



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР СТАНДАРТИЗАЦИИ,  
МЕТРОЛОГИИ И ИСПЫТАНИЙ В Г. МОСКВЕ И МОСКОВСКОЙ ОБЛАСТИ»  
(ФБУ «РОСТЕСТ-МОСКВА»)**

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора  
ФБУ «Ростест-Москва»



А.Д. Меньшиков

М.п.

"17" февраля 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**ИЗМЕРИТЕЛИ КОМБИНИРОВАННЫЕ**

Testo Saveris 0560

Методика поверки

РТ-МП-1095-442-2021

(с Изменением № 1)

г. Москва  
2021 г.

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на измерители комбинированные Testo Saveris 0560 (далее – Testo Saveris 0560) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

1.2 Выполнение всех требований настоящей методики обеспечивает прослеживаемость поверяемого Testo Saveris 0560 к следующим государственным первичным эталонам:

– ГЭТ 34 Государственный первичный эталон единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °С;

– ГЭТ 35 Государственный первичный эталон единицы температуры - кельвина в диапазоне от 0,3 до 273,16 К.

– ГЭТ 3 Государственный первичный эталон единицы массы (килограмма)

### (п.1.2. Измененная редакция. Изм. №1)

1.3 В целях обеспечения прослеживаемости поверяемого Testo Saveris 0560 к государственным первичным эталонам единиц величин необходимо соблюдать требования п.п. 5.3 и 5.4 настоящей методики поверки.

1.4 В настоящей методике поверки используются методы:

– непосредственного сличения с эталонным средством поверки;

– прямых измерений на эталонном средстве поверки.

## 2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении первичной и периодической поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень операций поверки

| Наименование операции  | Номер пункта методики поверки | Необходимость выполнения 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                            |                              |                       |
| - определение абсолютной погрешности измерений температуры   | 10.1                          | Да                           | Да                    |
| - проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ | 10.2                          | Да                           | Да                    |
| Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям                                    | 11                            | Да                           | Да                    |

(Таблица 1. Измененная редакция. Изм. №1)

2.2 Поверку проводить по отдельности для каждого съемного зонда, входящего в комплект измерителя комбинированного Testo Saveris 0560.

2.3 Определение погрешности измерений температуры проводить в диапазоне, указанном на этикетке съемного зонда. В случае отсутствия на этикетке информации о диапазоне измерений, поверка проводится в полном диапазоне, указанном в описании типа.

2.4 По заявлению владельца средства измерений допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов на меньшем числе измеряемых величин. Указание информации об объеме проведенной поверки при оформлении результатов поверки обязательно.

**(п.2.4. Введен дополнительно. Изм. №1)**

### 3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия влияющих факторов:

- температура окружающего воздуха, °С от плюс 15 до плюс 25;
- относительная влажность окружающего воздуха, %, от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.

### 4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие необходимую квалификацию, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационной документацией на средства поверки и поверяемые Testo Saveris 0560.

4.2 Требования к количеству специалистов в целях обеспечения безопасности работ и возможности выполнения процедур поверки отсутствуют.

### 5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

| Номер пункта документа по поверке | Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки   |
|-----------------------------------|---|
| 10.1                              | Термопреобразователь сопротивления платиновый эталонный ПТСВ-12-3, диапазон измерений температуры от -50 до +450 °С, 3-й разряд по ГОСТ 8.558-2009 (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 65421-16) (далее – эталонный термометр)  |
|                                   | Измеритель температуры многоканальный прецизионный МИТ 8.10, диапазон измерений температуры от -200 до +500 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm(0,0035+10^{-5} \cdot  t )$ °С (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 19736-11) (далее – МИТ 8) |
|                                   | Термостаты переливные прецизионные ТПП, диапазон воспроизведения температуры от -75 до +300 °С, нестабильность поддержания температуры не более $\pm 0,01$ °С (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 33744-07) (далее – термостаты переливные)                                       |

| Номер пункта документа по поверке | Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки  |
|-----------------------------------|--|
|                                   | Калибраторы температуры поверхностные КТП, диапазон воспроизведения температуры поверхности от -40 до +600 °С, предел допускаемой абсолютной погрешности воспроизведения температуры рабочей зоны поверхности $\pm(0,2 + 0,003 \cdot  t )$ °С, нестабильность поддержания температуры поверхности $\pm 0,1$ °С (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 53247-13) (далее – КТП) |
|                                   | Калибратор многофункциональный BEAMEX MC6 (-R), диапазон воспроизведения напряжения постоянного тока от -1 до +1 В, погрешность воспроизведения напряжения постоянного тока $\pm(0,00007 \cdot U + 4)$ мкВ (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 52489-13) (далее – калибратор многофункциональный)  |
| 10.2                              | Поверочный образец, в соответствии с Приложением А методики поверки МП 38-251-2019 «ГСИ. Измерители содержания полярных веществ testo 270. Методика поверки», интервал массовой доли полярных веществ от 2 до 10 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли полярных веществ при доверительной вероятности $P=0,95$ не более $\pm 1$ %ТРМ;  |
| 10.2                              | Поверочный образец, в соответствии с Приложением А методики поверки МП 38-251-2019 «ГСИ. Измерители содержания полярных веществ testo 270. Методика поверки», интервал массовой доли полярных веществ от 18 до 25 %, доверительные границы абсолютной погрешности массовой доли полярных веществ при доверительной вероятности $P=0,95$ не более $\pm 1$ %ТРМ  |
|                                   | Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, диапазон измерений температуры от -50 до +200 °С, предел допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,05$ °С (номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 61806-15)   |
|                                   | Термостат жидкостный с диапазоном воспроизведения температуры $(50 \pm 5)$ °С.   |

**(Таблица 2. Измененная редакция. Изм. №1)**

5.2 Допускается применение других средств поверки с метрологическими и техническими характеристиками, обеспечивающими передачу единицы величины поверяемому средству измерений с точностью, удовлетворяющей требованиям поверочной схемы ГОСТ 8.558-2009 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений температуры.

5.3 Средства измерений, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа и иметь действующую поверку.

5.4 Эталоны единиц величин, используемые при поверке, должны быть утверждены и иметь действующую аттестацию в соответствии с Положением об эталонах единиц величин, используемых в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 23 сентября 2010 г. № 734.

## **6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

6.1 При проведении поверки необходимо соблюдать:

- общие правила техники безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.003 «Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности»;
- правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации 15 декабря 2020 года № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- указания по технике безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на средства поверки;
- указания по технике безопасности, приведенные в эксплуатационной документации на Testo Saveris 0560.

## **7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

При внешнем осмотре Testo Saveris 0560 проверяется:

- соответствие внешнего вида и маркировки описанию типа и эксплуатационной документации на Testo Saveris 0560;
- отсутствие видимых повреждений электронного блока Testo Saveris 0560 и съемных зондов, которые могут повлиять на метрологические характеристики;
- отсутствие посторонних шумов при наклонах электронного блока Testo Saveris 0560;
- наличие заводского номера, имеющего цифровое или буквенно-цифровое обозначение, на электронном блоке Testo Saveris 0560 и на каждом съемном зонде, предоставленных в поверку.

При несоответствии электронного блока Testo Saveris 0560 перечисленным требованиям, Testo Saveris 0560 дальнейшей поверке не подлежит в полном комплекте, предоставленном в поверку. При несоответствии требованиям отдельных съемных зондов, предоставленных в поверку, данные зонды дальнейшей поверке не подлежат.

