

Научно-производственная фирма аналитического приборостроения
ЛЮМЭКС

СОГЛАСОВАНО

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИПФ «ЛЮМЭКС»

А. А. Строганов



Заместитель директора
«ТЕСТ-Санкт-Петербург»

А. И. Рагулин



АНАЛИЗАТОРЫ ЖИДКОСТИ ТИПА "Ф Л Ю О Р А Т - 02"
модификация «ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

230.00.00.00.00.МП

СРОК ДЕЙСТВИЯ :

с "01 декабря 1998г.

Санкт-Петербург
1998

СОДЕРЖАНИЕ

	Лист
ВВОДНАЯ ЧАСТЬ	3
1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ	3
2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ	4
3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	4
4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ	4
5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ	5
6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ	5
7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ	9
8. ПРИЛОЖЕНИЕ	10

Настоящая методика поверки распространяется на спектрофлуориметрический анализатор жидкости «Флюорат-02-Панорама» (далее - анализатор) предназначенный для измерения массовой концентрации органических и неорганических примесей в воде, а также в воздухе, почве, технических материалах, продуктах питания после перевода примесей в раствор.

Область применения анализатора - аналитический контроль объектов окружающей среды, санитарный контроль и контроль технологических процессов.

Анализатор может быть использован в качестве детектора в жидкостной хроматографии.

При поверке нормируются следующие метрологические характеристики (МХ) анализатора:

- диапазон измерения массовой концентрации фенола в воде;
- пределы основной погрешности анализатора при измерении коэффициента пропускания образца и массовой концентрации фенола в воде.
- проверка спектрального диапазона
- определение основной абсолютной погрешности градуировки шкалы длин волн
- проверка спектрального разрешения монохроматоров

Межповерочный интервал - 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.

1.1. Содержание и последовательность выполнения работ по поверке анализатора "Флюорат-02-Панорама" должны соответствовать пунктам таблицы 1.1.

Таблица 1.1.

№	Содержание работ	Номер пункта методики поверки	Выполнение операций поверки	
			Первичной	Периодической
1	Внешний осмотр и опробование	6.1	Да	Да
2	Определение основной погрешности анализатора при измерении коэффициента пропускания образца.	6.2	Да	Да
3	Определение диапазона измерений и основной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации фенола в воде	6.3	Да	Да
4	Проверка спектрального диапазона, определение основной абсолютной погрешности градуировки шкалы длин волн и проверка спектрального разрешения монохроматоров	6.4	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены следующие образцовые средства измерений и вспомогательное оборудование:

2.1.1. Набор мер коэффициента пропускания, состоящий из пяти образцов в диапазоне 10-90% (абс.), аттестованных на длине волны 520 нм с погрешностью $\pm 0.5\%$ (абс).

2.1.2. Пипетки 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-50 ГОСТ 29169 - 91Е

2.1.3. Колбы мерные 2-100-2 ГОСТ 1770 - 74Е

2.1.4. Государственный стандартный образец раствора фенола ГСО 6480 – 92

2.1.5. Монохроматор ЛМ – 1, диапазон от 200 до 800 нм, абс. погрешность 0.5 нм, разрешающая способность 1 нм

2.2. При проведении поверки должны быть применены следующие химические реактивы:

2.2.1. Вода дистиллированная ГОСТ 6709 - 72

2.3. Допускается применять другие средства измерения и вспомогательное оборудование, метрологические характеристики которых не хуже, чем у указанных.

2.4. Средства измерения по п.п. 2.1.1, 2.1.2, 2.1.3, 2.1.5 должны иметь действующие Свидетельства о поверке. Применение ГСО допускается только в течение срока годности.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

При проведении испытаний анализатора необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.018-86 и ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

Все операции по поверке анализатора должны выполняться при нормальных условиях по таблице 4.1.

Таблица 4.1.

№	Наименование влияющей физической величины	Номинальное значение	Допускаемое отклонение
1	Температура окружающего воздуха, °С	20	± 2
2	Относительная влажность воздуха, %	60	± 15
3	Атмосферное давление, кПа	101.3	± 5
4	Напряжение источника питания переменного тока, В	220	± 4.4

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

- 5.1. Перед проведением поверки необходимо изучить техническое описание, инструкцию по эксплуатации анализатора и настоящую методику.
- 5.2. Обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности.
- 5.3. Подготовить средства поверки, перечисленные в разделе 2.
- 5.4. Промыть растворителем (дистиллированной водой) и тщательно высушить колбы, пипетки и измерительные кюветы анализатора.
- 5.5. Привести анализатор в рабочее состояние согласно Инструкции по эксплуатации.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр и опробование.

