

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель директора по
науке ФГУП «ВНИИМС»


Ф.В. Булыгин



сентября 2017 г.

Анализаторы промышленные комбинированные «ЛИДЕР»
с каналом общего органического углерода «ЛИДЕР-ТОС»

Методика поверки
ЛИД 300.08.00.000МП

г. Москва
2017 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы промышленные комбинированные «ЛИДЕР» с каналом общего органического углерода «ЛИДЕР-ТОС», изготавливаемые предприятием ООО «НПП «ТЕХНОПРИБОР», Россия, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательное проведение операции	
		при выпуске из производства и после ремонта	в эксплуатации
Внешний осмотр	5.1	Да	Да
Опробование	5.2	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	5.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	5.4	Да	Да

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки выполняют

- правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок, ГОСТ Р 12.1.019-2009,
- правила пожарной безопасности, ГОСТ 12.1.004-91,
- правила работы с химическими реактивами, ГОСТ 12.1.007-76,
- требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации поверяемого анализатора.

2.2 Прибор должен быть надежно заземлен.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания от 20 г до 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,001$ г, ГОСТ OIML R 76-1-2011.
- колбы мерные 2-500-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-10, ГОСТ 29227-91;
- сахароза кв. «х.ч.» или «ч.д.а.», ГОСТ 5833-75;
- стаканчик для взвешивания СН-60/14, ГОСТ 25336-82;
- шкаф сушильный лабораторный;
- вода обессоленная с удельной электропроводностью при 25 °С не более 1,5 мкСм/см, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм³, с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм³.

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

При прекращении действия нормативных документов, использованных в тексте методики, новые нормативные документа, взамен отмененных автоматически вводятся в действие в данной методике.

Все средства измерений должны быть поверены и иметь действующие свидетельства или отметки о поверке.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:	
- температура окружающего воздуха, °С	20±5
- относительная влажность, %, не более	80
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7
- напряжение питания, В	от 187 до 242 В
- частота, Гц	(50±1)

4.2 Перед проведением поверки прибор выдерживают в лабораторном помещении не менее 8 ч.

4.3 Перед проведением поверки производят промывку гидроблока (ГБ) анализатора и готовят контрольные растворы в соответствии с Приложением 1 к настоящей методике.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления;
- четкость всех надписей;
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;
- наличие на приборе названия, заводского номера и соответствие маркировки прибора технической документации.

Анализатор считают выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в 5.1.

5.2 Опробование

Опробование производят прокачиванием обессоленной воды через ГБ анализатора в режиме измерения ООУ (ТОС) (при включенной УФ-лампе). При штатной работе через 3 минуты после подачи пробы должны появиться показания на всех каналах, в строке состояния для каждого канала должно отображаться сообщение «идет измерение».

При опробовании проверяют:

- работоспособность насоса и лампы (визуально);
- отсутствие протечек гидравлического тракта;
- работоспособность регулировочных вентилей и крана.
- корректность индикации и работоспособность клавиш сенсорной панели на примере основного экрана и экрана «настройки».

Анализатор считают выдержавшим поверку, если все операции по 5.2 завершены успешно.

5.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения проводят визуально на экране панели оператора, в меню «Сведения о приборе», где отображается наименование и номер версии ПО.

Результат проверки считают положительным, если идентификационное наименование и номер версии соответствуют указанным в таблице 2.

Таблица 2

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	Встроенное ПО трансмиттера	Встроенное ПО кондуктометров	Встроенное ПО ИД ЛИДЕР-ТОС
Идентификационное наименование ПО	3Ch_TOС_m82_iP.xob	ID-047_v56.hex	LD_27_1.hex
Номер версии (идентификационный номер ПО), не менее	8.2	56	1.0

5.4. Определение метрологических характеристик

5.4.1 Определение метрологических характеристик анализатора производят при измерении массовой концентрации общего органического углерода (ООУ или ТОС) в контрольных растворах и сравнением результатов измерений с действительными значениями. При поверке используют не менее трех контрольных растворов, содержание определяемого компонента в которых соответствует началу, середине и концу диапазона измерений анализатора.

