

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



Е.П. Соби́на

10

2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**Анализаторы автоматические проточные San++**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

МП 06-223-2021

Екатеринбург  
2021

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛИ** зав. лаб. 223 А.В. Собина, зам. зав. лаб. 223 М.Ф. Кузнецова
- 3 СОГЛАСОВАНА** директор УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2021 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Перечень операций поверки.....	5
4 Требования к условиям проведения поверки.....	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8 Внешний осмотр средства измерений.....	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений.....	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	8
13 Оформление результатов поверки.....	10

---

**Государственная система обеспечения единства измерений****Анализаторы автоматические проточные San++. Методика поверки**

---

Дата введения 2021- -

**1 Область применения**

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы автоматические проточные San++ (далее по тексту – анализаторы), изготовленные Skalar Analytical B.V., Нидерланды, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализатора к Государственному первичному эталону единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм ГЭТ 156-2015 согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений спектральных, интегральных и редуцированных коэффициентов направленного пропускания диффузного и зеркального отражений и оптической плотности в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм посредством использования комплекта светофильтров КНС-10.5 (г/р № 43463-09), метрологические характеристики которого прослеживаются к ГЭТ 156-2015 и к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах посредством использования стандартного образца (СО) состава водного раствора ионов калия - ГСО 7473-98, аттестованные характеристики которого прослеживаются к ГЭТ 176-2019.

1.3 Интервал между поверками - 1 год.

**2 Нормативные ссылки**

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;
- ГОСТ Р 8.736-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения;
- Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 24 июля 2013 г № 328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;
- Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденные Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г.;
- Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;
- Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»;

- Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2517 от 27.11.2018 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений спектральных, интегральных, редуцированных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений и оптической плотности в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм»;

- Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148».

### 3 Перечень операций 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 поверке	
		первичная	периодическая
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик средства измерений	11	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка анализатора в соответствии с руководством пользователя (далее – РП). В дальнейшем необходимые операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, анализатор бракуется и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

3.3 Первичная (периодическая) поверка отдельных измерительных каналов (детекторов) из состава СИ проводится на основании письменного заявления владельца СИ или лица, представившего их на поверку, оформленного в произвольной форме.

3.4 Первичную (периодическую) поверку анализаторов проводят с использованием всех светофильтров из комплекта поставки анализатора или с использованием тех светофильтров, с которыми он применяется. В сведениях о результатах поверки должна быть указана информация о длинах волн, на которых проведена поверка.

### 4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от +18 °С до +28 °С;
- относительная влажность воздуха не более от 20 до 80 %.

### 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РП на анализатор.

## 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют стандартные образцы, средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
1	2
Комплект светофильтров КНС-10.5 (г/р № 43463-09)	Рабочий диапазон длин волн от 260 до 2700 нм, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения СКНП в зависимости от номера светофильтра в комплекте: $\pm 0,25$ % (светофильтры 1÷4 в диапазоне длин волн от 0,4 до 0,85 мкм), $\pm 0,2$ % (светофильтры 5÷8 в диапазоне длин волн от 0,4 до 0,85 мкм), $\pm 0,5$ % (светофильтры 1, 9, 10, 11, 12 в диапазоне длин волн от 0,25 до 0,4 мкм и от 0,85 до 2,5 мкм).
СО состава раствора ионов калия – ГСО 7473-98	Массовая концентрация ионов калия (0,95 – 1,05) мг/см <sup>3</sup> , границы относительной погрешности аттестованного значения СО $\pm 1,0$ %.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72	-
Колбы 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74	2 класс точности
Пипетки 2-2-1, 2-2-5, 2-2-10 по ГОСТ 29169-91	2 класс точности
Термогигрометр электронный Center 313	Диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 100 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 2,5$ %; диапазон измерений температуры (минус 20 – 60) °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,7$ °С.

6.2 Средства измерений, применяемые для поверки, должны быть поверены.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания и массовой концентрации поверяемому анализатору.

## 7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда РФ № 903н от 15.12.2020 г. , требования ГОСТ 12.2.007.0.

## 8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве пользователя (РП);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты по-

верки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

## 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят подготовку анализатора к измерениям в соответствии с руководством пользователя. Проверяют действие органов управления и регулировки, работоспособность анализатора в соответствии с руководством пользователя.