## **8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

8.1 Измеритель комбинированный Testo Saveris 0560 должен предварительно выдерживаться в нерабочем состоянии при температуре окружающего воздуха, указанной в п. 3 настоящей методики поверки, не менее двух часов.

8.2 Опробование проводить для каждого съемного зонда и электронного блока Testo Saveris 0560, входящих в комплект измерителя комбинированного Testo Saveris 0560. Опробование считать положительным если:

- электронный блок Testo Saveris 0560 включается при наличии заряженных элементов питания;
- результаты измерений температуры Testo Saveris 0560 изменяются при изменении температуры чувствительного элемента подключенного съемного зонда.

При отрицательных результатах опробования электронного блока Testo Saveris 0560 измерители комбинированные Testo Saveris 0560 дальнейшей поверке не подлежат. При отрицательных результатах опробования отдельных съемных зондов, предоставленных в поверку, данные зонды дальнейшей поверке не подлежат.

## **9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

9.1 При проверке программного обеспечения (ПО) подтвердить соответствие метрологически значимой части номера версии ПО.

9.2 Номер версии ПО отображается на экране электронного блока Testo Saveris 0560 при его включении.

9.3 Метрологически значимая часть соответствует первому числу до первой точки в номере версии ПО.

9.4 Проверку ПО считать положительной, если метрологически значимая часть ПО не ниже указанной в описании типа. В противном случае дальнейшую поверку не проводить.

## **10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

10.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры.

10.1.1 Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить не менее чем в трех контрольных точках, равномерно распределенных внутри диапазона измерений температуры, включая два крайних значения диапазона. Интервал между контрольными значениями не должен превышать 60 % диапазона измерений. Допускается отклонение от крайних значений в пределах  $\pm 1$  °C без превышения диапазона измерений температуры Testo Saveris 0560 в комплекте с съемным зондом.

10.1.2 Определение абсолютной погрешности измерений температуры проводить методами:

- непосредственного сличения с эталонным термометром в термостатах переливных для Testo Saveris 0560 в комплекте со съемными зондами 0612 1010 XX, 0612 1011 XX, 0612 1012 XX, 0612 1014 XX, 0440 1328 XX;

- прямых измерений на поверхностных калибраторах КТП-1 и КТП-2 для Testo Saveris 0560 в комплекте со съемными зондами 0612 1013 XX, SPEC 1013;

- прямых измерений сигналов термоэлектрических преобразователей типа К (по ГОСТ Р 8.585-2001) от калибратора многофункционального для Testo Saveris 0560 в комплекте со съемным зондом 0612 1015.

10.1.3 Определение абсолютной погрешности измерений температуры методом непосредственного сличения с эталонным термометром

10.1.3.1 При определении абсолютной погрешности измерений температуры методом непосредственного сличения воспроизведение контрольного значения температуры осуществлять с помощью термостата переливного.

10.1.3.2 Отсчет эталонного значения температуры проводить с помощью эталонного термометра, подключенного к МИТ 8.

10.1.3.3 В рабочую зону термостата съемный зонд Testo Saveris 0560 и эталонный термометр помещать таким образом, чтобы их чувствительные элементы находились в непосредственной близости.

10.1.3.4 Глубина погружения съемного зонда Testo Saveris 0560 и эталонного термометра должны соответствовать их эксплуатационной документации.

10.1.3.5 Отсчет результатов измерений эталонного термометра и Testo Saveris 0560 проводить после выхода термостата переливного на установленный температурный режим и стабилизации показаний эталонного термометра и Testo Saveris 0560. При наличии функции Auto-Hold съемный зонд погружать в термостат заранее до включения электронного блока

Testo Saveris 0560. Предварительное время выдержки зонда в термостате должно составлять не менее 5 минут, после чего включить электронный блок и выполнить измерения.

10.1.3.6 Обработку результатов измерений, полученных в п. 10.1.3, выполнять в соответствии с п. 11.1.

10.1.4 Определение погрешности измерений температуры методом прямых измерений на КТП

10.1.4.1 При определении погрешности измерений температуры воспроизведение контрольных значений температуры осуществлять с помощью КТП.

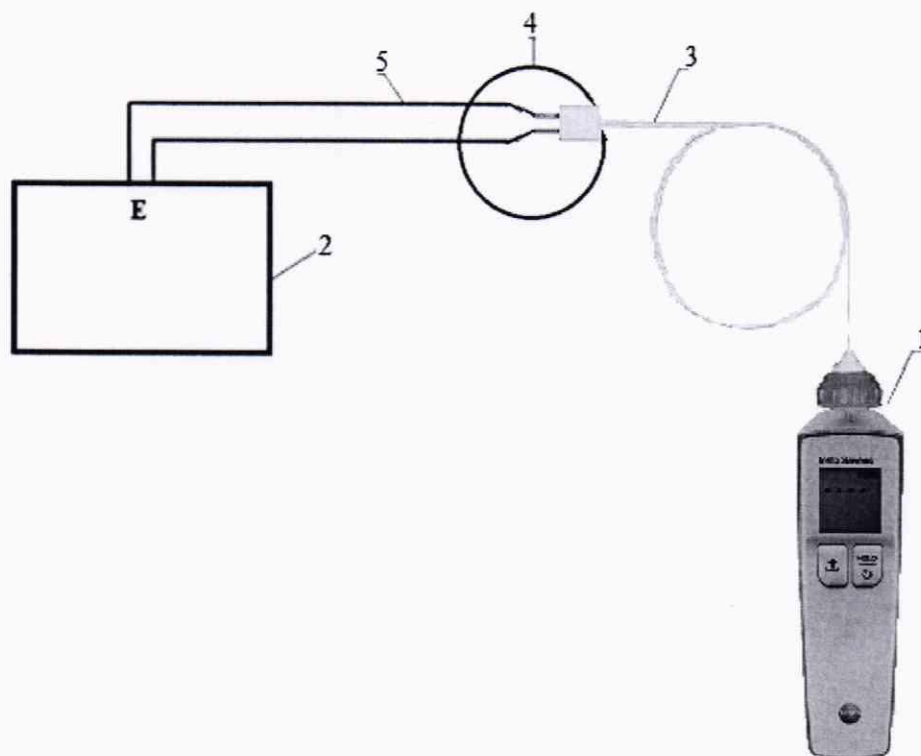
10.1.4.2 Рабочую поверхность зонда прикладывать к рабочей поверхности КТП в соответствии с руководством по эксплуатации на КТП. При измерениях температуры следить, чтобы измерительная головка съемных зондов плотно прилегала к поверхности КТП по всей окружности рабочей части поверхностного зонда.

10.1.4.3 При наличии функции Auto-Hold съемный поверхностный зонд прикладывать к рабочей поверхности КТП заранее до включения электронного блока Testo Saveris 0560. Предварительное время выдержки поверхностного зонда на рабочей поверхности КТП должно составлять не менее 5 минут, после чего включить электронный блок и выполнить измерения.

10.1.4.4 Обработку результатов измерений, полученных в п. 10.1.4, выполнять в соответствии с п. 11.1.

10.1.5 Определение абсолютной погрешности измерений температуры методом прямых измерений сигналов термоэлектрических преобразователей типа К (по ГОСТ Р 8.585-2001) от калибратора многофункционального

10.1.5.1 Для определения абсолютной погрешности измерений температуры собрать электрическую схему, руководствуясь рисунком 1.



