



УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГПК СибГУП "ВНИИМС"

В.Н.Яншин

"22" декабря 2008 г.

ИНСТРУКЦИЯ

Анализаторы элементного состава "EuroEA 3000"

Методика поверки

Москва 2008 г.

Настоящая инструкция распространяется на анализаторы элементного состава "EuroEA 3000" фирмы "Eurovector, S.p.A.", Италия, (далее – анализаторы), предназначенные для определения содержания азота, углерода, водорода, серы в твердых и жидких органических и неорганических веществах и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции поверки, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции поверки	Номер пункта инструкции	Обязательность проведения операции при	
		первой поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	5.1		
Опробование	5.2		
Определение метрологических характеристик анализатора	5.3		
– определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в однореакторном исполнении анализатора (режим определения С, Н, N, S);	5.3.1	Да	Да ¹
– определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в двухреакторном исполнении анализатора (режим определения С, Н, N).	5.3.2.	Да	Да ¹
Определение повторяемости	–	Нет	Да ²
Определение погрешности результатов измерений	–	Нет	Да ²

Примечание: – ¹ При отсутствии нормативной документации (НД) по ГОСТ 8.563 на методику выполнения измерений анализатором;

² При наличии нормативной документации по ГОСТ 8.563 на методику выполнения измерений анализатором.

1.2 Определение метрологических характеристик выполняют в соответствии с требованиями нормативных документов на методики выполнения измерений (МВИ), в составе которых эксплуатируются поверяемые анализаторы.

В случае эксплуатации анализаторов по двум или более МВИ, контроль метрологических характеристик выполняют для каждой из применяемых МВИ.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ, РЕАКТИВЫ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства измерений:

– контрольные вещества

цистин ($C_6H_{12}N_2O_4S_2$), содержание основного вещества не менее 99%, CAS 56-89-3;

ацетанилид (C_8H_9NO); содержание основного вещества не менее 99%, CAS 103-84-4;

– термометр лабораторный ТЛ4, диапазон измерений (0 – 50)°C, цена деления 0,1°C; ГОСТ 28498-90;

– барометр-анероид БАММ-1 диапазон измерений от (80–106) кПа; ТУ25-04-1513-79;

– психрометр аспирационный электрический М-34, диапазон измерений относительной влажности (10-100) %; ТУ25-1607.054-85.

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей инструкции.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °C	20 ± 5
– атмосферное давление, кПа	$84 \div 106,7$
– относительная влажность воздуха, %	$20 \div 80$
– напряжение переменного тока, В	220 ± 22
– частота сети, Гц	50 ± 1

4.2 Анализатор готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации. Режимные параметры анализатора приведены в таблице 2.

Таблица 2

Наименование параметра	Значения параметра
Расход газа-носителя (Carrier Flow), мл/мин	120 ± 12
Давление газа-носителя (Carrier Pressure), кПа	80 ± 8

Наименование параметра	Значения параметра
Расход газа на продувку системы (Purge Flow), мл/мин	80±8
Температура первого реактора (Front Furnace), °C	1000±100
Температура второго реактора (Rear Furnace), °C	1200±100
Температура термостата колонки и детектора (Oven Temperature), °C	115±5

4.3 Проверку анализатора проводят на месте их установки и эксплуатации.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности анализатора паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

5.2 Определение метрологических характеристик

5.2.1 Определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли (%) элементов для анализатора в однореакторном исполнении (конфигурация SINGLE, режим определения С, Н, N, S).

5.2.1.2 Измерения проводят после выхода анализатора на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать приведенным в разделе 4.2.

5.2.1.3 В качестве контрольного вещества используют цистин. Готовят 18 навесок цистина массой ($1\pm0,1$) мг (процедура приготовления описана в руководстве по эксплуатации элементного анализатора). Навеску цистина помещают в оловянные капсулы, запечатывают. Капсулы переносят в автосамплер анализатора и анализируют в соответствии с программой, приведенной в таблице 3.

Таблица 3

№ п/п	Тип образца	Название вещества		Масса образца, мг
		конфигурация SINGLE	конфигурация DUAL	
1	blank*			—
2	blank*			—
3	bypass**	цистин	ацетанилид	1±0,1
4	bypass**	цистин	ацетанилид	1±0,1
5	std***	цистин	ацетанилид	1±0,1
6	std***	цистин	ацетанилид	1±0,1
7	std***	цистин	ацетанилид	1±0,1
8	std***	цистин	ацетанилид	1±0,1

№ п/п	Тип образца	Название вещества –		Масса образца, мг
		конфигурация SINGLE	конфигурация DUAL	
9	std***	цистин	ацетанилид	1±0,1
10	std***	цистин	ацетанилид	1±0,1
11	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
12	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
13	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
14	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
15	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
16	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
17	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
18	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
19	sample****	цистин	ацетанилид	1±0,1
20	sample ****	цистин	ацетанилид	1±0,1

* Холостой анализ (вместо образца используется запаянная пустая капсула).

** Контроль выхода анализатора на режим (обычный анализ, но без учета его результатов).

*** Анализ образцов для градуировки элементного анализатора.

**** Анализ контрольных образцов.

5.2.1.4 Полученные данные обрабатывают с применением опции "K-factor" (см. руководство по эксплуатации).

Результаты анализа считаются с регистрирующего устройства анализатора в любом удобном формате, например, в формате Microsoft Excel.

Значение среднего квадратического отклонения (σ , массовая доля, %) рассчитывают по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X}_i)^2}{n-1}},$$

где X_i – массовая доля i-того элемента в контрольном образце, %; (sample****)

\bar{X}_i – среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли i-того элемента в десяти образцах, %.

5.2.1.5 Значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов (%) не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Наименование элемента	C	H	N	S
СКО случайной составляющей погрешности измерений, массовая доля, %	0,3	0,1	0,1	0,3

5.2.2 Определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов (%) для анализатора в двухреакторном исполнении (конфигурация DUAL, режим определения C, H, N).

5.2.2.1 Измерения проводят после выхода анализатора на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать приведенным в разделе 3.2.

5.2.2.2 В качестве контрольного вещества используют ацетанилид. Готовят 18 навесок ацетанилида массой ($1\pm0,1$) мг (процедура приготовления описана в руководстве по эксплуатации анализатора). Навеску ацетанилида помещают в оловянные капсулы и запечатывают. Капсулы переносят в автосамплер анализатора и анализируют в соответствии с программой, приведенной в таблице 4.

5.2.2.3 Далее выполняют операции по п.5.2.1.4

5.2.2.4 Значения среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли (%) элементов C, H, N не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол.

6.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

6.3 Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Анализаторы изымаются из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

6.4 После ремонта анализаторы подвергают поверке.

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС"

О.Л. Рутенберг