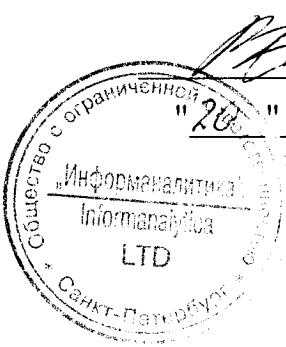


УТВЕРЖДАЮ

Директор
ООО "Информаналитика"


B.M. Тележко
"20" марта 2009 г.



СОГЛАСОВАНО

Руководитель отдела ГЦИ ФГУП
"ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"


Н.И.Ханов
26 марта 2009 г.



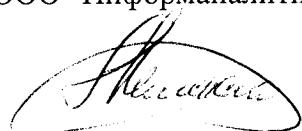
**Анализаторы общего азота и общего углерода элементные "ТОПАЗ"
(модификации "ТОПАЗ Н", "ТОПАЗ С", "ТОПАЗ NC")**

Методика поверки

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

2.р. 40599-09

Заместитель директора
ООО "Информаналитика"



Г.М. Тележко

Главный конструктор проекта
ООО "Информаналитика"



Г.Н. Сметанин

Руководитель отдела
ГЦИ ФГУП
"ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"


Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ ФГУП
"ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"



М.А. Мешалкин

2009

СОДЕРЖАНИЕ

Перв. примен.				
Справ. №				
Инв. № подп.				
Подпись и дата				
Взам. инв. №				
Инв. № дубл.				
Подпись и дата				
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

1.	Операции поверки.....	4	
2.	Средства поверки	5	
3.	Требования безопасности.....	6	
4.	Условия поверки	7	
5.	Подготовка к поверке	8	
6.	Проведение поверки	9	
7.	Оформление результатов поверки.....	11	
<u>Приложение А. Протокол поверки</u>		12	
<u>Приложение Б. Контрольные растворы</u>		13	
Лист регистрации изменений			15

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Инв. № подп.	Подпись и дата	Инв. №	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата
Разраб.	Сметанин Г.Н.				18.03.09
Провер.	Тележко Г.М.				19.03.09
Н. Контр.	Юсубова И.Н.				19.03.09
Утврд.	Тележко В.М.				19.03.09

**АНАЛИЗАТОРЫ
ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА
"ТОПАЗ"
Методика поверки**

Лит.	Лист	Листов
	2	15

ООО "Информаналитика"

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы "ТОПАЗ" (в дальнейшем – анализатор), предназначенные для определения элементного состава питьевых, бутилированных, природных, сточных и технологических вод:

- модификация "ТОПАЗ N" - для измерения массовой концентрации общего азота (аммонийного азота, азота нитратов и нитритов и азота органических соединений);
- модификация "ТОПАЗ С" - для измерения массовой концентрации общего углерода;
- модификация "ТОПАЗ NC" - для одновременного измерения массовых концентраций общего азота (аммонийного азота, азота нитратов и нитритов и азота органических соединений) и общего углерода.

Методика поверки устанавливает методы первичной поверки анализаторов при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал - 1 год.

Инв. № подл.	Подпись и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист

3

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1:

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первой поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик	6.3	Да	Да

1.2 При получении отрицательного результата при проведении какой-либо из операций поверка прекращается.

Инв. № подл.	Подпись и дата	Инв. №	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта НТД по проверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогатель- ного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и(или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6.3.1- 6.3.3	Психрометр аспирационный М34, ТУ 25-2607.054-85; диапазон измерения температуры от минус 25 до 50 $^{\circ}\text{C}$, диапазон измерения влажности от 10 до 100 % при температуре от 5 до 40 $^{\circ}\text{C}$ Барометр-анероид БАММ-1; ТУ 25-04-1513-79; диапазон измерения от 80 до 106 кПа; ПГ $\pm 0,2$ кПа ГСО состава водных растворов общего азота ГСО 7193-95-:-7194-95; натрий углекислый безводный (натрия карбонат), кв. «ХЧ» по ГОСТ 83-79; колбы мерные наливные 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770-74; пипетки мерные 1-2-5 по ГОСТ 29169-91; вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

Примечание - Перечисленные оборудование и средства измерений могут быть заменены другими, обеспечивающими требуемую точность измерений.

Инв. № подл.	Подпись и дата	Инв. №	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата	Лист	5
					ЛШЮГ 413411.019 ДЛ	

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2 При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные:

в Руководстве по эксплуатации анализатора ЛШЮГ 413411.019 РЭ;

в эксплуатационных документах средств поверки, перечисленных в разделе 2 настоящей методики.

Инв. № подл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 дл

Лист

6

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(25 \pm 10) {}^{\circ}\text{C}$;
- относительная влажность воздуха от 30 до 80 %;
- атмосферное давление $(101,1 \pm 3,3)$ кПа;
- отсутствие внешних электрических и магнитных полей (кроме магнитного поля Земли), влияющих на работу анализатора;
- отсутствие вибрации, тряски, ударов;
- питание анализаторов от сети переменного тока (220^{+22}_{-33}) В и частотой (50 ± 1) Гц.