1 – измеритель комбинированный Testo Saveris 0560; 2 – ВЕАМЕХ МС6; 3 – съемный зонд 0612 1015;  
4 – сосуд с льдодводяной смесью; 5 – медные провода

Рисунок 1 – Электрическая схема для проверки диапазона и определение погрешности измерений температуры

10.1.5.2 При подключении измерителя к калибратору многофункциональному соблюдать полярность подключения.

10.1.5.3 Задавать на калибраторе многофункциональном значения напряжения, соответствующие температуре для градуировочной характеристики преобразователя термоэлектрического типа К по ГОСТ Р 8.585-2001.

10.1.5.4 Обработку результатов измерений, полученных в п. 10.1.5, выполнять в соответствии с п. 11.1.

10.2 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ

10.2.1 Проверка диапазона измерений и определение абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ проводить для Testo Saveris 0560 в комплекте со съемными зондами 0612 1012 XX и 0440 1328 XX в соответствии с п.п.9.3.1 и 9.3.2 документа МП 38-251-2019 «ГСИ. Измерители содержания полярных веществ testo 270. Методика поверки» (тип средства измерений зарегистрирован в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений под регистрационным номером 83676-21).

10.2.2 При поверке использовать поверочные образцы, срок изготовления которых не ранее 2 месяцев до даты поверки. Поверочные образцы не должны иметь посторонних примесей.

10.2.3 Измерения проводить в соответствии с руководством по эксплуатации на Testo Saveris 0560 при температуре образца  $(50 \pm 5)$  °С. Отсчет результатов измерений производить после стабилизации показаний.

**(п. 10.2. Введен дополнительно. Изм. №1)**

## **11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ**

11.1 По результатам, полученным в п.п. 10.1.3, 10.1.4, 10.1.5, вычислить абсолютную погрешность измерений температуры  $\Delta t$ , °С, по формуле

$$\Delta t = t_{\text{изм}} - t_{\text{эт}}, \quad (1)$$

где  $t_{\text{изм}}$  – измеренное значение температуры с помощью Testo Saveris 0560, °С;

$t_{\text{эт}}$  – эталонное значение температуры, полученное с помощью эталонного термометра (п. 10.1.3), КТП (п. 10.1.4) или калибратора многофункционального (п. 10.1.5), °С.

11.2 Результаты поверки измерителя комбинированного Testo Saveris 0560 по каналу измерений температуры считать положительным, если значения абсолютной погрешности измерений температуры, рассчитанные по формуле (1), не превышают предельных допустимых значений, указанных в описании типа, для всех контрольных значений, указанных в п. 10.1.1.

11.3 Результаты поверки измерителя комбинированного Testo Saveris 0560 по каналу измерений массовой доли полярных веществ считать положительными, если значения диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ не превышают предельных допустимых значений, указанных в описании типа.

11.4 Критерием принятия специалистом, проводившим поверку, решения по подтверждению соответствия средства измерений метрологическим требованиям, установленным при утверждении типа является обязательное выполнение всех процедур, перечисленных в пп. 8, 9; 10, и соответствие действительных значений метрологических



характеристик измерителя комбинированного Testo Saveris 0560 требованиям, указанным в пунктах 11.1 - 11.3 настоящей методики поверки  
(п.11.3, п.11.4. Введены дополнительно. Изм. №1)

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

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

12.2 При оформлении результатов поверки указывать заводской номер измерительного блока, а так же перечислять артикулы и заводские номера съемных зондов, входящих в комплект измерителя комбинированного Testo Saveris 0560.

12.3 При отрицательных результатах поверки измерителя комбинированного Testo Saveris 0560 в комплекте с отдельными съемными зондами результаты поверки оформлять отдельно для комплекта с положительными результатами поверки и с отрицательными результатами поверки.

12.4 При положительных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его в поверку, выдается свидетельство о поверке средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

12.5 При отрицательных результатах поверки по заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его в поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений, оформленное в соответствии с действующими нормативно-правовыми документами.

12.6 Требования к оформлению протокола поверки не предъявляются.

Ведущий инженер по метрологии  
лаборатории № 442

Д.А. Николаев

Начальник лаборатории № 442

Д.А. Подобрянский

Начальник лаборатории № 448

А.Г. Дубинчик

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии  
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  
ФГБУН «ФИЦ питания и  
биотехнологии»

*Д.И.М.*  
\_\_\_\_\_ Митюк Д.Б.  
" 03 " 03 2020 г.  


**Утверждаю**

Директор УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ  
им.Д.И.Менделеева»

*С.В.М.*  
\_\_\_\_\_ Медведевских С.В.  
" 03 " 03 2020 г.  


**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

**Измерители содержания полярных веществ testo 270**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 38-251-2019**

**Екатеринбург**

**2020**

## ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 **РАЗРАБОТАНА** 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»), ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии».
- 2 **ИСПОЛНИТЕЛЬ** и. о. зав. лаб. 251 Собина Е.П., ст.н.с. лаб. пищевых биотехнологий и специализированных продуктов Саркисян В.А.
- 3 **УТВЕРЖДЕНА** директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2020 г.
- 4 **СОГЛАСОВАНА** директором ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии» в 2020 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

|   |   |    |
|---|---|----|
| 1 | Область применения.....                 | 4  |
| 2 | Нормативные ссылки.....                 | 4  |
| 3 | Операции поверки.....                   | 5  |
| 4 | Средства поверки.....                   | 5  |
| 5 | Требования безопасности.....            | 6  |
| 6 | Условия поверки и подготовки к ней..... | 6  |
| 7 | Подготовка к поверке.....               | 6  |
| 8 | Проведение поверки.....                 | 7  |
| 9 | Оформление результатов поверки.....     | 9  |
|   | Приложение А.....                       | 10 |
|   | Приложение Б.....                       | 19 |

Дата введения в действие:

## 1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на измерители содержания полярных веществ testo 270 (далее – измерители) производства Testo SE & Co. KGaA, Германия. Измерители подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке.

Поверка измерителей должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

Интервал между поверками – один год.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»

Приказ Минтруда России от 24.07.2013 N 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

ГОСТ 1129-2013 «Масло подсолнечное. Технические условия»

ГОСТ OIML R 76-1-2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»

ГОСТ 5583-78 «Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия»

ГОСТ 1770-74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»

ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры»

ГОСТ 20015-88 «Хлороформ. Технические условия»

ТУ 6-02-1244-83 «Эфир петролейный. Технические условия»

ТУ 2631-158-44493179-13 с изм. 1 «Гексан. Технические условия»

ТУ 2600-001-43852015-10 «Эфир диэтиловый. Технические условия»

ГОСТ 61-75 «Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия»

ТУ 6-09-3540-78 «Фосфорномолибденовая кислота водная. Технические условия»

ГОСТ 3769-78 «Реактивы. Аммоний серноокислый. Технические условия»

ГОСТ 4204-77 «Реактивы. Кислота серная. Технические условия»

ГОСТ Р 57251-2016 «Спирт этиловый технический. Правила приемки и методы анализа».

ГОСТ 29227-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»

### 3 Операции поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

| Наименование операции  | Номер пункта методики поверки | Обязательность проведения операций при |                       |
|--|-------------------------------|--|-----------------------|
|  |                               | первичной поверке                      | периодической поверке |
| 1 Внешний осмотр   | 9.1                           | да                                     | да                    |
| 2 Опробование  | 9.2                           | да                                     | да                    |
| 3 Проверка метрологических характеристик                                     | 9.3                           | да                                     | да                    |
| 3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ | 9.3.1                         | да                                     | да                    |
| 3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли полярных веществ              | 9.3.2                         | да                                     | нет                   |
| 3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры исследуемой среды  | 9.3.3                         | да                                     | да                    |
| 3.4 Проверка диапазона измерений температуры исследуемой среды               | 9.3.4                         | да                                     | нет                   |

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, измеритель бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца измерителя допускается проводить периодическую поверку для меньшего числа величин. Данную информацию приводят в свидетельстве о поверке.