По письменному заявлению держателя СИ возможно проведение поверки в ограниченном диапазоне измерений анализатора.

5.4.2 Порядок проведения поверки

Включают анализатор, ожидают окончания загрузки программного обеспечения.

Поверку начинают с анализа подготовленной воды (раствор №1) и контрольных растворов №№ 8-6, для которых устанавливают расход (20 ± 1) см³/мин, далее подают растворы №№ 5-3 с расходом (10 ± 1) см³/мин.

Номинальные значения массовой концентрации общего органического углерода в исходном и контрольных растворах приведены в таблице 3. Расчет действительных значений C_0 производится по формуле (1) Приложения 1 настоящей методики.

Таблица 3

Индекс раствора	Вещество/Раствор	Навеска/Массовая концентрация общего органического углерода	Метод приготовления
1	Вода подготовленная	-	п.2. Приложения 1
2	Навеска сахарозы кв. «х.ч.» или «ч.д.а.», ГОСТ 5833-75/ Исходный раствор	$(1,20 \pm 0,01)$ г/ 500 мг/дм ³	Разбавление
3	Контрольный раствор	1,00 мг/дм ³	Разбавление
4	Контрольный раствор	0,80 мг/дм ³	Разбавление
5	Контрольный раствор	0,50 мг/дм ³	Разбавление
6	Контрольный раствор	0,20 мг/дм ³	Разбавление
7	Контрольный раствор	0,10 мг/дм ³	Разбавление
8	Контрольный раствор	0,05 мг/дм ³	Разбавление

Анализ контрольных растворов выполняют в соответствии с Руководством по эксплуатации. Показания анализатора фиксируют через 10 минут после подачи раствора.

5.4.3 Определение погрешности измерений

5.4.3.1 Значения относительной погрешности анализатора в диапазоне от 0,1 до 1,0 мг/дм³ рассчитывают по формуле

$$\delta_i = \frac{|C_0 - C_i|}{C_0} \cdot 100\%, \quad (1)$$

Значение абсолютной погрешности анализатора в диапазоне от 0 до 0,1 мг/дм³ вычисляют по формуле

$$\Delta_i = |C_0 - C_i|, \quad (2)$$

где C_i – i -тый результат измерений массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм³;

C_0 – действительное значение массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм³.

Полученные значения погрешности не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации общего органического углерода, мкг/дм ³	от 0 до 1000
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода, мкг/дм ³ , в диапазоне от 0 до 100 мкг/дм ³ включ.	±10
Пределы допускаемой относительной погрешности, %, в диапазоне св. 100 до 1000 мкг/дм ³	±10

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол (Приложение 2).

6.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержания свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России №1815 от 02.07.2015 г.).

6.3 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержания свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России №1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП «ВНИИМС», к.х.н.



О.Л. Рутенберг

3.2 Приготовление исходного раствора сахарозы (~500 мг/дм³)

Переносят навеску (1,20±0,01) г предварительно высушенной сахарозы в мерную колбу вместимостью 500 см³.

Добавляют до ¼ объема колбы подготовленную воду, раствор тщательно перемешивают и доводят объем раствора до метки подготовленной водой.

Раствор переносят во флакон из темного стекла с герметичной крышкой. Срок хранения раствора в темном прохладном месте 1 месяц.

Рассчитывают действительное значение массовой концентрации ООУ C_d , мг/дм³, в растворе по формуле

$$C_d = ws / 421,0, \quad (1)$$

где ws – навеска сахарозы, г.

3.3 Приготовление контрольных растворов сахарозы

Отбирают с помощью пипетки соответствующей вместимости указанный объем исходного раствора (см. таблицу 3-1), переносят в мерную колбу и доводят объем раствора до метки подготовленной водой. Раствор тщательно перемешивают. Приготовленный раствор используют в течение суток.

Относительная погрешность массовой концентрации растворов не превышает ± 3 %.