Инв. № подл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 дл

Лист

7

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки следует выполнить следующие подготовительные работы:

- а) подготовить поверяемый анализатор к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации ЛШЮГ413411.019 РЭ (п.п. 2.3, 2.4);
- б) подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями эксплуатационной документами на них;
- в) выдержать анализаторы в помещении, в котором проводится поверка, в течение не менее 8 ч.
- г) подготовить контрольные растворы в соответствии с Приложением Б.

Инв. № подл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист
8

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- а) на наружной поверхности анализатора не должно быть повреждений и дефектов, влияющих на его работу;
- б) комплектность и маркировка анализатора должны соответствовать Руководству по эксплуатации ЛШЮГ 413411.019 РЭ.
- в) в разделе "Свидетельство о приемке" РЭ должны быть печать и подпись представителя ОТК (при первичной поверке);

Анализатор считается выдержавшим проверку, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование

Включить анализатор в соответствии с п. 2.4. Руководства по эксплуатации

ЛШЮГ 413411.019 РЭ, включить компьютер, запустить программу «NORMA NC».

После запуска программа автоматически проводит поиск анализатора на СОМ-порту компьютера (по умолчанию СОМ1). При успешном завершении поиска прибора в нижней части Главного окна программы появится индикация текущих параметров прибора: температуры печи №1, печи №2, реактора и охлаждаемого осушителя в $^{\circ}\text{C}$, давления в атм, а также воздуха и озона в мл/мин.

Если прибор не обнаружен, действовать в соответствии с п. 2.4.1.3 руководства по эксплуатации.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительной погрешности измерений

6.3.1.1. Относительную погрешность измерений δ у модификаций "ТОПАЗ N" и "ТОПАЗ NC" по общему азоту (OA) и у модификаций "ТОПАЗ С" и "ТОПАЗ NC" по общему углероду (OУ) определяют следующим образом.

Проверку начинают после выхода анализатора на рабочий режим (через 60 мин. после включения).

При подготовке к поверке (п. 5) были подготовлены контрольные растворы с массовой концентрацией общего азота $0,30 \text{ мг}/\text{дм}^3$ и массовой концентрацией OУ $1,3 \text{ мг}/\text{дм}^3$.

В анализатор в устройство для ввода пробы "OУ/OA" микрошипцием не менее пяти раз вводят по 80 мкл раствора OA/OУ. Фиксируют полученные соответствующие значения

Инв. № подл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист
9

выходного сигнала общего азота и (или) общего углерода (площади пиков), выбирают соответствующую градуировку и определяют концентрацию.

Погрешность результатов измерений вычисляют по формуле (1).

$$\delta_i = \frac{C_{\text{действ}} - C_i}{C_{\text{действ}}} * 100\% \quad (1)$$

где C_i – значение массовой концентрации i -го измерения ($i \leq 5$), мг/дм³.

$C_{\text{действ}}$ – действительное значение массовой концентрации ОА (или ОУ) в контрольном растворе.

В качестве результата выбираем наибольшее значение относительной погрешности, полученное для всех контрольных растворов.

Аналитор считают выдержавшим проверку по п. 6.3.1.2, если величина δ не превышает:

- для азота $\pm(20 - 0,15*C_{\text{аз}})\%$,

при измерении массовой концентрации контрольного вещества в растворе с содержанием ОА 0,30 мг/дм³ - $\pm 20\%$;

- для углерода $\pm(19 - 0,14*C_{\text{уг}})\%$,

при измерении массовой концентрации контрольного вещества в растворе с содержанием ОУ 1,3 мг/дм³ - $\pm 19\%$,

где $C_{\text{аз(уг)}}$ – действительное значение массовой концентрации ОА (ОУ) в контрольном растворе, мг/дм³.

Инв. № подл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист

10

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Положительные результаты поверки оформляются в соответствии с ПР 50.2.006 свидетельством установленной формы или нанесением поверительного клейма в соответствии с ПР 50.2.007 в разделе «Свидетельство о приемке» РЭ.

7.2 Отрицательные результаты поверки оформляют извещением о непригодности по форме приложения 2 ПР 50.2.006.

7.3 Форма протокола поверки приведена в приложении А.