### 4 Средства поверки

4.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

– ГСО 9437-2009 стандартный образец смеси триглицеридов жирных кислот, аттестованное значение массовой доли суммы триглицеридов жирных кислот не менее 99,0 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО при  $P=0,95$  составляют  $\pm 0,4$  %;

– измеритель температуры двухканальный прецизионный МИТ 2.05: диапазон измерений температуры при подключении термометра сопротивления на 100 Ом от минус 200 до плюс 500 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры  $\pm(0,004+10^{-5} \cdot t)$  °С, ФИФ № 29933-05;

– термометр сопротивления платиновый вибропрочный эталонный ПТСВ-3-3 (далее – эталонный термометр): диапазон измерений температуры от минус 50 до плюс 500 °С, доверительная погрешность термометра в диапазоне от плюс 30 до плюс 150 °С составляет  $\pm 0,03$  °С, в диапазоне от плюс 150 до плюс 230 °С составляет  $\pm 0,04$  °С, ФИФ № 32777-06;

– термостат переливной прецизионный ТПП-1.0, диапазон воспроизведения температуры от плюс 40 до плюс 200 °С, нестабильность поддержания температуры не более  $\pm 0,02$  °С;

– весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1-2011 специального 1-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания не более 220 г и дискретностью не более 0,0001 г;

– реактор окислительный испытательный Oxitest фирмы Velp Scientifica, Италия, диапазон температур от комнатной до 120 °С, диапазон давления от 0 до 0,8 МПа;

– шприц Hamilton объемом 10 мм<sup>3</sup>, ФИФ № 63779-16;

– шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий нагрев до температуры плюс 200 °С и отклонение температуры от заданной ± 1 °С;

– прибор для тонкослойной хроматографии с денситометром, относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала не более 5%;

– центрифуга лабораторная Vechman J6, обеспечивающая скорость центрифугирования до 3000 об/мин.

4.2 Для контроля внешних влияющих факторов применяют средства измерений температуры и относительной влажности окружающей среды с диапазонами измерений, охватываемыми условия по п. 7.

4.3 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт, испытательное оборудование должно быть аттестовано.

4.4 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность и диапазоны измерений.

## **5 Требования к квалификации персонала**

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

## **6 Требования безопасности**

При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда России от 24.07.2013 № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

## **7 Условия поверки и подготовки к ней**

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- |  |               |
|--|---------------|
| - температура окружающей среды, °С     | от +15 до +25 |
| - относительная влажность, %, не более | 80            |

## **8 Подготовка к поверке**

8.1 Перед проведением поверки необходимо измеритель подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации, поверочные образцы приготовить в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки.

## 9 Проведение поверки

### 9.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре необходимо установить:

- отсутствие видимых повреждений;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- четкость обозначений и маркировки;
- при наклонах измерителя не должно быть посторонних внутренних шумов и стуков.

### 9.2 Опробование

9.2.1 Проверку работоспособности измерителя осуществляют при его включении в соответствии с РЭ: на дисплее измерителя должно отображаться значение измеренной температуры близкой к значению температуры окружающего воздуха в помещении.

### 9.3 Проверка метрологических характеристик

9.3.1 Проверка абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ

9.3.1.1 Проверку абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ проводят с использованием не менее трех поверочных образцов, приготовленных в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки. Проводят не менее 5 измерений массовой доли полярных веществ для каждого поверочного образца.

По результатам измерений для каждого измерения вычисляют абсолютную погрешность измерений массовой доли полярных веществ по формуле

$$\Delta_j = X_{ij} - A_i, \quad (1)$$

где  $X_{ij}$  - результат  $j$ -го измерения массовой доли полярных веществ  $i$ -го поверочного образца, %;

$A_i$  - значение массовой доли полярных веществ  $i$ -го поверочного образца, %.

Полученные значения абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

### 9.3.2 Проверка диапазона измерений массовой доли полярных веществ

9.3.2.1 Проверку диапазона измерений массовой доли полярных веществ проводят одновременно с определением абсолютной погрешности по п. 9.3.1 настоящей методики поверки.

9.3.2.2 За диапазон измерений массовой доли полярных веществ принимают диапазон, приведенный в таблице 2, если полученные по формуле (1) значения погрешностей удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 2.

9.3.3 Проверка абсолютной погрешности измерений температуры исследуемой среды

9.3.3.1 Проверку абсолютной погрешности измерений температуры исследуемой среды проводят не менее чем в трех контрольных значениях, равномерно распределенных внутри диапазона измерений температуры, включая два крайних значения диапазона (или близких к ним).



9.3.3.2 Подготавливают термостат и эталонный термометр к работе согласно РЭ. Устанавливают температуру, соответствующую первому контрольному значению и ожидают выхода термостата на установленный температурный режим.

9.3.3.3 Устанавливают в рабочую зону термостата эталонный термометр, подключенный к измерителю МИТ 2.05, и проверяемый зонд измерителя.

9.3.3.4 Через 10 минут производят три отсчета показаний эталонного термометра ( $t_{эм}$ ) и измерителя ( $t_{изм}$ ) с интервалом 10 секунд, среднее арифметическое значение рассчитывают по формулам:

$$\bar{t}_{эм} = \frac{\sum t_{эмi}}{n}, \quad (2)$$

$$\bar{t}_{изм} = \frac{\sum t_{изми}}{n}. \quad (3)$$

9.3.3.5 Повторяют измерения для остальных контрольных значений температуры.

9.3.3.6 По результатам измерений для каждой контрольной точки вычисляют абсолютную погрешность измерений температуры по формуле

$$\Delta_i = \bar{t}_{изм} - \bar{t}_{эм}. \quad (4)$$

Полученные значения абсолютной погрешности измерений температуры исследуемой среды должны удовлетворять требованиям таблицы 2.

9.3.4 Проверка диапазона измерений температуры исследуемой среды

9.3.4.1 Проверку диапазона измерений температуры проводят одновременно с определением абсолютной погрешности по п. 9.3.3 настоящей методики поверки.

9.3.4.2 За диапазон измерений температуры исследуемой среды принимают диапазон, приведенный в таблице 2, если полученные по формуле (4) значения погрешностей удовлетворяют требованиям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические характеристики измерителей

| Наименование характеристики  | Значение       |
|--|----------------|
| Диапазон измерений массовой доли полярных веществ, %                                   | от 0 до 25     |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ, % | ± 4            |
| Диапазон измерений температуры исследуемой среды, °С                                   | от +40 до +200 |
| Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры исследуемой среды, °С | ± 1,5          |

## **10 Оформление результатов поверки**

10.1 Оформляют протокол проведения поверки, рекомендуемая форма протокола приведена в Приложении Б настоящей методики поверки.

10.2 При положительных результатах поверки измеритель признают пригодным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.


10.3 При отрицательных результатах поверки выдают извещение о непригодности согласно Приказа Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815.

### **Разработчик:**

**К.х.н., и. о. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала ФГУП  
«ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»**

**Ст.н.с. лаб. пищевых биотехнологий и специализиро-  
ванных продуктов ФГБУН «ФИЦ питания и биотехно-  
логии»**

  
Собина Е.П.

