

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора



ЗАО «Гранит-7»

А.Г. Руденко

2014 г.

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.И. Ханов

М.П.

2014 г.

ФЛЮОРИМЕТРЫ-НЕФЕЛОМЕТРЫ ФНП-02ГР

Методика поверки
НМИУ.414215.002Д

г. Санкт-Петербург
2013 г.

Содержание

1	Операции поверки	3
2	Средства поверки	4
3	Условия поверки	5
4	Требования безопасности.....	5
5	Подготовка к поверке	5
6	Проведение поверки	6
6.1	Внешний осмотр	6
6.2	Опробование	6
6.3	Определение метрологических характеристик.....	7
7	Оформление результатов поверки	9
	Приложение А Схема поверки флюориметра-нефелометра.....	10
	Приложение Б Порядок приготовления растворов, используемых при проведении испытаний	11
	Приложение В Протокол поверки.....	15

Настоящая методика распространяется на флюориметры-нефелометры ФНП-02Гр (далее – флюориметр-нефелометр), изготовленные по технической документации ЗАО «Гранит-7», и предназначенные для измерения массовой концентрации растворенных органических веществ (РОВ), хлорофилла-А, уранина, используемого как трассер, в трех спектральных диапазонах, а также мутности в водных средах на глубине до 600 метров и устанавливает методику его первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 2 года.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.1

N	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			При первичной поверке и после ремонта	При периодической поверке
1	Внешний осмотр, Проверка комплектности	6.1	Да	Да
2	Опробование	6.2.1	Да	Да
3	Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2.2	Да	Да
4	Определение метрологических характеристик:	6.3		
	- определение погрешности флюориметра-нефелометра по уранину, хлорофиллу А (в эквиваленте родамина Б) и РОВ (в эквиваленте перилена);	6.3.2	Да	Да
	- определение погрешности флюориметра-нефелометра при измерении мутности	6.3.2	Да	Да

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерения и вспомогательное оборудование, указанные в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Наименование средств поверки и вспомогательного оборудования	Основные метрологические характеристики	Номер пункта методики при	
		первичной поверке	периодической поверке
ГСО мутности (формазиновая суспензия)	по ГСО № 7271-96		
Контрольный раствор перилена	Готовится согласно п.5.1.9 РД 52.04.186-89		
Флуоресцеин	Кв. «Ч», ТУ 6-09-2464-82		
Родамин Б	Кв. «ЧДА», ТУ 6-14-1088-74		
Термометр ГОСТ 13646-68	Цена деления 1 °С. Диапазон измерения температуры от 10 °С до 40 °С	5.1	5.1
Барометр–анероид метеорологический БАММ-1 ТУ 25-11.1513-79	Цена деления 1 кПа. Диапазон измерения атмосферного давления от 60 до 120 кПа	5.1	5.1
Психрометрический гигрометр ВИТ-1 ТУ 25-11.1645-84	Диапазон измерения относительной влажности воздуха от 20 % до 90 %. Погрешность измерения не более 5 %	5.1	5.1
Источник постоянного тока низковольтный Б5-48А РГЗ.233.001	Напряжение от 0 до 50 В. Ток от 0 до 2 А	6.2, 6.3	6.2, 6.3
Кожух защитный НМИУ.305142.002	-	6.3	6.3

Примечания

1 Допускается использовать другие эквивалентные средства измерений, обеспечивающие заданные пределы и точность измерений.

2 Все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке и (или) клейма.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха от 15 °С до 35 °С,
- относительная влажность от 45 до 80 %,
- атмосферное давление от 86 до 106 кПа (от 645 до 795 мм рт. ст.).

3.2 Установка и подготовка флюориметра-нефелометра к поверке, выполнение операций при проведении измерений осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации НМИУ.414215.002РЭ.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки флюориметра-нефелометра необходимо выполнить следующие действия:

- внимательно ознакомиться с руководством по эксплуатации и руководством оператора программы «ФНП-02Гр»;
- извлечь прибор ФНП-02, входящий в состав флюориметра-нефелометра, из упаковки;
- собрать схему поверки флюориметра-нефелометра в соответствии с приложением А;
- подготовить флюориметр-нефелометр к работе в соответствии с НМИУ.414215.002РЭ (подраздел 2.2);

- подготовить средства измерения и вспомогательное оборудование в соответствии с их технической документацией.

