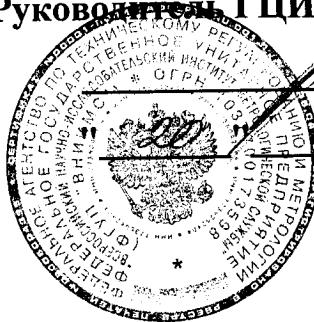


**УТВЕРЖДАЮ**

**Руководитель ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМС"**

**В.Н.Яншин**



\_\_\_\_\_ *декабрь* \_\_\_\_\_ **2011 г.**

## **ИНСТРУКЦИЯ**

**Анализаторы общего углерода ТОС-L,  
модели ТОС - L<sub>CSH</sub>, ТОС – L<sub>CPH</sub>, ТОС - L<sub>CSN</sub>, ТОС - L<sub>CPN</sub>**

**Методика поверки**

**Москва 2011 г.**

Настоящая инструкция распространяется на анализаторы общего углерода ТОС - L, модели ТОС - L<sub>CSH</sub>, ТОС - L<sub>CPH</sub>, ТОС - L<sub>CSN</sub>, ТОС - L<sub>CPN</sub>, фирмы «Shimadzu Corporation», Япония, фирмы «Shimadzu Corporation», США, фирмы «Shimadzu Corporation», КНР, (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методических указаний	Обязательное проведение операции при	
		выпуске после ремонта	эксплуатации
Внешний осмотр	4.1.	Да	Да
Опробование:	4.2.	Да	Да
– определение предела детектирования;	4.2.2	Да	Да
– проверка идентификационных данных ПО.	4.2.3	Да	Да
Определение метрологических характеристик	4.3.	Да	Да <sup>1)</sup>
– определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности;	4.3.1	Да	Да <sup>1)</sup>
– определение показателей точности результатов измерений.	4.3.2	Нет	Да <sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>При отсутствии НД на методику измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563.

<sup>2)</sup>При наличии НД на методику измерений.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

- ГСО состава калия фталевокислого кислого (гидрофталата калия) № 2216-81;
- весы специального класса точности, НПВ 200 г, ГОСТ 53228-2008;
- колбы мерные наливные 2–1000–2, , 2-100-2, ГОСТ 1770–74;
- пипетка с одной отметкой 2-2-1, ГОСТ 29169-91;
- пипетка градуированная 2-1-2-5, ГОСТ 29228-91;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6079-72;
- термометр лабораторный ТЛ4-Б2, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений 0...50°С, цена деления 0,1°С;
- барометр–анероид БАММ–1 по ТУ 25–11.1513–79.

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

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
– атмосферное давление, мм.рт.ст.	630 ÷ 795
– относительная влажность воздуха, %	65 ± 15

3.2 Прибор должен быть надежно заземлен.

3.3 Перед проведением поверки прибор выдерживают в лабораторном помещении не менее 8 ч. Анализатор подготавливают к работе согласно Руководству по эксплуатации.

3.4 Готовят очищенную от примеси CO<sub>2</sub> и органического углерода воду. Допускаемое остаточное содержание общего углерода в очищенной воде не должно превышать 50 мкг/дм<sup>3</sup> для моделей ТОС - L<sub>CSN</sub> и ТОС - L<sub>CPN</sub> и 5 мкг/дм<sup>3</sup> для моделей ТОС - L<sub>CSN</sub> и ТОС - L<sub>CPN</sub>.

3.5 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы гидрофталата калия в воде в соответствии с приложением к настоящей инструкции.

3.6 Промывают внутренние коммуникации прибора, многократно повторяя процедуру измерений, используя вместо пробы очищенную воду.

3.7 При необходимости регенерируют катализатор.

### 4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

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

4.2 Опробование

4.2.1 Анализатор включают и проверяют прохождение программы диагностики состояния в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

4.2.1 Определение предела детектирования

Предел детектирования ( $C_{min}$ ), мкг/дм<sup>3</sup>, определяют, дозируя в прибор 50 мкл раствора 2 (см. Приложение) с последующим вычислением по формуле (1)

$$C_{min} = \frac{S_{min} \times V_{np} \times C_{np}}{S_{np} \times V_{max}} \times 10^3, \quad (1)$$

где  $S_{min}$  – минимально определяемая площадь пика, мВ·с (см. таблицу 2);

$V_{np}$  – объем дозируемой пробы, мкл ( $V_{np} = 50$ );

$C_{np}$  – массовая концентрация пробы, мг/дм<sup>3</sup> ( $C_{np} = 30$ );

$S_{np}$  – площадь пика пробы, мВ·с;

$V_{max}$  – максимальный объем пробы, мкл (см. таблицу 2).

	ТОС - L <sub>CSH</sub> и ТОС - L <sub>CPH</sub>	ТОС - L <sub>CSN</sub> и ТОС - L <sub>CPN</sub>
$S_{min}$	0,35	0,33
$V_{max}$	2000	150

Значение  $C_{min}$  не должно превышать 4 мкг/дм<sup>3</sup> для моделей ТОС-L<sub>CPH</sub> и ТОС-L<sub>CSH</sub> и 50 мкг/дм<sup>3</sup> для моделей ТОС-L<sub>CPN</sub> и ТОС-L<sub>CSN</sub>, т.е. площадь пика пробы должна быть не менее 66 мВ·с.