  
Саркисян В.А.

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
(обязательное)  
**Приготовление поверочных образцов**

Поверочные образцы представляют собой масло подсолнечное рафинированное дезодорированное высшего сорта по ГОСТ 1129-2013 с известным значением массовой доли полярных веществ.

Поверочным образцом с массовой долей полярных веществ вблизи нижней точки диапазона измерений является масло подсолнечное по ГОСТ 1129-2013 с интервалом массовых долей полярных веществ от 3 до 10 %.

Процедура приготовления поверочного образца с массовой долей полярных веществ, соответствующих середине диапазона измерений в интервале значений от 10 до 18 % описана в п. А.3.

Процедура приготовления поверочного образца с массовой долей полярных веществ вблизи верхней точки диапазона измерений с интервалом массовых долей полярных веществ от 18 до 25 % описана в п.А.2.

**А.1 Реактивы, посуда и оборудование\*:**

А.1.1 Масло подсолнечное рафинированное дезодорированное высшего сорта по ГОСТ 1129-2013;

А.1.2 Реактор окислительный испытательный Oxitest фирмы Velp Scientifica, Италия, диапазон температур от комнатной до 120 °С, диапазон давления от 0 до 0,8 МПа;

А.1.3 Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1-2011 специального 1-го класса точности GR-202 фирмы A&D Co, LTD, Япония, наибольший предел взвешивания 210 г, наименьший предел взвешивания 0,01, дискретность 0,0001 г;

А.1.4 Кислород газообразный медицинский по ГОСТ 5583-78;

А.1.5 Колба мерная 2-25-2 по ГОСТ 1770-74;

А.1.6 Стаканы В-1-50 ТС по ГОСТ 25336-82;

А.1.7 Хлороформ очищенный высший сорт по ГОСТ 20015-88;

А.1.8 ГСО 9437-2009 стандартный образец смеси триглицеридов жирных кислот;

А.1.9 Шприц Hamilton объемом 10 мм<sup>3</sup>, ФИФ № 63779-16;

А.1.10 Пластинки хроматографические алюминиевые, покрытые слоем силикагеля с размером частиц от 0,060 до 0,300 мм (от 60 меш до 230 меш) толщиной 0,25 мм, без флуоресцентного индикатора, размер пластинки не менее 150 × 100 мм;

А.1.11 Камера хроматографическая, закрытая герметичной крышкой по ТУ 4320-012-29508133-2009, размеры камеры 215 мм × 166 мм × 90 мм, общий объем 1,5 л;

А.1.12 Стекланные палочки;

А.1.13 Петролейный эфир по ТУ 6-02-1244-83, температура кипения от 40 до 70 °С;

А.1.14 Гексан по ТУ 2631-158-44493179-13 с изм. 1 квалификации хч;

А.1.15 Диэтиловый эфир по ТУ 2600-001-43852015-10 квалификации чда;

А.1.16 Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61-75 квалификации хч;

А.1.17 Фосфорномолибденовая кислота по ТУ 6-09-3540-78 квалификации чда;

А.1.18 Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769-78 квалификации чда;

А.1.19 Кислота серная по ГОСТ 4204-77 квалификации чда;

А.1.20 Спирт этиловый технический по ГОСТ Р 57251-2016;

\* - допускается применение реактивов, посуды, средств измерений, стандартных образцов и испытательного и вспомогательного оборудования, отличных от приведенных, при условии обеспечения необходимой точности.

А.1.21 Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий нагрев до температуры 200 °С и отклонение температуры от заданной  $\pm 1$  °С;

А.1.22 Прибор для тонкослойной хроматографии с денситометром, относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала не более 5%;

А.1.23 Пипетки градуированные объемом 1 см<sup>3</sup> 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91;

А.1.24 Пробирки полиэтиленовые центрифужные объемом 2 см<sup>3</sup>, 50 см<sup>3</sup> с завинчивающимися крышками;

А.1.25 Колбы К-1-250-29/32 ТС ГОСТ 25336-82;

А.1.26 Метанол «сухой» по ТУ 20.14.22-018-29483781-2018;

А.1.27 Натрия метилат чистотой не менее 95 %;

А.1.28 Мешалка магнитная лабораторная с подогревом;

А.1.29 Центрифуга лабораторная Bectman J6, обеспечивающая скорость центрифугирования до 3000 об/мин.

А.2 Приготовление поверочного образца с массовой долей полярных веществ вблизи верхней точки диапазона измерений с интервалом массовых долей полярных веществ от 18 до 25 % можно осуществить двумя способами:

А.2.1 Способ 1 заключается в окислении масла подсолнечного высшего сорта по ГОСТ 1129-2013 в замкнутой камере при избытке кислорода. Для этого в камеру реактора окислительного испытательного Oxitest помещают (15,00  $\pm$  0,01) г масла, осуществляют нагрев и подачу кислорода при следующих условиях: температура 100 °С, давление кислорода 0,6 МПа. По истечении (60  $\pm$  5) мин окисленное масло отбирают для измерений.

А.2.2 Способ 2 заключается в проведении реакции метанолиза масла подсолнечного высшего сорта по ГОСТ 1129-2013. В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают навеску масла подсолнечного высшего сорта по ГОСТ 1129-2013, равную (180  $\pm$  0,5) г, закрывают крышкой и помещают на магнитную мешалку, перемешивают со скоростью от 300 до 400 об/мин и нагревают до (60  $\pm$  2) °С. Затем в колбу добавляют (4,5  $\pm$  0,1) г метанола, добавляют (0,90  $\pm$  0,01) г метилата натрия. Перемешивают смесь на магнитной мешалке в течение 1,5 ч, поддерживают температуру (60  $\pm$  2) °С. После этого колбу со смесью охлаждают под холодной водой для прекращения реакции метанолиза. Охлажденную смесь разливают в центрифужные пробирки объемом 50 см<sup>3</sup> и центрифугируют в течение 15 мин со скоростью 3000 об/мин. После центрифугирования супернатант аккуратно отбирают пипеткой в чистую центрифужную пробирку. Масло подсолнечное после метанолиза содержит от 18 до 25 % полярных веществ, его используют для дальнейших измерений.

А.3 Приготовление поверочного образца с массовой долей полярных веществ, соответствующих середине диапазона измерений в интервале значений от 10 до 18 %

А.3.1 Навески масла по п.А.1.1 и поверочного образца, приготовленного по п.А.2, равные (10,0  $\pm$  0,1) г взвешивают на весах с точностью до четвертого знака, помещают в стакан по п.А.1.6. и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

А.4 Приготовление растворов образцов

А.4.1 Навеску поверочного образца, приготовленного в соответствии с п.А.2, равную (0,25  $\pm$  0,1) г, взвешивают на весах с точностью до четвертого знака, помещают в мерную колбу объемом 25 см<sup>3</sup>, растворяют в хлороформе и доводят до метки, тщательно перемешивают.

А.4.2 Навеску стандартного образца ГСО 9437-2009, равную (0,25  $\pm$  0,1) г, взвешивают на весах с точностью до четвертого знака, помещают в мерную колбу объемом 25 см<sup>3</sup>, растворяют в хлороформе и доводят до метки. Массовую концентрацию триглицеридов жирных

кислот (неполярных веществ) в полученном растворе (**раствор №1**)  $C_{ГСО}$ , мг/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_{ГСО} = \frac{m_{ГСО} \cdot A_{ГСО} \cdot 10}{V_{раст}}, \quad (A.1)$$

где  $m_{ГСО}$  - навеска раствора стандартного образца по п.А.4.2, г;

$A_{ГСО}$  - аттестованное значение массовой доли триглицеридов жирных кислот в стандартном образце ГСО 9437-2009, %;

$V_{раст}$  - объем раствора стандартного образца, приготовленного по п.А.4.2 ( $V_{раст} = 25$  см<sup>3</sup>).