5.2 Приготовить поверочные растворы К1, К2: на основе флуоресцеина, Ч (ТУ 6-09-2464-82), родамина Б, ЧДА (ТУ 6-14-1088-74), стандартного образца мутности ГСО 7271-96, раствора перилена, приготовленного согласно п.5.1.9 РД 52.04.186-89, в соответствии с приложением Б.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра необходимо установить следующее:

- соответствие комплектности поверяемого флюориметра-нефелометра НМИУ.414215.002ПС (раздел 4);
- наличие свидетельства о предыдущей поверке (при периодической поверке);
- отсутствие загрязнения, механических повреждений прибора ФНП-02, влияющих на работу флюориметра-нефелометра.

6.1.2 При положительных результатах внешнего осмотра перейти к опробованию флюориметра-нефелометра.

6.2 Опробование

6.2.1 Опробование флюориметра-нефелометра проводят в следующем порядке:

- собрать схему в соответствии с приложением А;
- с внешнего источника питания подать напряжение на прибор ФНП-02;
- включить управляющую ПЭВМ;
- запустить программу «ФНП-02Гр»;
- через 15 мин после включения флюориметра-нефелометра выдать из главного меню программы «ФНП-02Гр» команду на проведение его тестовой проверки в соответствии с руководством оператора 589.6378.00841-01 34 01 программы «ФНП-02Гр»;
- контролировать появление сообщения «Тест пройден» на экране ПЭВМ;
- выключить источник питания прибора ФНП-02.

При положительных результатах опробования приступить к поверке флюориметра-нефелометра.

6.2.2 Подтверждение соответствия ПО

При проведении поверки анализаторов выполняют операцию «Подтверждение соответствия программного обеспечения». Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» состоит в определении номера версии (идентификационного

номера) программного обеспечения.

Просмотр номера версии программного обеспечения анализатора доступен в при входе в программу «ФНП-02Гр». На дисплее отображаются заводской номер и номер версии программного обеспечения. Флюориметр-нефелометр считают прошедшим поверку, если номер версии совпадает с номером версии, указанным в руководстве по эксплуатации.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение метрологических характеристик флюориметра-нефелометра при измерении массовых концентраций уранина, хлорофилла А (в эквиваленте родамина Б) и РОВ (в эквиваленте перилена), а также мутности проводят на флюориметре-нефелометре, прошедшем градуировку и техническое обслуживание в объеме еженедельного технического обслуживания на предприятии, эксплуатирующем флюориметр-нефелометр.

6.3.2 Проверку диапазонов измерений массовой концентрации уранина, родамина Б, перилена, а также значений мутности и определение погрешности флюориметра-нефелометра проводят после опробования по 6.2 для каждого из определяемых веществ в следующем порядке:

а) заполнить емкость вместимостью 18 дм³ для проверки прибора фоновым раствором первого контрольного вещества объемом 15 дм³ и внести в емкость рассчитанное количество вещества для получения раствора с концентрацией К1 или К2, перемешать раствор для равномерного распределения контролируемого вещества по всему объему;

б) поместить прибор в ёмкость; включить ПЭВМ, подать с внешнего источника питания напряжение на прибор;

в) в пункте «Измерение» программы «ФНП-02Гр» 589.6378.00841-01 34 01 включить контроль допуска, выставить в соответствие с таблицами Б1, Б2 приложения Б концентрацию соответствующего контрольного раствора в столбце «РАСТВОР» и таблицами 6.1, 6.2 значения пределов допускаемых значений относительной погрешности в столбце «ДОПУСК[%]» и провести измерение в течение 20 с;

Таблица 6.1

Наименование характеристики	Уранин	Родамин Б	Перилен
1 Диапазон измерений массовой концентрации, г/см ³	От $3 \cdot 10^{-11}$ до 10^{-9} включ.	От $3 \cdot 10^{-9}$ до 10^{-7} включ.	От $3 \cdot 10^{-9}$ до 10^{-7} включ.
2 Пределы допускаемых значений относительной погрешности, %	±15	±15	±15

