

УТВЕРЖДАЮ

Директор
ООО "Информаналитика"


В.М. Тележко



" марта 2009 г.

СОГЛАСОВАНО
Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
"ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"



Н.И.Ханов

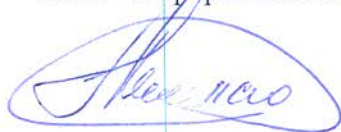
2009 г.

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

Методика поверки

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

Заместитель директора
ООО "Информаналитика"



Г.М. Тележко

Главный конструктор проекта
ООО "Информаналитика"



Г.Н. Сметанин

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



Л.А. Конопелько

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



М.А. Мешалкин

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

СОДЕРЖАНИЕ

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

Перв. примен.	
Справ. №	

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

ЛШЮГ 413411.019 ДЛ				
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата
		Разраб. Сметанин Г.Н.		
		Провер. Тележко Г.М.		
		Н. Контр. Юсубова И.Н.		
		Утверд. Тележко В.М.		
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, бутылированных, 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.

Подпись и дата		Инв. № дубл.		Взам. инв. №		Подпись и дата		Инв. № подл.		
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	
		первичной 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	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата	

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

Номер пункта НТД по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного 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 °С, диапазон измерения влажности от 10 до 100 % при температуре от 5 до 40 °С
	Барометр-анероид БАММ-1; ТУ 25-04-1513-79; диапазон измерения от 80 до 106 кПа; ПГ ± 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 2-1000-2, 2-500-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74; пипетки мерные 1-2-5 по ГОСТ 29169-91; весы аналитические, диапазон измерения 0,010 – 50 г, абсолютная погрешность измерения менее 0,0005 г; вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

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

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

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

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	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата	ЛШЮГ 413411.019 ДЛ				Лист
									6
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата					

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха (25 ± 10) °С;
- 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	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата	ЛШЮГ 413411.019 ДЛ				Лист
									7
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата					

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	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата	ЛШЮГ 413411.019 ДЛ				Лист
									8
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата					

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 COM-порту компьютера (по умолчанию COM1). При успешном завершении поиска прибора в нижней части **Главного окна программы** появится индикация основных текущих параметров прибора.

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 (ОА) и у модификаций "ТОПАЗ С" и "ТОПАЗ NC" по общему углероду (ОУ) 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 мг/дм³ и массовой концентрацией ОУ 1,3 мг/дм³.

Микрошприцем отбирают раствор ОА/ОУ до отметки 100 мкл. Затем раствор вводят в анализатор, в устройство для ввода пробы "ОУ/ОА". Процедуру повторяют не менее пяти раз. Фиксируют полученные соответствующие значения выходного сигнала общего азота и (или) общего углерода (площади пиков), выбирают соответствующую градуировку и определяют концентрацию.

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

					ЛШЮГ 413411.019 ДЛ	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		9

Погрешность результатов измерений вычисляют по формуле (1).

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

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

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

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

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

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

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

- для углерода $\pm(19 - 0,14 * C_{уг}^1)\%$,

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

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

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

						ЛШЮГ 413411.019 ДЛ	Лист
							10
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата			

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	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата	ЛШЮГ 413411.019 ДЛ

**ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)**

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Зав. № _____ Модификация _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки: температура окружающего воздуха _____ °К

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 NS» (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			
4			
5			

3.1.2 Определение относительной погрешности для модификаций «ТОПАЗ С», «ТОПАЗ NS» (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			
5			

4. Заключение _____

Поверитель: _____

(подпись)

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

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	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: $C_{OА1} = 0,30 \text{ мг/дм}^3$;
- массовая концентрации общего углерода в $C_{Oу1} = 1,3 \text{ мг/дм}^3$.

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 ± 5) °С. В процессе приготовления растворов не допускается изменение температуры окружающей среды более чем на 2 °С.

Б.4 Рекомендуется приготавливать растворы при температуре окружающей среды и (или) температуре воды, используемой для приготовления растворов, (20 ± 1) °С.

Б.5 Для приготовления растворов следует:

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

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

где $C_{OА}$ - массовая концентрация общего азота в приготавливаемом растворе, мг/дм^3 ,
 C_m - аттестованное значение массовой концентрации общего азота в ГСО, г/дм^3 , согласно паспорту на ГСО;

V_K - объем используемой мерной колбы, см^3 .

Изн. № подл.	Подпись и дата	Взам. инв. №	Изн. № дубл.	Подпись и дата
--------------	----------------	--------------	--------------	----------------

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата	ЛШЮГ 413411.019 ДЛ	Лист 13

Рекомендуется выбирать V_K при заданном C_m так, чтобы объём $V_{CO} > 1,0 \text{ см}^3$.

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 объём ГСО V_{CO} , см^3 , 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/дм^3 , рассчитывается с учетом аттестованного значения ГСО, C_m , по формуле:

$$C_{OA} = C_{\text{НОМ}} * C_m / C^{\text{ГСО}}_{\text{НОМ}}$$

где $C^{\text{ГСО}}_{\text{НОМ}}$ - номинальное значение массовой концентрации общего азота C_{OY} , мг/дм^3 , в ГСО, равное 0,5 или 0,1 г/дм^3 для ГСО с индексами 8А-1 и 8А-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	Объём 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

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Форма 2 ГОСТ 2.503-74

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм.	Номера листов				Всего листов в докум.	№ документа	Входящий № сопроводительного документа и дата	Подп	Дата
	измененных	замененных	новых	аннулированных					

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