А.4.3 0,5 см<sup>3</sup> раствора №1, приготовленного по п.А.4.2, отбирают градуированной пипеткой объемом 1 см<sup>3</sup> и помещают в центрифужную пробирку объемом 2 см<sup>3</sup>, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> хлороформа, тщательно перемешивают. Массовую концентрацию триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в полученном растворе (**раствор №2**)  $C_{ГСО}$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_{ГСО} = \frac{C_{ГСО1} \cdot V_{ГСО1}}{V_{раст2}}, \quad (A.2)$$

где  $C_{ГСО1}$  - массовая концентрация триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в растворе стандартного образца (раствор №1), приготовленного по п.А.4.2, мг/см<sup>3</sup>;

$V_{ГСО1}$  - объем раствора стандартного образца (раствора №1), приготовленного по п.А.4.2 и отобранного для приготовления раствора №2, ( $V_{ГСО1} = 0,5$  см<sup>3</sup>);

$V_{раст2}$  - объем раствора №2 ( $V_{раст2} = 1$  см<sup>3</sup>).

А.4.4 0,5 см<sup>3</sup> раствора №2 отбирают градуированной пипеткой объемом 1 см<sup>3</sup> и помещают в центрифужную пробирку объемом 2 см<sup>3</sup>, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> хлороформа, тщательно перемешивают. Массовую концентрацию триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в приготовленном растворе (**раствор №3**)  $C_{ГСО}$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_{ГСО} = \frac{C_{ГСО2} \cdot V_{ГСО2}}{V_{раст3}}, \quad (A.3)$$

где  $C_{ГСО2}$  - массовая концентрация триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в растворе стандартного образца (раствора №2), приготовленного по п.А.4.3, мг/см<sup>3</sup>;

$V_{ГСО2}$  - объем раствора стандартного образца (раствор №2), приготовленного по п.А.4.3 и отобранного для приготовления раствора №3, ( $V_{ГСО2} = 0,5$  см<sup>3</sup>);

$V_{раст3}$  - объем раствора №3 ( $V_{раст3} = 1$  см<sup>3</sup>).

А.4.5 Навеску масла подсолнечного по п.А.1.1, равную  $(0,25 \pm 0,1)$  г, взвешивают на весах с точностью до четвертого знака, помещают в мерную колбу объемом 25 см<sup>3</sup>, растворяют в хлороформе и доводят до метки, тщательно перемешивают.

А.4.6  $(0,25 \pm 0,1)$  г масла, приготовленного по п.А.3, взвешивают на весах с точностью до четвертого знака, помещают в мерную колбу объемом 25 см<sup>3</sup>, растворяют в хлороформе и доводят до метки, тщательно перемешивают.

А.4.7 В таблице А.1 представлены наименования приготовленных растворов образцов и ожидаемые массовые концентрации неполярных веществ.

Таблица А.1. – Наименования приготовленных растворов образцов и ожидаемые массовые концентрации неполярных веществ

| № п/п | Наименование раствора образца                           | Ожидаемое значение массовой концентрации неполярных веществ, мг/см <sup>3</sup> | Пункт методики поверки | Применение раствора   |
|-------|---|---|------------------------|-----------------------|
| 1     | Раствор стандартного образца ГСО 9437-2009 - раствор №1 | 11,73   | п. А.4.2               | Построение ГХ         |
| 2     | Раствор стандартного образца ГСО 9437-2009 - раствор №2 | 5,87  | п. А.4.3               | Построение ГХ         |
| 3     | Раствор стандартного образца ГСО 9437-2009 - раствор №3 | 2,94  | п. А.4.4               | Построение ГХ         |
| 4     | Раствор стандартного образца ГСО 9437-2009 - раствор №4 | 9,38  | п. А.6.3.1             | Оценка погрешности ГХ |
| 5     | Раствор стандартного образца ГСО 9437-2009 - раствор №5 | 3,52  | п. А.6.3.1             | Оценка погрешности ГХ |

А.5 Разделение полярных и неполярных соединений в растворах, полученных по пп.А.4.1 – А.4.6, методом тонкослойной хроматографии

А.5.1 На две хроматографические пластинки с помощью шприца Hamilton объемом 10 мм<sup>3</sup> наносят по 4 мм<sup>3</sup> растворов, приготовленных по п.А.4.1 – А.4.6. Растворы наносят в виде пятен на расстоянии не менее 1 см друг от друга. Каждый раствор наносят не менее двух раз на каждую пластинку. Вводят раствор на пластинку постепенно, давая просохнуть каплям и не допуская растекания.

А.5.2 Массу триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в растворах стандартных образцов №1, №2, №3  $m_{нв}$ , мг, нанесенных на пластинку, вычисляют по формуле

$$m_{нв} = \frac{C_{ГСО_i} \cdot V_{ГСО_i}}{1000}, \quad (A.4)$$

где  $C_{ГСО_i}$  - массовая концентрация триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в растворе, приготовленном по п.А.4.2 – А.4.4, мг/см<sup>3</sup>;

$V_{ГСО_i}$  - объем раствора, нанесенного на хроматографическую пластинку, ( $V_{ГСО_i} = 4$  мм<sup>3</sup>).

А.5.3 Пластинки помещают в хроматографическую камеру и получают хроматограмму в соответствии с приложением А ГОСТ Р ИСО 8420-2013.

А.5.4 В качестве подвижной фазы используют смесь легкого петролейного эфира, диэтилового эфира и уксусной кислоты в соотношении 70 : 30 : 2 по объему. Вместо петролейного эфира по п.А.1.13 допускается использовать гексан по п.А.1.14.

А.5.5 В качестве проявителя используют раствор фосфорномолибденовой кислоты по п.А.1.17 в этаноле по п.А.1.20 с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>, либо смесь, состоящую из

20 %-го раствора аммония сернокислого по п.А.1.18 и концентрированной серной кислоты по п.А.1.19 в соотношении 100 : 7 по объему.

А.5.6 Просушивают пластины в сушильном шкафу по п.А.1.21 при температуре  $(185 \pm 5)^\circ\text{C}$ .

А.5.7 Получают хроматограмму вида, представленного на рисунке А.1.