Таблица 6.2

Наименование характеристики	Мутность
1 Диапазон измерений, ЕМФ	От 0,5 до 20
2 Пределы допускаемых значений относительной погрешности, %	±20

г) проконтролировать, чтобы в столбце «КОНТРОЛЬ» напротив соответствующего контрольного вещества загорелся зеленый индикатор;

д) рассчитать относительную погрешность δ_o можно по формуле:

$$\delta_o = (C_n - C_d) / C_d \cdot 100 \% \quad (4.2)$$

где C_n – результат измерения концентрации определяемого вещества, г/см³ (ЕМФ – в случае мутности);

C_d – действительное значение массовой концентрации определяемого вещества в измеряемом растворе, г/см³ (ЕМФ – в случае мутности).

Примечание – В случае, если после измерений будет загораться красный индикатор и δ_o будет превышать значение погрешности, указанного для определяемого вещества, необходимо визуально проверить положение прибора ФНП-02 в емкости, его работу, правильность внесения данных в столбцы «РАСТВОР» и «ДОПУСК[%]», устранить возможные внешние помехи и заново провести измерение. Если и в этом случае будет загораться красный индикатор и δ_o будет превышать значение погрешности, указанного для определяемого вещества, необходимо заново приготовить контрольный раствор и провести измерение. Если и в этом случае будет загораться красный индикатор и δ_o будет превышать значение погрешности, указанного для определяемого вещества, то прибор признается не прошедшим поверку.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки флюориметров-нефелометров составляется протокол результатов измерений по форме Приложения В, в котором указывается его соответствие предъявляемым требованиям.

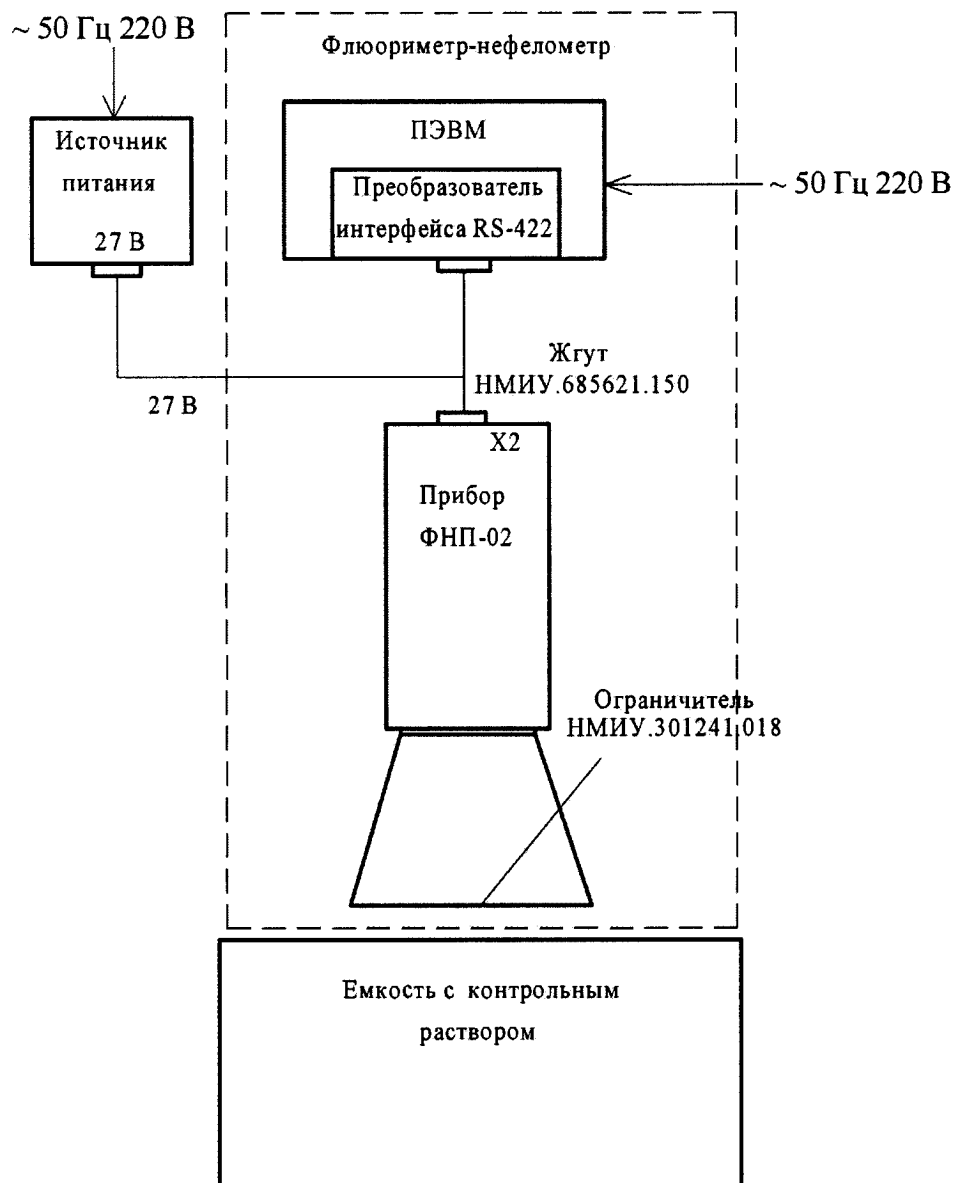
7.2 Флюориметр-нефелометр, удовлетворяющий требованиям настоящей Методики, признается годным. Положительные результаты оформляются свидетельством о его поверке.

