в выдвижной лоток измерительного модуля для загрузки накопителей (см. рисунок 4а) и ввести лоток в гнездо (см. рисунок 4б).

8.4.2.4 В окне ПО произвести щелчок по кнопке «Confirm» (Подтвердить), запускается процедура сканирования мембран, измерения интенсивности комбинационного (рамановского) рассеяния и вычисления массы ОУНТ по ранее построенной и хранящемуся в ПО градуировочному графику. Каждую мембрану сканируют 5 раз, выполняя измерение нажатием кнопки «Confirm». По окончании измерений, держатель мембран автоматически возвращается в контрольный накопитель, находящийся внутри измерительного модуля, лоток с этим накопителем выдвигается из модуля, а в окне ПО отображаются результаты измерений.

8.4.2.5 Для каждого сканирования вычисляется массовая концентрация ОУНТ, C_i , мг/дм^3 , в мембране номинального объема по формуле (3).

8.4.2.6 По результатам проведенных измерений для каждой из мембран вычисляют по формуле (4) среднее значение массовой концентрации ОУНТ \bar{C} , мг/дм^3 , и

относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) случайной составляющей погрешности S , %, по формуле (5).

8.4.2.7 Систематическая составляющая относительной погрешности измерений массовой концентрации ОУНТ, Δ , мг/дм³, вычисляется для каждой мембраны по формуле (6), для значения массовой концентрации по процедуре приготовления раствора, равным 10^{-2} мг/дм³.

8.4.2.8 Систему считают прошедшей операцию поверки, если для каждой из мембран ОСКО случайной составляющей погрешности измерения массовой концентрации ОУНТ не превышает 15 %, систематическая составляющая относительной погрешности измерения массовой концентрации ОУНТ не превышает 28 %.

9 Оформление результатов поверки

9.1 Результаты поверки заносятся в протокол (форма протокола приведена в приложении Б к настоящей методике поверки).

9.2 Системы, прошедшие операции поверки с положительным результатом, признаются годными. На них выдается свидетельство о поверке установленной формы с указанием полученных по п. 8.4 фактических значений метрологических характеристик и наносится знак поверки (место нанесения указано в описании типа) согласно Приказу Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015г. «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», и системы допускают к эксплуатации.

9.3 Системы, прошедшие операции поверки с отрицательным результатом, признаются непригодной, не допускаются к применению и на них выдается извещение о непригодности с указанием причин. Свидетельство о предыдущей поверке и знак поверки аннулируют и выписывают «Извещение о непригодности» с указанием причин в соответствии с требованиями Приказа Министерства промышленности и торговли Российской Федерации №1815 от 02.07.2015 г.

Начальник лаборатории ФГУП «ВНИИОФИ»

А.И. Нагаев

Ведущий научный сотрудник

А.Д. Левин

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(Обязательное)

к Методике поверки МП 005.РЗ-19
«ГСИ. Системы измерений массовой концентрации
углеродных нановолокон Identifier C1»

ПРОТОКОЛ

**первичной / периодической поверки
от « _____ » _____ 201_ года**

Средство измерений: Система измерений массовой концентрации углеродных
(Наименование СИ, тип (если в состав СИ входит несколько автономных блоков

нановолокон Identifier C1

то приводят их перечень (наименования) и типы с разделением знаком «косая дробь» /)

Зав.№ _____ **№/№** _____

Заводские номера блоков

Принадлежащее _____

Наименование юридического лица, ИНН

Поверено в соответствии с методикой поверки МП 005.РЗ-19 «ГСИ. Системы измерений массовой концентрации углеродных нановолокон Identifier C1. Методика поверки», утвержденной ФГУП «ВНИИОФИ» 18 января 2019 года

Наименование документа на поверку, кем утвержден (согласован), дата

С применением эталонов _____

(наименование, заводской номер, разряд, класс точности или погрешность)

При следующих значениях влияющих факторов:

(приводят перечень и значения влияющих факторов, нормированных в методике поверки)

- температура окружающего воздуха, °С
- относительная влажность воздуха, %, не более
- атмосферное давление, кПа

Внешний осмотр: _____

Проверка идентификации программного обеспечения:

Таблица А.1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Identifier C1 Software
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	1.0
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-

Опробование: _____

Получены результаты поверки метрологических характеристик:

Таблица А.2 - Результаты измерений

Характеристика	Результат	Требования методики поверки
Диапазон измерений массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема, мг/дм ³		от 0,005 до 1,0
ОСКО случайной составляющей погрешности измерений массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема, %, не более		15
Систематическая составляющая относительной погрешности измерения массовой концентрации ОУНТ в мембране номинального объема, %, не более		28

Рекомендации

Средство измерений признать пригодным (или непригодным) для применения

Исполнители:

подписи, ФИО, должность

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (Обязательное)
к Методике поверки МП 005.Р3-19
«ГСИ. Системы измерений массовой концентрации углеродных
нановолокон Identifier C1»

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОДНОСТЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК
В ОРГАНИЧЕСКОМ РАСТВОРИТЕЛЕ НА ОСНОВЕ ГСО 11152-2018

Б.1 Оборудование

Б.1.1 Дозаторы пипеточные одноканальные «Техно», регистрационный номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 43129-15.