## 10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных ПО анализатора. Идентификационное наименование и номер версии ПО проверяют путем запуска программы FlowAccess V3™ и вывода на монитор управляющего компьютера анализатора идентификационного наименования и номера версии ПО. Идентификационное наименование и номер версии ПО должны соответствовать указанному в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	FlowAccessV3
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 3.1.0 <sup>1)</sup>
Цифровой идентификатор	-

<sup>1)</sup> Версия ПО может иметь дополнительные цифровые суффиксы

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение метрологических характеристик измерительных каналов с пламенно-фотометрическими детекторами 26710900, 26710910

Для определения метрологических характеристик измерительных каналов с пламенно-фотометрическими детекторами 26710900, 26710910 используют растворы, приготовленные из ГСО 7473-98.

Растворы готовят в соответствии с таблицей 4. При приготовлении растворов температура окружающей среды должна быть (20±2) °С.

Таблица 4 – Приготовление растворов

Номер контрольного раствора	Номинальное значение массовой концентрации элемента в растворе, X, мг/дм <sup>3</sup>	Исходный раствор	Объем аликвоты исходного раствора, V <sub>ал</sub> , см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, V <sub>к</sub> , см <sup>3</sup>
1	0,1	Раствор № 4	1	1000
2	0,5	Раствор № 4	1	200
3	1	Раствор № 4	1	100
4	100	ГСО 7473-98	10	100

Значение массовой концентрации ионов калия в растворах, приготовленных в соответствии с таблицей 4, X<sub>амп</sub>, мг/дм<sup>3</sup>, в зависимости от аттестованного значения СО, указанного в паспорте, рассчитывают по формуле

$$X_{амп} = \frac{C_{исх} \cdot V_{ал}}{V_{к}}, \quad (1)$$

где C<sub>исх</sub> – массовая концентрация ионов калия в исходном растворе, указанном в таблице 3, мг/дм<sup>3</sup>.

Проводят не менее пяти измерений массовой концентрации ионов калия в каждом растворе.

11.2 Определение метрологических характеристик измерительных каналов с одноканальным фотометрическим детектором с матричной коррекцией 26400920 и двухканальным фотометрическим детектором 26200903

11.2.1 Для определения метрологических характеристик измерительных каналов с одноканальным фотометрическим детектором с матричной коррекцией 26400920 и двухканальным фотометрическим детектором 26200903 используют комплект светофильтров КНС-10.5.

11.2.2 Значение  $D_0$  (сигнал базовой линии) определяют следующим образом: на место проточной измерительной ячейки детектора устанавливают рамку без светофильтра из комплекта светофильтров КНС-10.5. В ПО FlowAccessV3 запускают режим измерения базовой линии. После визуальной стабилизации базовой линии (в течение 1 минуты) записывают текущее значение коэффициента поглощения.

11.2.2 Устанавливают светофильтр из комплекта поставки анализатора. На место проточной измерительной ячейки в измерительную головку детектора устанавливают поочередно светофильтры из комплекта КНС-10.5. Проводят не менее 3 измерений выходного сигнала (коэффициента поглощения) на каждом светофильтре из комплекта КНС-10.5.

11.2.3 Повторяют операции по 11.3.2 для всех светофильтров из комплекта поставки анализатора или для тех, с которыми используется анализатор.

## 12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают среднее арифметическое значение результатов измерений массовой концентрации ионов калия в  $j$ -м растворе по формуле

$$\bar{X}_j = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_{ij}, \quad (2)$$

где  $X_{ij}$  -  $i$ -ое измеренное значение массовой концентрации ионов калия в  $j$ -м растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$n$  - количество измерений.

Рассчитывают среднее квадратическое отклонение (СКО) случайной составляющей относительной погрешности по формуле

$$S_{\bar{X}_j} = \frac{100}{\bar{X}_j} \sqrt{\frac{1}{N(N-1)} \sum_{i=1}^N (X_{ij} - \bar{X}_j)^2} \quad (3)$$

Проводят оценку систематической составляющей погрешности.

Для раствора № 4 за оценку систематической составляющей относительной погрешности принимают значение, рассчитываемое по формуле

$$\theta_{\Sigma j} = \pm 1,1 \sqrt{\delta_{CO}^2 + \left(\frac{|\bar{X}_j - X_{аттj}|}{X_{аттj}} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{kj}}{V_{kj}} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{alj}}{V_{alj}} \cdot 100\right)^2} \quad (4)$$

где  $X_{аттj}$  - значение массовой концентрации ионов калия в растворе, рассчитанное по формуле 1, мг/дм<sup>3</sup>;

$\delta_{CO}$  - относительная погрешность аттестованного значения CO, %;



$\Delta_{kj}$  – абсолютная погрешность от номинальной вместимости мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 $V_{kj}$  – вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;  
 $\Delta_{alj}$  – абсолютная погрешность от номинальной вместимости пипетки, см<sup>3</sup>;  
 $V_{alj}$  – вместимость пипетки, см<sup>3</sup>;