7.3 На флюориметр-нефелометр, признанный не пригодным к эксплуатации, выписывается извещение о непригодности с указанием причин.

Приложение А

(обязательное)

Схема поверки флюориметра-нефелометра



Приложение Б

(обязательное)

Порядок приготовления растворов, используемых при проведении поверки

Б.1 Настоящее приложение определяет порядок приготовления растворов уранина, родамина Б и перилена для проведения испытания прибора ФНП-02.

Б.2 Средства измерений, вспомогательные средства, реактивы, применяемые при приготовлении растворов:

- весы общего назначения ВЛР-200 г 2 класса точности (погрешность 0,00015 г) с наибольшим пределом взвешивания 200 г ГОСТ 19491-74;
- колба 2-1000-2 ГОСТ 1770-74;
- пипетка 1-2-2-1 ГОСТ 29227-91;
- пипетка 1-2-2-5 ГОСТ 29227-91;
- пипетка 1-2-2-10 ГОСТ 29227-91;
- стакан В-1-1000 ТС ГОСТ 25336-82;
- цилиндр 1-100-2 ГОСТ 1770-74;
- цилиндр 1-250-2 ГОСТ 1770-74;
- цилиндр 1-500-2 ГОСТ 1770-74;
- вода дистиллированная ГОСТ 6709-72;
- флуоресцеин ч. ТУ 6-09-2464-82;
- родамин Б чда. ТУ 6-14-1088-74;
- контрольный раствор перилена;
- натрий углекислый кислый ГОСТ 2156-76;
- изопропиловый спирт ТУ 2632-015-11291058-95;
- государственный стандартный образец мутности ГСО 7271-96;
- емкость 18 дм³.

Б.3 В качестве фонового раствора при работе с раствором уранина используют раствор натрия углекислого с концентрацией 0,1 г/дм³ в дистиллированной воде. Для приготовления фонового раствора уранина растворить 1,5 г натрия углекислого в 15 дм³ дистиллированной воды.

Срок годности раствора: 1 неделя.

Б.4 Для приготовления вспомогательного раствора уранина с концентрацией $1 \cdot 10^{-5}$ г/см³ поместить $(0,01 \pm 0,00015)$ г флуоресцеина и $(0,5 \pm 0,01)$ г натрия углекислого кислого в мерную колбу вместимостью 1000 см³, довести объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Срок годности раствора: 1 недели.

Б.5 В качестве фонового раствора при работе с раствором родамина Б используют дистиллированную воду.

Б.6 Для приготовления вспомогательного раствора родамина Б с концентрацией $5 \cdot 10^{-5}$ г/см³ поместить $(0,05 \pm 0,0015)$ г родамина Б в мерную колбу вместимостью 1000 см³, довести объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Срок годности раствора: 1 неделя.

Б.7 В качестве фонового раствора при работе с периленом используют изопропиловый спирт.