4.2.1 Проверка идентификационных данных ПО анализаторов общего углерода ТОС - L, модели ТОС - L<sub>CSH</sub>, ТОС - L<sub>CPH</sub>, ТОС - L<sub>CSN</sub>, ТОС - L<sub>CPN</sub>

При опробовании проверяют соответствие идентификационных данных ПО «ТОС-Control L» (для моделей ТОС - L<sub>CPN</sub> и ТОС - L<sub>CPH</sub>) НД.

- При включении прибора на мониторе ПК должно высвечиваться
- идентификационное наименование ПО: «ТОС-Control L»;
  - номер версии ПО: «1.00».

#### 4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений

4.3.1.1 Значение СКО случайной составляющей погрешности измерений определяют, анализируя контрольные растворы гидрофталата калия, приготовленные в соответствии с Приложением к настоящей инструкции. Содержание гидрофталата калия в контрольных растворах, объем дозируемой пробы и формулы для расчета СКО приведены в Таблице 2.

Анализ контрольных растворов проводят в соответствии с Руководством по эксплуатации. Число измерений для каждого раствора (n) не менее 5.

4.3.1.2 Вычисляют значение СКО по формулам в таблице 3.

Таблица 3

Модель	Диапазон измерений	№ раствора	Содержание углерода в контрольном растворе (объем дозируемой пробы)	Формула для расчета СКО (приведенного или относительного)
ТОС - L <sub>CSH</sub> и ТОС - L <sub>CPH</sub>	(0 – 270) мкг/дм <sup>3</sup>	4	200 мкг/дм <sup>3</sup> (2000 мкл)	$s_{np} = \frac{100}{y_k} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}}$
	270 мкг/дм <sup>3</sup> – 30000 мкг/дм <sup>3</sup>	3	1 мкг/дм <sup>3</sup> (408 мкл)	$s_r = \frac{100}{\bar{y}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}}$
ТОС - L <sub>CSN</sub> и ТОС - L <sub>CPN</sub>	(0 – 3300) мкг/дм <sup>3</sup>	3	1 мкг/дм <sup>3</sup> (150 мкл)	$s_{np} = \frac{100}{y_k} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}}$

Модель	Диапазон измерений	№ раствора	Содержание углерода в контрольном растворе (объем дозируемой пробы)	Формула для расчета СКО (приведенного или относительного)
	3300 мкг/дм <sup>3</sup> – 30000 мкг/дм <sup>3</sup>	2	30 мкг/дм <sup>3</sup> (50 мкл)	$s_r = \frac{100}{\bar{y}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}}$

где  $y_i, \bar{y}$  –  $i$ -тое и среднее значения результатов измерений массовой концентрации общего углерода для каждого раствора, соответственно, мкг/дм<sup>3</sup>.

$y_k$  – значение верхнего предела диапазона измерений (270 мкг/дм<sup>3</sup> для моделей ТОС - L<sub>CSH</sub> и ТОС - L<sub>CPH</sub>, и 3300 мкг/дм<sup>3</sup> для моделей ТОС - L<sub>CSN</sub> и ТОС - L<sub>CPN</sub>).

Полученные значения относительного и приведенного СКО не должны превышать 1,5 %.

4.3.2 Показатели точности должны соответствовать указанным в НД на Методику измерений.

## 5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол.

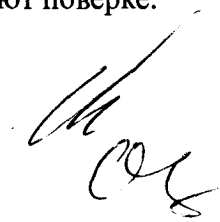
5.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

5.3 Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускают. Анализатор изымают из обращения, свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

5.4 После ремонта анализатор подвергают поверке.

Начальник сектора «ФГУП ВНИИМС»

Научный сотрудник «ФГУП ВНИИМС»



О.Л.Рутенберг

Е.Г. Оленина

**Приложение**  
(обязательное)

**Методика приготовления контрольных растворов гидрофталата калия**

**1 Общие указания**

1.1 Готовят воду, очищенную с помощью системы очистки воды типа «Milli-Q Advantage A10» фирмы Millipore, США или аналогичных. Измеряют остаточное содержание общего углерода. Оно должно соответствовать требованиям п. 3.4

1.2 Перед приготовлением контрольных растворов используемые реактивы, растворители, 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.

1.3 Температура окружающего воздуха при приготовлении аттестованных смесей ( $20 \pm 2$ ) °С.

1.4 Готовят раствор 1 с массовой концентрацией углерода 1,0 г/дм<sup>3</sup>

1.4.1 В бюксе взвешивают ( $2,125 \pm 0,005$ ) г ГСО состава калия фталевокислого кислого (гидрофталата калия) и количественно переносят его в мерную колбу вместимостью 1000 дм<sup>3</sup>. Добавляют до ¼ колбы очищенной воды комнатной температуры, перемешивают до полного растворения, доводят объем раствора до метки, тщательно перемешивают.

Хранят в емкостях с притертой пробкой в защищенном от света месте, длительность хранения не более 15 дней.

**1.5 Приготовление контрольных растворов**

Контрольные растворы готовят в день применения в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 – Приготовление контрольных растворов

Контрольный раствор	Концентрация общего углерода	Исходный раствор	Объем исх. раствора, см <sup>3</sup>	Объем готового раствора, см <sup>3</sup>
Раствор 2	30 мг/дм <sup>3</sup>	раствор 1	3	100
Раствор 3	1,0 мг/дм <sup>3</sup>	раствор 1	1	1000
Раствор 4	200 мкг/дм <sup>3</sup>	раствор 3	2	100

В мерную колбу в соответствии с таблицей 1 с помощью пипетки помещают исходный раствор, доводят до метки очищенной водой, тщательно перемешивают.