



**УТВЕРЖДАЮ**

Руководитель ФГУП "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	
		первичной 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 C, H, N, S);	5.3.1	Да	Да <sup>1</sup>
– определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли элементов в двухреакторном исполнении анализатора (режим определения C, H, N).	5.3.2.	Да	Да <sup>1</sup>
Определение повторяемости	–	Нет	Да <sup>2</sup>
Определение погрешности результатов измерений	–	Нет	Да <sup>2</sup>

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

<sup>2</sup> 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%, CAS103-84-4;
- термометр лабораторный ТЛ4, диапазон измерений (0 – 50)°С, цена деления 0,1°С; 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, °С  $20 \pm 5$
- атмосферное давление, кПа  $84 \div 106,7$
- относительная влажность воздуха, %  $20 \div 80$
- напряжение переменного тока, В  $220 \pm 22$
- частота сети, Гц  $50 \pm 1$

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	$120 \pm 12$
Давление газа-носителя (Carrier Pressure), кПа	$80 \pm 8$

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 Поверку 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 C, H, 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 ( $1 \pm 0,1$ ) 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 считываются с регистрирующего устройства анализатора в любом удобном формате, например, в формате Microsoft Excel.

Значение среднего квадратического отклонения ( $\sigma$ , 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 ( $1 \pm 0,1$ ) 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