Б.8 Вспомогательный раствор перилена с концентрацией $1 \cdot 10^{-5}$ г/см³ готовят согласно п.5.1.9 РД 52.04.186-89. Поместить $(0,01 \pm 0,00015)$ г перилена в стакан вместимостью 1000 см³, добавить 600 см³ изопропилового спирта и растворить при кипячении. После охлаждения раствор перенести в мерную колбу вместимостью 1000 см³, довести объем раствора до метки изопропиловым спиртом и тщательно перемешать.

Срок годности раствора: 1 неделя.

Б.9 Для приготовления контрольных растворов К1, К2 флюоресцирующих веществ в емкость, заполненную 15 дм³ фонового раствора, прилить при помощи пипеток и мерных цилиндров соответствующий вспомогательный раствор флюоресцирующего вещества, расчетные объемы добавок которого указаны в таблице Б.1, и тщательно перемешать.

Таблица Б.1

Контрольное вещество	Приготавливаемый раствор и его массовая концентрация, г/см ³	Объем добавки при последовательном вводе вещества V_i , см ³ , вспомогательного раствора	Суммарный объем добавки вещества V_i , см ³	Относительная погрешность контрольного раствора, %
Уранин	К1 – $2 \cdot 10^{-10}$	0,30	0,30	1,2
	К2 – $8 \cdot 10^{-10}$	0,90	1,20	1,4
Родамин Б	К1 – $2 \cdot 10^{-8}$	6,00	6,00	0,95
	К2 – $8 \cdot 10^{-8}$	18,00	24,00	1,1

Перилен	K1 – $2 \cdot 10^{-8}$	30,00	30,00	1,3
	K2 – $8 \cdot 10^{-8}$	90,00	120,00	1,6

Б.10 Все работы по приготовлению растворов формазинной суспензии необходимо проводить в соответствии с инструкцией по применению государственного стандартного образца мутности ГСО 7271-96.

Б.11 В качестве фонового раствора при работе с раствором формазинной суспензии используют деионизованную воду.

Б.12 Для приготовления поверочных растворов K1, K2 мутности в емкость, заполненную 15 дм³ фонового раствора, прилить при помощи пипетки или мерного цилиндра рассчитанные количества мутности, указанные в таблице Б.2 и тщательно перемешать.

Б.13 Срок годности раствора: 1 день.

Таблица Б.2

Определяемый параметр	Приготавливаемый раствор и его мутность, ЕМФ	Объем добавки при последовательном вводе вещества V_i , см ³ , вспомогательного раствора	Суммарный объем добавки вещества V_i , см ³	Относительная погрешность контрольного раствора, %
Мутность	K1 – 2,0	7,50	7,50	2,2
	K2 – 15,0	48,50	56,00	2,4

Приложение В

Протокол поверки

В.1 Поверяемый флюориметр-нефелометр ФНП-02Гр № _____,
 заводской номер _____
 принадлежащий _____

наименование организации

В.2 Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____ °С;

Атмосферное давление _____ кПа;

Относительная влажность _____ %.

В.3 Средства поверки:

В.4 Результаты поверки заносят в таблицу В.1.

Таблица В.1.

Операции поверки	Допускаемое значение параметра		Установленное значение параметра по результатам поверки		Заключение о пригодности прибора по поверяемым параметрам (годен, не годен)
	диапа-зон измере-ний	пределы допускае-мых значений относи-тельной погреш-ности, %	диапа-зон измере-ний	пределы допускае-мых значений относи-тельной погреш-ности, %	
1 Внешний осмотр					
2 Опробование					
3 Подтверждение соответствия ПО					
4 Определение массовой концентрации уранина, г/см ³					
5 Определение массовой концентрации хлорофилла А (в эквиваленте родамина Б), г/см ³					
6 Определение массовой концентрации РОВ (в эквиваленте перилена), г/см ³					

Операции поверки	Допускаемое значение параметра		Установленное значение параметра по результатам поверки		Заключение о пригодности прибора по поверяемым параметрам (годен, не годен)
	диапазон измерений	пределы допускаемых значений относительной погрешности, %	диапазон измерений	пределы допускаемых значений относительной погрешности, %	
7 Определение мутности, ЕМФ					

В.5 Заключение _____

Поверитель _____
личная подпись

расшифровка подписи
год, месяц, число