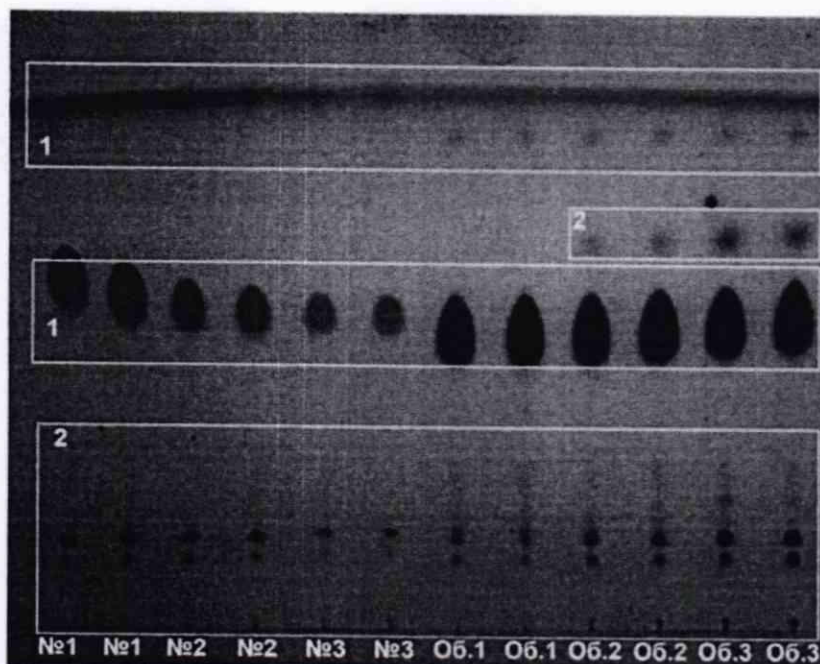


Рисунок А.1 – Хроматограмма, полученная после разделения полярных и неполярных соединений в растворах стандартного образца и в исследуемых растворах поверочных образцов: 1 – неполярные соединения, 2 – полярные соединения. Слева направо нанесены растворы стандартного образца (растворы №1, №2, №3), и поверочные образцы (Об.1, 2, 3) с увеличением массовой доли полярных веществ.

А.5.8 Прибором для тонкослойной хроматографии с денситометром «Сорбфил» измеряют площади образовавшихся после хроматографирования пятен триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ). Для построения градуировочной характеристики (далее – ГХ) используют площади пятен неполярных веществ, выделенных из растворов стандартных образцов:

| Масса неполярных веществ, мг<br>$m_{ис}$ | Измеренное значение площади пятна на пластинке, у.е.<br>$Y_{ij}$ | Среднее арифметическое значение площади пятна, у.е.<br>$\bar{Y}_i$ |
|--|--|--|
| $m_{ис_1}$                               | $Y_{11}, Y_{12}, \dots, Y_{1j}$                                  | $\bar{Y}_1$  |
| $m_{ис_2}$                               | $Y_{21}, Y_{22}, \dots, Y_{2j}$                                  | $\bar{Y}_2$  |
| $m_{ис_3}$                               | $Y_{31}, Y_{32}, \dots, Y_{3j}$                                  | $\bar{Y}_3$  |

Также получают значения площадей пятен для растворов поверочных образцов.

#### А.6 Построение ГХ методом наименьших квадратов

А.6.1 По экспериментальным данным для растворов стандартных образцов (раствора №1, №2, №3) строят ГХ.

А.6.2 Рассчитывают среднее арифметическое значение площади пятна  $i$ -го раствора стандартного образца по формуле

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n}, \quad (\text{A.5})$$

где  $n$  – количество нанесенных на пластинку пятен  $i$ -го раствора,  $n=4$ .

Получают линейную ГХ следующего вида

$$\bar{Y}_i = a + b m_{ni}, \quad (\text{A.6})$$

где  $\bar{Y}_i$  – среднее арифметическое значение площади пятен неполярных веществ, полученных при хроматографировании  $i$ -го раствора стандартного образца;

$m_{ni}$  – масса неполярных веществ в объеме  $i$ -го раствора стандартного образца, мг, нанесенного на пластинку, и рассчитанная по формуле (А.4).

Для определения коэффициентов  $a$  и  $b$  по полученным данным вычисляют дисперсии результатов измерений площадей пятна  $i$ -го раствора стандартного образца, нанесенного на пластинку, по формуле

$$S_{Y_i}^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2, \quad (\text{A.7})$$

а затем сумму  $S_w$  обратных величин дисперсий по формуле

$$S_w = \sum_{i=1}^l \frac{1}{S_{Y_i}^2}. \quad (\text{A.8})$$

Вычисляют для каждого среднеарифметического значения  $\bar{Y}_i$  его вес  $\omega_i$

$$\omega_i = \frac{\left( \frac{1}{S_{Y_i}^2} \right)}{S_w}. \quad (\text{A.9})$$

Вычисляют среднеарифметические значения  $\bar{m}_{ni}$  и  $\bar{Y}$  по формулам:

$$\bar{m}_{ni} = \sum_{i=1}^l \omega_i m_{ni}, \quad (\text{A.10})$$

$$\bar{Y} = \sum_{i=1}^l \omega_i \bar{Y}_i. \quad (\text{A.11})$$

Кoeffициенты  $a$ ,  $b$  вычисляют по формулам:

$$b = \frac{\sum_{i=1}^l \omega_i \bar{Y}_i (m_{ni} - \bar{m}_{ni})}{\sum_{i=1}^l \omega_i (m_{ni} - \bar{m}_{ni})^2}, \quad (\text{A.12})$$

$$a = \bar{Y} - b \bar{m}_{ni}. \quad (\text{A.13})$$



### А.6.3 Оценка погрешности измерений массы неполярных веществ по ГХ

Готовят дополнительно два раствора стандартного образца (раствор №4, №5).

А.6.3.1 0,8 см<sup>3</sup> раствора №1, приготовленного по п.А.4.2, отбирают градуированной пипеткой объемом 1 см<sup>3</sup> и помещают в центрифужную пробирку объемом 2 см<sup>3</sup>, добавляют 0,2 см<sup>3</sup> хлороформа, тщательно перемешивают. Массовую концентрацию триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в полученном растворе (раствор №4)  $C_{гс\omega_4}$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_{гс\omega_4} = \frac{C_{гс\omega_1} \cdot V_{гс\omega_1}}{V_{р\omega_4}}, \quad (\text{A.14})$$

где  $C_{гс\omega_1}$  - массовая концентрация триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в растворе стандартного образца (раствор №1), приготовленного по п.А.4.2, мг/см<sup>3</sup>;

$V_{гс\omega_1}$  - объем раствора стандартного образца (раствора №1), приготовленного по п.А.4.2 и отобранного для приготовления раствора №4, ( $V_{гс\omega_1} = 0,8 \text{ см}^3$ );

$V_{р\omega_4}$  - объем раствора №4 ( $V_{р\omega_4} = 1 \text{ см}^3$ ).

А.6.3.2 0,3 см<sup>3</sup> раствора №1, приготовленного по п.А.4.2, отбирают градуированной пипеткой объемом 1 см<sup>3</sup> и помещают в центрифужную пробирку объемом 2 см<sup>3</sup>, добавляют 0,7 см<sup>3</sup> хлороформа, тщательно перемешивают. Массовую концентрацию триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в полученном растворе (раствор №5)  $C_{гс\omega_5}$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_{гс\omega_5} = \frac{C_{гс\omega_1} \cdot V_{гс\omega_1}}{V_{р\omega_5}}, \quad (\text{A.15})$$

где  $C_{гс\omega_1}$  - массовая концентрация триглицеридов жирных кислот (неполярных веществ) в растворе стандартного образца (раствор №1), приготовленного по п.А.4.2, мг/см<sup>3</sup>;

$V_{гс\omega_1}$  - объем раствора стандартного образца (раствора №1), приготовленного по п.А.4.2 и отобранного для приготовления раствора №5, ( $V_{гс\omega_1} = 0,3 \text{ см}^3$ );

$V_{р\omega_5}$  - объем раствора №5 ( $V_{р\omega_5} = 1 \text{ см}^3$ ).

Полученные растворы стандартных образцов №4 и №5 наносят на хроматографические пластинки как описано в п.А.5.1. Каждый раствор стандартного образца наносят не менее четырех раз. Проводят операции по пп. А.5.2 - А.5.8. Рассчитывают среднее арифметическое значение площади пятен  $i$ -го раствора стандартного образца  $\bar{Y}_i$  по формуле (А.5).