Для растворов № 1, 2, 3 за оценку систематической составляющей относительной погрешности принимают значение, рассчитываемое по формуле

$$\theta_{\Sigma j} = \pm 1,1 \sqrt{\delta_{CO}^2 + \left(\frac{|\bar{X}_j - X_{аттj}|}{X_{аттj}} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{kj}}{V_{kj}} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{alj}}{V_{alj}} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{алр3}}{V_{алр3}} \cdot 100\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{кр3}}{V_{кр3}} \cdot 100\right)^2} \quad (5)$$

где  $\Delta_{алр3}$  – абсолютная погрешность от номинальной вместимости пипетки, используемой для приготовления раствора 3 в соответствии с таблицей 4, см<sup>3</sup>;

$V_{алр3}$  – вместимость пипетки, используемой для приготовления раствора 3 в соответствии с таблицей 4, см<sup>3</sup>;

$\Delta_{кр3}$  – абсолютная погрешность от номинальной вместимости мерной колбы, используемой для приготовления раствора 3 в соответствии с таблицей 4, см<sup>3</sup>;

$V_{кр3}$  – вместимость мерной колбы, используемой для приготовления раствора 3 в соответствии с таблицей 4, см<sup>3</sup>.

Относительную погрешность измерений массовой концентрации ионов калия вычисляют по формуле

$$\delta_j = \pm K_j \cdot S_{\Sigma j}, \quad (6)$$

где  $K_j$  – коэффициент, зависящий от соотношения случайной и систематической составляющих погрешности;

Суммарное среднее квадратическое отклонение  $S_{\Sigma j}$  оценки измеряемой величины вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma j} = \sqrt{\frac{\Theta_{\Sigma j}^2}{3} + S_{\bar{X}_j}^2}. \quad (7)$$

Коэффициент  $K_j$  для подстановки в формулу (6) определяют по формуле

$$K_j = \frac{t \cdot S_{\bar{X}_j} + \Theta_{\Sigma j}}{S_{\bar{X}_j} + \sqrt{\frac{\Theta_{\Sigma j}^2}{3}}}, \quad (8)$$

где  $t$  – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности  $P = 0,95$  в зависимости от числа измерений  $n$  находят по таблице, приведенной в ГОСТ Р 8.736-2011.

Диапазон измерений массовой концентрации ионов калия в растворе должен составлять от 0,1 до 100 мг/дм<sup>3</sup>.

Относительная погрешность измерений массовой концентрации элементов в растворе должна находиться в интервале  $\pm 15\%$  в диапазоне от 0,1 до 0,5 мг/дм<sup>3</sup> вкл. и в интервале  $\pm 7\%$  в диапазоне св. 0,5 до 100 мг/дм<sup>3</sup>.

12.2 Результат измерений оптической плотности для каждого светофильтра рассчитывают по формуле

$$D = A - D_0, \quad (9)$$

где  $A$  – результат измерений выходного сигнала, отн. ед.;  
 $D_0$  – результат измерений сигнала базовой линии, отн. ед.  
 Значение СКНП рассчитывают по формуле

$$T = 100 \cdot 10^{-D}. \quad (10)$$

Рассчитывают абсолютную погрешность измерений СКНП по формуле

$$\Delta T_{ij} = T_{ij} - T_{dj}, \quad (11)$$

где  $T_{dj}$  – действительное значение СКНП для  $j$ -го светофильтра из комплекта КНС 10.5, указанное в протоколе поверки, %;

$T_{ij}$  – результат  $i$ -го измерения СКНП на  $j$ -м светофильтре из комплекта КНС-10.5, %.

Если в протоколе поверки не указана необходимая длина волны, допускается рассчитывать значение  $T_{dj}$  по формуле

$$T_{dj} = \frac{T_{dj2} - T_{dj1}}{2}, \quad (12)$$

где  $T_{dj1}$  и  $T_{dj2}$  – действительные значения СКНП для длин волн, отличающихся от длины волны  $j$ -го светофильтра в большую или меньшую сторону не более, чем на 10 нм и указанные в протоколе поверки комплекта КНС-10.5, %.

Абсолютная погрешность измерений СКНП должна находиться в интервале  $\pm 1,5$  %.

Диапазон измерений СКНП должен составлять от 1 до 94 %.

### 13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки».

13.3 В случае отрицательных результатов поверки поверяемый анализатор признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующим на момент проведения поверки порядком.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Зав. лабораторией УНИИМ - филиала  
 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.В. Соби́на

Зам. зав. лабораторией УНИИМ – филиала  
 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



М.Ф. Кузнецова