Модель ДПОП-1-100-1000. Диапазон объемов дозирования от 100 до 1000 мкл, дискретность установки 1,0 мкл, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности \pm (от 1,5 до 1,0) %, пределы допускаемого среднеквадратичного отклонения случайной составляющей относительной погрешности от 2,0 до 1,0 %.

Модель ДПОП-1-10-100. Диапазон объемов дозирования от 10 до 100 мкл, дискретность установки 0,2 мкл, предел допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности \pm (от 2,5 до 1,5) %, пределы допускаемого среднеквадратичного отклонения случайной составляющей относительной погрешности от 3,0 до 2,0 %.

Б.1.2 Гомогенизатор ультразвуковой Sonicator Q55, Qsonica.

Б.1.3 Наконечники полимерные, одноразовые, объем 1,0 см³

Б.1.4 Пробирки стеклянные с винтовыми крышками из полипропилена или высокомолекулярного полиэтилена, свободностоящие, градуированные, объемом 5 см³.

Б.1.5 Бумага фильтровальная ГОСТ 12026-76

Б.2 Реактивы

Б.2.1.6 N-метилпирролидон (далее – NMP), степень чистоты от 99,7 до 99,9 %, .

Б.2.2 Вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018

Б.3 Приготовление растворов

Б.3.1 Обмыть наружную поверхность пробирки с ГСО дистиллированной водой и высушить поверхность пробирки фильтровальной бумагой.

Б.3.2 Для приготовления 500 мкл растворов с концентраций ОУНТ 1 и 10 мг/дм³ рассчитывают объем СО, V_{CO} , мкл, по формуле (Б.1):

$$V_{CO} = \frac{C_{приг} \cdot 500}{C_{ат}}, \quad (Б.1)$$

где $C_{приг}$ – концентрация СО приготавливаемого раствора, мг/дм³;

$C_{ат}$ – аттестованная концентрация СО, мг/дм³.

Б.3.3 Вскрыть пробирку с СО.

Б.3.4 Приготовить по 500 мкл растворов с концентрациями 1; 10 мг/дм³.

Для этого с помощью пипеточного дозатора ДПОП-1-100-1000 или ДПОП-1-10-100 отобрать из пробирки с СО рассчитанные по (Б1) объемы СО, V_{CO} , см³, и перенести в стеклянную пробирку объемом 5 см³.

Довести, пользуясь тем же дозатором, объем СО, перенесенного в стеклянную пробирку для приготовления раствора заданной концентрацией, до 500 мкл чистым NMP. Объем добавляемого NMP, V_{NMP} , мкл, рассчитать по формуле (Б.2):

$$V_{NMP} = 500 - V_{CO} \quad (\text{Б.2})$$

Закрывать пробирку крышкой и перемешать содержимое, переворачивая её 10 раз.

Б.3.6 Приготовить 500 мкл раствора концентрацией 0,05 мг/дм³.

Для этого отобрать с помощью пипеточного дозатора ДПОП-1-10-100 25 мкл ОУНТ концентрацией 1 мг/дм³, приготовленного по Б3. внести в чистую стеклянную пробирку и добавить, пользуясь дозатором ДПОП-1-100-1000, 475 мкл NMP, доведя тем самым объем раствора до 500 мкл. Закрывать пробирку крышкой и перемешать содержимое, переворачивая её 10 раз.

Б.3.7 Приготовленные растворы следует использовать в день приготовления. Непосредственно перед использованием растворы необходимо подвергнуть ультразвуковой обработке с помощью гомогенизатора, указанного в п. Б.1.2.

Б.4 Расчет погрешности значений массовой концентрации ОУНТ для приготовленных растворов.

Основные составляющие:

- расширенная неопределенность аттестованного значения ГСО 11152-2018 при $k=2$ $\sigma_{ГСО} = 20$ %;
- суммарная погрешность дозатора ДПОП-1-100-1000 $\sigma_{доз1} = 4,27$ % (геометрическая сумма систематической составляющей и удвоенного СКО)
- суммарная погрешность дозатора ДПОП-1-10-100 $\sigma_{доз2} = 6,5$ % (только для раствора с массовой концентрацией 0,05 мг/дм³, оценена как геометрическая сумма систематической составляющей и удвоенного СКО).

Относительная погрешность значения массовой концентрации ОУНТ $\sigma_{ОУНТ}$, %, для приготовленных растворов оценивается по формулам (Б.3) и (Б.4):

- для растворов с массовой концентрацией ОУНТ 1 и 10 мг/дм³

$$\sigma_{ОУНТ} = \sqrt{\sigma_{ГСО}^2 + 2 \cdot \sigma_{Доз1}^2} = 20,9 \quad (\text{Б.3})$$

- для раствора с массовой концентрацией ОУНТ 0,05 мг/дм³

$$\sigma_{ОУНТ} = \sqrt{\sigma_{ГСО}^2 + 3 \cdot \sigma_{Доз1}^2 + \sigma_{Доз2}^2} = 22,3 \quad (\text{Б.4})$$