



УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Гоголинский К.В.

25 апреля 2016 г.


Анализаторы жидкости Cristal SERES
модификации Cristal TOC Evolution vuv
Фирмы «SERES Environnement SAS», Франция

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-243-01-2016

Руководитель отдела
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ А.И. Крылов

Руководитель лаборатории
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


_____ И.Б. Максакова

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы жидкости Cristal SERES модификации Cristal TOC Evolution vuv фирмы «SERES Environnement SAS», Франция и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

Примечание: Допускается проводить поверку в ограниченных диапазонах измерений по письменному обращению заявителя.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при	
			первичной поверке	периодической поверке
1.	Внешний осмотр.	п. 6.1	да	да
2.	Опробование.	п. 6.2	да	да
3.	Проверка соответствия программного обеспечения (ПО).	п. 6.2.2	да	да
4.	Определение метрологических характеристик	п. 6.3	да	да

1.1. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2

№ п/п	Номер пункта МП	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1.	6.3.	Вода для лабораторного анализа, ст.чистоты «1»	ГОСТ Р 52501-2005
2.	6.3.	Стандартный образец (калий фталевокислый, с содержанием основного вещества 99,9-100 %)	ГСО 2216-81
3.	6.3.	Натрий углекислый безводный, Na ₂ CO ₃ , кв. «ХЧ»	ГОСТ 83-79
4.	6.3.	Натрий углекислый кислый, NaHCO ₃ , кв. «ХЧ»	ГОСТ 4201-79
5.	6.3.	Весы лабораторные не ниже 2 кл. точности с пределом взвешивания 20 или 200 г	ГОСТ 24104-2001
6.	6.3.	Колбы мерные на 100, 500, 1000 см ³ Пипетки мерные	ГОСТ 1770-74 ГОСТ 29227-91
7.	6.3.	Цилиндры мерные 500 мл или 1000 мл	ГОСТ 1770-74
8.	4.1.	Барометр-анероид М-110	ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по реестру СИ РФ)
9.	4.1.	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М	ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по реестру СИ РФ)
10.	4.1.	Термометр лабораторный ТЛ4-Б2	ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50)° С, цена деления 0,1° С.

2.2. Допускается применение других средств поверки, не приведенных в таблице, но допущенных к применению в РФ в установленном порядке, класс точности и характеристики которых не хуже указанных.

2.3. Все средства измерений, указанные в таблице, должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства, а стандартные образцы и реактивы должны иметь действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться требования безопасности, изложенные в Руководстве по эксплуатации (далее в тексте – РЭ) анализаторов.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- диапазон температуры окружающей среды $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$;
- диапазон атмосферного давления от 84 до 106,7 кПа;
- диапазон относительной влажности воздуха от 20 до 80 %;
- напряжение питания $(220^{+22}_{-22}) \text{ В}$;
- частота питания переменного тока $(50 \pm 1) \text{ Гц}$.

Напряжение линии должно быть устойчивым и свободным от скачков.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

5.1.1. Прогреть анализатор не менее двух часов.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие маркировки и комплектности анализаторов технической документации, входящей в комплект анализатора;
- отсутствие внешних повреждений и загрязнений, влияющих на работоспособность анализаторов;
- четкость всех надписей на приборах;
- исправность органов управления, настройки и коррекции (кнопки, переключатели, тумблеры).

6.1.2. Анализатор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2. Опробование

6.2.1. Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания и запуска программы на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.2.2. Проверка соответствия программного обеспечения (ПО).

Операция «Подтверждение соответствия программного обеспечения» заключается в определении номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения (ПО).

Вывод номера версии ПО на дисплей осуществляется по запросу пользователя через сервисное меню прибора в разделе меню «**Вкладка +**».

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным

данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений (приложение к свидетельству об утверждении типа). Копия экрана приведена на рисунке 1.

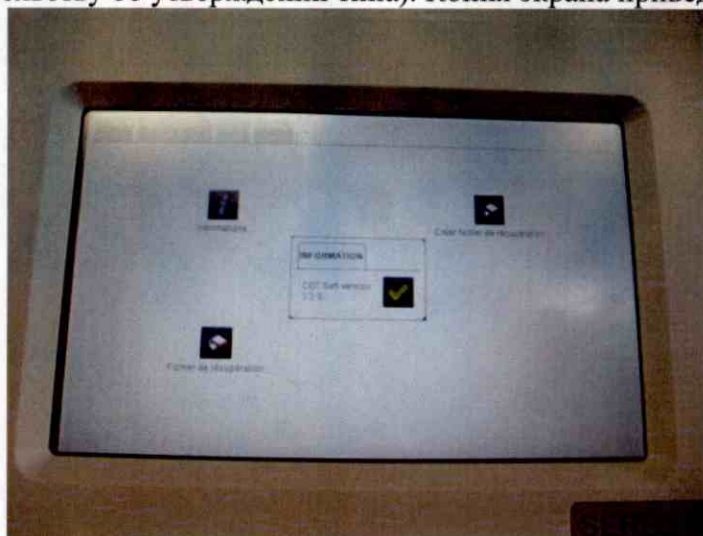


Рис. 1. Окно с идентификационными данными программы Supervision Cristal

6.2.3 Проверка нулевых показаний.