- 6.1.1. Проверяют комплектность анализатора в соответствии с техническим описанием (ТО) и паспортом.
- 6.1.2. Устанавливают отсутствие механических повреждений органов управления и корпуса анализатора, могущих влиять на его МХ.
- 6.1.3. Подключают анализатор к сети, включают питание нажатием кнопки "Вкл" и прогревают прибор в течение 30 мин в соответствии с п.4.4 Инструкции по эксплуатации.

6.2. Определение основной погрешности измерения коэффициента пропускания образца

- 6.2.1. Основная погрешность измерения коэффициента пропускания образца определяется с помощью аттестованного набора мер коэффициента пропускания в диапазоне значений коэффициента пропускания не менее, чем от 10% (абс.) до 90% (абс.). Рабочая длина волны - 520 нм, погрешность аттестованного значения $\pm 0,5$ % (абс.). Число образцов в наборе - пять, распределение - по возможности равномерное.
- 6.2.2. Подготавливают прибор к работе. Устанавливают напряжение на ФЭУ $F1 = 00$. Вводят с клавиатуры значение градуировочного коэффициента, равное 1,0. Число усреднений в каждом измерении N устанавливается равным 100.
- 6.2.3. На монохроматоре канала возбуждения устанавливают длину волны возбуждения (520 нм) и проводят настройку режима "Фон" последовательным нажатием клавиш "Ф" и "И" (измерение идет до тех пор, пока не перестанет мигать диод над клавишей "И").
- 6.2.4. В кюветное отделение анализатора помещают первый из фильтров, входящих в набор мер коэффициента пропускания и производят измерение в режиме работы анализатора "Измерение" (клавиша "И"). После окончания измерения нажимают клавишу "Т" и записывают полученное значение коэффициента пропускания. Повторяют операцию не менее 10 раз.

6.2.5. Находят среднее значение коэффициента пропускания данного образца T_i .

$$\bar{T}_i = \left(\sum_{k=1}^{k_i} T_{ik} \right) / K_i$$

где K_i - число измерений для i -го фильтра.

6.2.6. Повторяют операции, описанные в пунктах 6.2.4 - 6.2.5 для остальных свето-фильтров из набора мер пропускания

6.2.7. Вычисляют величину ΔT по формуле:

$$\Delta T = | \bar{T}_i - T_{i0} |,$$

где T_{i0} - аттестованное значение коэффициента пропускания образца.

6.2.8. В качестве меры основной погрешности фотометрического канала принимают наибольшее из значений ΔT , полученных для образцов, входящих в состав набора.

Предел допускаемого значения основной погрешности в диапазоне 10 - 90 % (абс.) не должен превышать 2% (абс.).

6.3. Определение диапазона измерений и основной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации фенола в воде

6.3.1. Определение основной погрешности анализатора при измерении массовой концентрации фенола в воде производится при помощи поверочных растворов фенола с массовой концентрацией 0,01; 0,1; 1,0; 5,0; 10,0 и 25,0 мг/дм³, приготавливаемых из ГСО фенола.

6.3.2. Подготавливают прибор к работе. На монохроматоре канала возбуждения устанавливают длину волны 270 нм, а на монохроматоре канала регистрации - длину волны 300 нм. Задают с клавиатуры прибора значение функции $F1 = 00$, а также число импульсов возбуждения для одного измерения равным $N = 100$.

6.3.3. Приготавливают указанные выше растворы фенола по методике, приведенной в Приложении.

6.3.4. Устанавливают в кюветное отделение кювету, содержащую фоновый раствор (дистиллированную воду) и производят измерение фона последовательным нажатием клавиш "Ф" и "И".

6.3.5. Задают способ градуировки анализатора по трем градуировочным растворам последовательным нажатием клавиш "К" (на индикаторе "Н=01"), "3" , (на индикаторе "Н=03"), "#" (на индикаторе "Н=01", мигает диод над клавишей "С").

В кюветное отделение помещают кювету, содержащую раствор фенола с концентрацией 1 мг/дм³. Нажимают клавишу "С", набирают на цифровой клавиатуре значение концентрации этого раствора (1,000). Последовательно нажимают клавиши "#", "Г" и "И". После завершения цикла измерений на цифровом индикаторе высвечивается значение градуировочного множителя.

В кюветное отделение помещают кювету, содержащую раствор фенола с концентрацией 5 мг/дм^3 . Нажимают клавишу "Г" два раза (на индикаторе "Н=02", мигает диод над клавишей "С"). Нажимают клавишу "С", набирают на цифровой клавиатуре значение концентрации этого раствора (5,000). Последовательно нажимают клавиши "#", "Г" и "И". После завершения цикла измерений на цифровом индикаторе высвечивается значение градуировочного множителя.