Методика приготовления контрольных растворов общего органического углерода

1 Для приготовления контрольных растворов общего органического углерода применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы:

- весы аналитические, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания от 20 г до 210 г, погрешность взвешивания $\pm 0,001$ г, ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные 2-500-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-10, ГОСТ 29227-91;
- сахароза кв. «х.ч.» или «ч.д.а.», ГОСТ 5833-75;
- стаканчик для взвешивания СН-60/14, ГОСТ 25336-82;
- шкаф сушильный лабораторный;
- вода обессоленная с удельной электропроводностью при 25 °С не более 1,5 мкСм/см, с массовой концентрацией ионов натрия не более 1 мкг/дм³, с массовой концентрацией хлорид-ионов не более 1 мкг/дм³.

2 Общие указания

2.1 Для приготовления растворов используют обессоленную воду, дополнительно обработанную УФ-лампой для удаления фонового содержания органических веществ.

Промывают измерительный тракт ГБ анализатора обессоленной водой, прокачивая ее насосом из банки для растворов. Отмывку проводят до достижения показаний УЭП25 на первом и втором каналах менее 1,5 мкСм/см при выключенной лампе. Прокачивают обессоленную воду через ГБ анализатора в штатном режиме измерений ООУ (ТОС) при включенной УФ-лампе и расходе 20 см³/мин. Обработанную воду собирают со слива измерительного канала анализатора для дальнейшего приготовления контрольных растворов.

2.2 Перед приготовлением растворов выдерживают сахарозу в течение 3 часов в сушильном шкафу при температуре 105 °С. Подготовленную воду и химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить раствор, не менее 2 часов, посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, тщательно ополаскивают очищенной водой и высушивают.

2.3 Температура окружающего воздуха при приготовлении контрольных растворов (20±5) °С.

3 Приготовление контрольных растворов

3.1 Контрольные растворы для определения диапазона измерений и погрешности измерений общего органического углерода готовят в соответствии с таблицей 3-1.

Таблица 3-1

Индекс раствора	Массовая концентрация общего органического углерода, мг/дм ³	Исходное вещество, раствор для разбавления	Навеска/Объем раствора для разбавления	Объем готового раствора, см ³
2	C_0	сахароза кв. «х.ч.» или «ч.д.а.» ГОСТ 5833-75	(1,20 ± 0,01) г	500
3	$1 \cdot C_0 / 500$	Раствор 1	1,0 см ³	500
4	$0,8 \cdot C_0 / 500$	Раствор 1	0,8 см ³	500
5	$0,5 \cdot C_0 / 500$	Раствор 1	0,5 см ³	500
6	$0,2 \cdot C_0 / 500$	Раствор 1	0,2 см ³	500
7	$0,1 \cdot C_0 / 500$	Раствор 1	0,1 см ³	500
8	$0,05 \cdot C_0 / 500$	Раствор 3	10 см ³	500

Приложение 2
(рекомендуемое)

Протокол поверки

1 Наименование: _____

Зав. номер _____

Тип _____

Год выпуска _____

2 Производитель: _____

3 Принадлежит _____ ИНН _____

4 Условия проведения поверки:

- температура окружающего воздуха, °С _____

- атмосферное давление, кПа _____

- относительная влажность, % _____

5 Средства измерений, применяемые при поверке:

Таблица 1

Наименование СИ	Тип СИ	Заводской №	Диапазон измерений	Класс, разряд, погрешность	Дата очередной поверки

6 Наименование документа, в соответствии с которым проводится поверка: _____

7 Операции поверки:

7.1 Внешний осмотр, проверка комплектности

7.2 Опробование

7.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

7.4 Определение метрологических характеристик

Результат определения погрешности анализатора заносится в таблицу 2.

Таблица 2

Номер и наименование контрольного раствора	Действительное значение, мкг/дм ³	Результат измерений, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность	Относительная погрешность	Пределы допускаемой погрешности
1					
2					
3					

Погрешность измерений не превышает _____ мкг/дм³ в диапазоне от 0 до 100 мкг/ дм³ и _____ % в диапазоне от 100 мкг/ дм³ до 1 мг/ дм³.

Вывод: _____

Подпись поверителя _____

Дата _____