Рассчитывают значение массы неполярных веществ по ГХ по формуле

$$m_{н\omega} = \frac{\bar{Y}_i - a}{b}. \quad (\text{A.16})$$

Стандартное отклонение  $S_{m_{н\omega}}$  величины  $m_{н\omega}$  оценивают по формуле

$$S_{m_{н\omega}} = \frac{1}{|b|} \sqrt{S_Y^2 + S_a^2 + S_b^2 \cdot m_{н\omega}^2}, \quad (\text{A.17})$$

где  $S_Y^2$  - дисперсия результатов измерений площадей пятна  $i$ -го раствора стандартного образца, нанесенного на пластинку;

$S_a$  и  $S_b$  - стандартные отклонения коэффициентов  $a$  и  $b$ , вычисленные по формулам:

$$S_b = \frac{1}{\sqrt{S_w \cdot \sum_{i=1}^l \omega_i (m_{ni} - \bar{m}_{ni})^2}}, \quad (\text{A.18})$$

$$S_a = \sqrt{\frac{1}{S_w} + S_b^2 \bar{m}_{ni}^2}. \quad (\text{A.19})$$

Погрешность  $\Delta_{m_{ni}}$  измеряемой по ГХ массы неполярных веществ для доверительной вероятности  $P=0,95$  оценивают по формуле

$$\Delta_{m_{ni}} = 1,96 \cdot S_{m_{ni}}. \quad (\text{A.20})$$

А.6.4 Пределы абсолютной погрешности массы неполярных веществ  $m_{ni}=0,04$  мг, полученной по ГХ, не должна превышать  $\pm 0,015$  мг при доверительной вероятности  $P=0,95$ . В противном случае построение ГХ повторяют.

#### А.7 Определение массовой доли полярных веществ в поверочных образцах

А.7.1 Массу неполярных веществ  $m_{ni}$  в  $i$ -ом поверочном образце (полученном по п.А.2, А.3 и масле по п.А.1.1) определяют по ГХ.

А.7.2 С помощью шприца Hamilton объемом  $10 \text{ мм}^3$  наносят по  $4 \text{ мм}^3$  растворов, приготовленных по п.А.4.1, А.4.5 и А.4.6, на хроматографическую пластинку в виде пятен. Каждый раствор наносят не менее четырех раз. Далее проводят операции по пп. А.5.2 - А.5.8.

А.7.3 Рассчитывают средние арифметические значения площадей по формуле (А.5). Массу неполярных веществ  $m_{ni}$  в  $i$ -ом поверочном образце рассчитывают по ГХ по формуле (А.16).

А.7.4 Массовую долю полярных веществ  $A_i$  в  $i$ -ом поверочном образце рассчитывают по формуле

$$A_i = \left(1 - \frac{m_{ni} \cdot V_{\text{раств}}}{m_{no} \cdot V_{no}}\right) \cdot 100, \quad (\text{A.21})$$

где  $m_{ni}$  - масса неполярных веществ в  $i$ -ом поверочном образце, рассчитанная по ГХ;

$m_{no}$  - масса навески  $i$ -го поверочного образца для приготовления раствора по п.А.4.1, А.4.5 или А.4.6, г;

$V_{\text{раств}}$  - объем раствора  $i$ -го поверочного образца по п.А.4.1, А.4.5 или А.4.6, ( $V_{\text{раств}} = 25 \text{ см}^3$ );

$V_{no}$  - объем раствора  $i$ -го поверочного образца, нанесенного на хроматографическую пластинку, ( $V_{no} = 4 \text{ мм}^3$ ).

#### А.8 Расчет абсолютной погрешности значения массовой доли полярных веществ в поверочных образцах

А.8.1 Расчет абсолютной погрешности массовой доли полярных веществ в  $i$ -ом поверочном образце проводят по формуле

$$\Delta_{A_i} = 1,96 \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m_{no}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{\text{шприц}}}{V_{no}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{\text{кислоты}}}{V_{\text{раств}}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m_{ni}}{m_{ni}}\right)^2}, \quad (\text{A.22})$$

где  $\Delta m$  - предел допускаемой абсолютной погрешности весов, г;

$m_{no}$  - масса навески поверочного образца для приготовления раствора, г;

$\Delta V_{\text{шприц}}$  - предел допускаемой абсолютной погрешности шприца, мм<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{по}}$  - объем раствора  $i$ -ого поверочного образца, нанесенного на хроматографическую пластинку, мм<sup>3</sup>;  
 $\Delta V_{\text{колбы}}$  - предел допускаемой абсолютной погрешности мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{рас}}$  - объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 $\Delta m_{\text{н}}$  - предел допускаемой абсолютной погрешности ГХ, мг;  
 $m_{\text{н}}$  - масса неполярных веществ в поверочном образце, полученная по ГХ, мг.

А.8.2 Пределы абсолютной погрешности массовой доли полярных веществ в поверочном образце не превышают  $\pm 1,0\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(рекомендуемое)

### ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

ПРОТОКОЛ № \_\_\_\_\_ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

Измеритель содержания полярных веществ testo 270, зав № \_\_\_\_\_

Документ на поверку: МП 38-251-2019 «ГСИ. Измерители содержания полярных веществ testo 270. Методика поверки».

Информация об использованных средствах поверки: \_\_\_\_\_

#### Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °C \_\_\_\_\_

- относительная влажность воздуха, % \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

Результаты опробования \_\_\_\_\_

#### Проверка метрологических характеристик

Таблица Б.1 - Результаты проверки абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ

| Массовая доля полярных веществ в повелочном образце, % | Результаты измерений массовой доли полярных веществ, % | Абсолютная погрешность измерений массовой доли полярных веществ, % | Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой доли полярных веществ, % |
|--|--|--|--|
|  |  |  | ± 4  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  | ± 4  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  | ± 4  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

Таблица Б.2 – Результаты проверки диапазона измерений массовой доли полярных веществ

| Наименование характеристики и ее размерность | Полученные значения диапазона измерений | Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-) |
|--|---|---|
| Массовая доли полярных веществ, %            | от 0 до 25                              |   |

Таблица Б.3 - Результаты проверки абсолютной погрешности измерений температуры исследуемой среды

| Значение показаний эталонного термометра ( $t_{этал}$ ), °С | Среднее арифметическое значение показаний эталонного термометра ( $\bar{t}_{этал}$ ), °С | Значение показаний измерителя ( $t_{изм}$ ), °С | Среднее арифметическое значение показаний измерителя ( $\bar{t}_{изм}$ ), °С | Значение абсолютной погрешности измерений температуры ( $\Delta_t$ ), °С | Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры, °С |
|---|--|---|--|--|--|
|   |  |   |  |  | ± 1,5  |
|   |  |   |  |  |  |
|   |  |   |  |  |  |
|   |  |   |  |  | ± 1,5  |
|   |  |   |  |  |  |
|   |  |   |  |  |  |
|   |  |   |  |  | ± 1,5  |
|   |  |   |  |  |  |
|   |  |   |  |  |  |

Таблица Б.4 – Результаты проверки диапазона измерений температуры исследуемой среды

| Наименование характеристики и ее размерность | Полученные значения диапазона измерений | Соответствие требованиям Да (+) / Нет (-) |
|--|---|---|
| Температура исследуемой среды, °С            | от +40 до +200                          |   |

Результат проведения поверки: \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

от «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г, № \_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
(Ф.И.О.) \_\_\_\_\_ подпись

Организация, проводившая поверку \_\_\_\_\_