Инв. № подл.	Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист

11

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Зав. № _____

Модификация _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха ${}^0\text{K}$

атмосферное давление кПа

относительная влажность %

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты опробования _____

3 Результаты определения метрологических характеристик

3.1 Определение относительной погрешности анализатора

3.1.1 Определение относительной погрешности для модификаций «ТОПАЗ N», «ТОПАЗ NC» (при измерении массовой концентрации общего азота, мг/дм³)

Таблица 1

№	Измеренная концентрация ОА, мг/дм ³	Заданное значение концентрации ОА в контрольных растворах, мг/дм ³	Относительная погрешность, δ, %
1		0,30	
2			
3			

3.1.2 Определение относительной погрешности для модификаций «ТОПАЗ С», «ТОПАЗ NC» (при измерении массовой концентрации общего углерода, мг/дм³)

Таблица 2

№	Измеренная концентрация ОУ, мг/дм ³	Заданное значение концентрации ОУ в контрольных растворах, мг/дм ³	Относительная погрешность, δ, %
1		1,3	
2			
3			

4. Заключение _____

Поверитель: _____

(подпись)

Инв. № подп.	Подпись и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист

12

ПРИЛОЖЕНИЕ Б (обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов для проверки метрологических характеристик анализаторов элементного состава "ТОПАЗ"

Методика устанавливает процедуру приготовления контрольных растворов (КР) стандартных образцов состава водных растворов общего азота, общего углерода и неорганического углерода, предназначенных для поверки анализаторов элементного состава "Топаз" ТУ 4215-019-46919435-2009.

Б.1 Метрологические характеристики:

- массовая концентрация общего азота в КР: $C_{OA} = 0,30 \text{ мг}/\text{дм}^3$;
- массовая концентрации общего углерода в $C_{OY_1} = 1,3 \text{ мг}/\text{дм}^3$.

Б.2 Для приготовления контрольных растворов стандартных образцов следует применять:

- государственные стандартные образцы (ГСО) состава водного раствора общего азота (комплект 8А) ГСО 7193-95-:-7194-95 ГДВИ.410408.037 ТУ;
- карбонат натрия с содержанием основного вещества не менее 98%
- колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74;
- пипетки 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91 ГОСТ 29169-91;
- стаканы химические по ГОСТ 25336-82;
- бумагу фильтровальную;
- термометр ртутный по ГОСТ 28498-90;
- дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72 или воду более высокого качества, в зависимости от требований используемой методики (далее - вода).

Б.3 Растворы из ГСО должны приготавливаться при температуре окружающей среды $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$. В процессе приготовления растворов не допускается изменение температуры окружающей среды более чем на 2°C .

Б.4 Рекомендуется приготавливать растворы при температуре окружающей среды и (или) температуре воды, используемой для приготовления растворов, $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$. При других температурах вводят температурную поправку с учетом рекомендаций ГОСТ 25794.1-83.

Б.5 Для приготовления растворов следует:

Б.5.1 Необходимый для получения раствора общего азота объем ГСО V_{co} , см^3 , рассчитать по формуле:

$$V_{co} = 0,001 C_{OA} \times V_K / C_m$$

где C_{OA} - массовая концентрация общего азота в приготавливаемом растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$,

C_m - аттестованное значение массовой концентрации общего азота в ГСО, $\text{г}/\text{дм}^3$, согласно паспорту на ГСО;

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист

13

V_K - объем используемой мерной колбы, см³.

Рекомендуется выбирать V_K при заданном C_m так, чтобы объём $V_{co} > 1,0$ см³.

Б.5.2 Обмыть необходимое количество ампул (с суммарным объемом ГСО не менее V_{co}) снаружи водой и высушить поверхность ампул фильтровальной бумагой.

Б.5.3 Вскрыть ампулы и перелить их содержимое в чистый сухой химический стакан.

Б.5.4 Отобрать из химического стакана чистой и сухой пипеткой необходимый объем ГСО V_{co} , см³, и количественно перенести в соответствующую мерную колбу с притёртой пробкой,

Б.5.5 Довести раствор в мерной колбе до метки водой и содержимое колбы тщательно перемешать.

Б.5.6 Действительное значение массовой концентрации общего азота в приготавливаемых растворах, C_{OA} , мг/дм³, рассчитывается с учетом аттестованного значения ГСО, C_m , по формуле:

$$C_{OA} = C_{nom} * C_m / C_{nom}^{GCO}$$

где C_{nom}^{GCO} - номинальное значение массовой концентрации общего азота C_{OY} , мг/дм³, в ГСО, равное 0,5 или 0,1 г/дм³ для ГСО с индексами 8A-1 и 8A-2 соответственно.

Б.5.7 Действительное значение массовой концентрации общего углерода в приготавливаемых растворах АР-ОУ на основе карбоната натрия определяется по формуле:

$$C_{OY} = C_K / 8,83$$

где C_K – концентрация карбоната натрия.

Требуемые значения C_K для получения КР общего углерода приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Требуемая концентрация карбоната натрия C_K , мг/дм ³	Масса карбоната натрия, мг	Объем мерной колбы, используемой для разбавления, см ³	Номинальная массовая концентрация общего углерода в приготавливаемых растворах C_{OY} , мг/дм ³
442	442	1000	50
11,5	11,5	1000	1,3

Б.6 Погрешность действительного значения массовых концентраций общего азота и общего углерода в приготавливаемых растворах рассчитывается с учетом процедуры их приготовления в соответствии с РМГ 60–2003, раздел 7.

Б.7 Растворы длительному хранению не подлежат, и их рекомендуется использовать в день приготовления.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист

14

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Форма 2 ГОСТ 2.503-74

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись Дата

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Лист

15