В кюветное отделение помещают кювету, содержащую раствор фенола с концентрацией 25 мг/дм^3 . Нажимают клавишу "Г" два раза (на индикаторе "Н=03", мигает диод над клавишей "С"). Нажимают клавишу "С", набирают на цифровой клавиатуре значение концентрации этого раствора (25,00). Последовательно нажимают клавиши "#", "Г" и "И". После завершения цикла измерений на цифровом индикаторе высвечивается значение градуировочного множителя.

Для завершения градуировки нажать клавиши "F" и "K", при этом на индикаторе должна появиться восходящая "лесенка"

6.3.6. В кюветное отделение прибора помещают кювету с дистиллированной водой, нажимают клавиши "Ф" и "И" и после завершения цикла работы прибора, не вынимая из кюветного отделения кюветы с фоновым раствором, производят измерение в режиме "Измерение" (клавиша "И"), делая при этом не менее 10 последовательных отсчетов значений $C_{\phi i}$.

6.3.7. Вычисляют среднее арифметическое полученных значений и среднеквадратическое отклонение по формулам:

$$\bar{C}_{\phi} = \left(\sum_{i=1}^k C_{\phi i} \right) / K, \quad S_{C_{\phi}} = \sqrt{\sum_{i=1}^k (C_{\phi i} - \bar{C}_{\phi})^2 / (K - 1)},$$

где K - число измерений.

6.3.8. В качестве предела обнаружения фенола в воде принимают величину, равную $3\sigma(C_{\phi})$. Полученное значение не должно превышать $0,005 \text{ мг/дм}^3$.

Примечание. Если при измерении получено 10 одинаковых отсчетов, то принимают предел обнаружения фенола равным $0,0003 \text{ мг/дм}^3$.

6.3.9. В кюветное отделение прибора последовательно, начиная с растворов меньшей концентрации, помещают кюветы с приготовленными растворами фенола и последовательно измеряют концентрации фенола в режиме "Измерение" (клавиша "И"), делая не менее 10 последовательных отсчетов.

6.3.10. Для каждого раствора вычисляют среднее арифметическое полученных значений C_i

$$\bar{C} = \sum_{i=1}^k C_i / K, -$$

где K - число измерений.

6.3.11. Вычисляют значение основной погрешности анализатора

$$\Delta = | \bar{C} - C_0 |,$$

где C_0 - аттестованное значение концентрации фенола в растворе, мг/дм³.

6.3.12. Предел допускаемого значения основной погрешности вычисляется по формуле:

$$\Delta_C = 0,004 + 0,10 \cdot C_0, \text{ мг/дм}^3,$$

Значения основной погрешности анализатора для всех концентраций фенола не должны превышать Δ_C .

6.3.13 Диапазон измеряемых массовых концентраций фенола устанавливается от 0,01 до 25 мг/дм³, если погрешность анализатора не превышает Δ_C для всех концентраций фенола.

6.3.14 В том случае, если для концентраций фенола 10 и (или) 25 мг/дм³ основная погрешность анализатора превышает допустимые значения прибор считается годным по результатам поверки в ограниченном диапазоне концентраций:

- от 0.01 до 5 мг/дм³ включительно, если основная погрешность анализатора превышает допустимые значения при измерении концентрации 10 мг/дм³;
- от 0.01 до 10 мг/дм³ включительно если основная погрешность анализатора превышает допустимые значения при измерении концентрации 25 мг/дм³.

Иные ограничения по диапазону концентраций фенола не допускаются.

6.4 Проверка спектрального диапазона, определение основной абсолютной погрешности градуировки шкалы длин волн и проверка спектрального разрешения монохроматоров

6.4.1. Проверка спектрального диапазона и определение основной абсолютной погрешности градуировки шкалы длин волн проводится с помощью монохроматора ЛМ-1 по длинам волн 250, 350, 450, 550, 650 нм. Для каждой длины волны строится график зависимости интенсивности светового потока от длины волны в интервалах ± 20 нм. Операция проводится следующим образом.

6.4.1.1. На приборе устанавливается режим коррекции F4=01, напряжение на ФЭУ F1=00 (при использовании программного обеспечения соответственно "Коррекция на опорный канал" и "Напряжение ФЭУ минимум") и число импульсов возбуждения для одного измерения равным $N = 100$. Оптический разъем от монохроматора ЛМ-1 устанавливается в кюветное отделение прибора. На монохроматоре ЛМ-1 и на монохроматоре регистрации прибора устанавливается длина волны 250 нм. Строится график зависимости интенсивности светового потока от длины волны возбуждения в интервале длин волн 230-270 нм. По графику определяется длина волны возбуждения, соответствующая максимуму интенсивности.

Примечание: в случае индикации ошибки E-60 или E-21 ослабляют световой поток при помощи светофильтра диафрагмы, устанавливаемого в канал регистрации или в каналы возбуждения и регистрации одновременно.

6.4.1.2. Значение длины волны возбуждения, определенное по п.6.4.1.1 устанавливается на монохроматоре возбуждения прибора. Строится график зависимости интенсивности светового потока от длины волны регистрации в интервале длин волн 230-270 нм. По графику определяется длина волны регистрации, соответствующая максимуму интенсивности.

6.4.1.3. Для уточнения значения длины волны возбуждения необходимо повторить операции по п.6.4.1.1, установив на монохроматоре регистрации прибора значение, определенное по п.6.4.1.2.

Операции, перечисленные в п.п.6.4.1.1-6.4.1.3 проводятся для остальных длин волн. Анализатор считается выдержавшим испытание, если разность между длиной волны, соответствующей максимуму интенсивности (определенной по п.п.6.4.1.2 и 6.4.1.3), и длиной волны падающего светового потока (установленной на монохроматоре ЛМ-1) не превышает 3 нм для всех длин волн.

6.4.2. Проверка спектрального разрешения монохроматора проводится с помощью графика зависимости интенсивности светового потока от длины волны (п.6.4.1). Для каждого пика находится спектральная ширина полосы пропускания на уровне половины максимальной высоты пика (полуширина). Анализатор считается выдержавшим испытание, если значение полуширины не превышает 15 нм для каждого пика.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. На анализаторы, признанные годными по результатам первичной (периодической) поверки, выдают Свидетельство о поверке установленного образца.

7.2. Результаты, полученные при первичной и периодической поверке анализатора, заносят в Протокол.

7.3. Анализаторы, прошедшие поверку с отрицательным результатом, к применению не допускаются.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ФЕНОЛА ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

П.1. Дистиллированную воду для приготовления растворов фенола перед использованием кипятят, охлаждают и хранят в стеклянной склянке с притертой пробкой во избежание насыщения кислородом воздуха. Срок хранения - 1 сутки.

Запрещается использовать воду, находившуюся в контакте с резиновыми шлангами.

П.2. Методика приготовления растворов фенола для проведения поверки анализатора

Приготовление растворов для контроля погрешности измерения массовой концентрации фенола производится согласно таблице П.1.

Таблица П.1

№	Компонент	Объем, см ³	Аттестованное значение, мг/дм ³	Относительная погрешность, %
1	ГСО 6480-92 Вода по П.1	5 до 100	50.0	1.2
2	Смесь № 1 Вода по П.1	50 до 100	25.0	1.4
3	Смесь № 1 Вода по П.1	20 до 100	10.0	1.4
4	Смесь № 2 Вода по П.1	20 до 100	5.0	1.7
5	Смесь № 3 Вода по П.1	10 до 100	1.0	1.9
6	Смесь № 5 Вода по П.1	10 до 100	0.1	2.2
7	Смесь № 6 Вода по П.1	10 до 100	0.01	2.5

Используют только свежеприготовленные растворы. Срок хранения растворов с концентрацией фенола 0.01 - 1.0 мг/дм³ не более суток!

Приготовление растворов производят при температуре окружающего воздуха (20±2)°С, причем изменение температуры за все время работы не должно превышать 0.5°С.

Массовую концентрацию фенола в смесях вычисляют по формуле:

$$C_j = C_i * V_i / V_j,$$

где C_j - концентрация фенола в полученной аттестованной смеси, мг/дм³

C_i - концентрация фенола в аттестованной смеси, использованной для приготовления данной смеси в соответствии с табл.П.1, мг/дм³

V_i - объем смеси с концентрацией C_i , взятый для приготовления данной аттестованной смеси, см^3

V_j - объем приготовленного раствора, см^3

П.3 Источниками погрешности при приготовлении аттестованных смесей являются погрешности мер вместимости, приведенные в табл. П.2. и погрешность стандартного образца ГСО 6480-92, равная 1% для $P = 0,95$. Относительную погрешность аттестованного значения концентрации смеси θ_j для $P=0,95$ вычисляют по формуле:

$$\theta_j = 1,1 \sqrt{\theta_i^2 + \theta_{vi}^2 + \theta_{vj}^2}$$

где θ_i - относительная погрешность аттестованного значения концентрации исходной смеси с концентрацией C_i , %

θ_{vi} - относительная погрешность измерения объема V_i при помощи пипетки, %

θ_{vj} - относительная погрешность измерения объема V_j при помощи мерной колбы, %.

Результаты расчета массовой концентрации фенола в аттестованных смесях и погрешности приготовления растворов приведены в таблице П.1

Таблица П.2.

№	Средство измерения	Нормативные документы	Погрешность, см^3
1.	Колбы мерные 2-100-2	ГОСТ 1770-74Е	± 0.20
2.	Пипетки	ГОСТ 29169-91Е	
	2-2-5		± 0.02
	2-2-10		± 0.04
	2-2-20		± 0.06
	2-2-50		± 0.10