Проверка нулевых показаний проводится в соответствии с НД на анализатор при добавлении в измерительную ячейку только растворов реактивов и очищенной воды. Проводят считывание показаний - C_i , мг/дм³.

Анализатор считается выдержавшим проверку, если выполняется условие:

$$C_i \leq 0,3 C_n$$

где C_n – нижнее значение диапазона измерений, (0,02) мг/дм³.

Результаты опробования считаются удовлетворительными, если анализаторы соответствуют требованиям п. 6.2.1 - 6.2.3.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение основной приведенной (относительной) погрешности анализатора

Перед проведением определения метрологических характеристик необходимо провести проверку нулевых показаний по п. 6.2.3 и осуществить подготовку анализатора согласно руководству по эксплуатации анализатора.

6.3.1.1 Определение основной приведенной (относительной) погрешности анализатора проводится путем измерений анализатором массовой концентрации органического (ТОС) и неорганического (ТЭС) углерода в контрольных растворах и сравнением показаний с действительными значениями. Контрольные растворы готовятся в соответствии с указаниями Приложения Б к настоящей методике. При поверке должно быть использовано не менее трех контрольных растворов (контрольные растворы №№ 1, 2 и 3), содержание определяемого показателя (ТОС или ТЭС) в которых должно соответствовать середине диапазона измерений, приведенных в таблице А.1. Приложения А настоящей методики.

6.3.1.2 В соответствии с указаниями руководства по эксплуатации анализатора измерить массовую концентрацию определяемого показателя (ТОС или ТЭС) в контрольных растворах.

Значения основной приведенной погрешности (γ в %) для каждого контрольного раствора рассчитывается по формуле (1):

$$\gamma = \frac{C_{изм} - C_{д}}{C_{в}} \cdot 100 \quad (1)$$

где $C_{изм}$ – измеренное значение массовой концентрации показателя (ТОС или ТКС), мг/дм³;
 $C_{д}$ - действительное значение массовой концентрации показателя (ТОС или ТКС), мг/дм³;
 $C_{в}$ - верхний предел диапазона измерений, мг/дм³.

Значения основной относительной погрешности (δ в %) рассчитываются по формуле (2):

$$\delta = \frac{C_{изм} - C_{д}}{C_{о}} \cdot 100 \quad (2)$$

Полученные значения основной приведенной или относительной погрешности не должны превышать пределов, приведенных в таблице А.1. Приложения 1.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в приложении В.

7.2. Анализаторы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признаются годными.

7.3. При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленной формы.

7.4. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются, и на них выдается извещение о непригодности.

7.5 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (во избежание повреждения знака поверки).

Таблица А1. Диапазоны измерений и пределы допускаемой погрешности.

Определяемый показатель	Диапазон показаний, мг/дм ³	Диапазон измерений, мг/дм ³	Пределы допускаемой основной погрешности, %		Примечание
			приведенная	относительная	
Измерения без разбавления пробы					
Общий органический углерод (ТОС)	0 – 100	0 – 0,2 св. 0,2 до 1,0 св. 1,0 до 100	± 30 ± 10 -	- - ± 5	-
Общий неорганический углерод (ТИС)	0 – 100	0 – 0,2 св. 0,2 до 1,0 св. 1,0 до 100	± 30 ± 10 -	- - ± 5	-
Общий углерод (ТС)	0 – 200	0 – 0,2 св. 0,2 до 1,0 св. 1,0 до 200	± 30 ± 10 -	- - ± 5	-
Измерения с автоматическим разбавлением пробы					
Общий органический углерод (ТОС)	0 – 1000	0 до 5,0 св. 5,0 до 100 св. 100 до 1000	± 10 - -	- ± 10 ± 5	-
Общий неорганический углерод (ТИС)	0 – 1000	0 до 5,0 св. 5,0 до 100 св. 100 до 1000	± 10 - -	- ± 10 ± 5	-
Общий углерод (ТС)	0 – 2000	0 до 5,0 св. 5,0 до 100 св. 100 до 2000	± 10 - -	- ± 10 ± 5	-

Приготовление поверочных растворов

1. Основной раствор № 1 с содержанием общего органического углерода 1000 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают ≈2,1254 г, взвешенного с точностью до 4-го знака, предварительного высушенного при температуре 110 °С в течение одного часа калия фталевокислого кислого или количественно переносят ГСО 2216-81, и растворяют в 200 см³ ультрачистой воды по ГОСТ Р 52501-2005, перемешивают и доводят до метки ультрачистой водой. Раствор хранят в плотно закрытой емкости при температуре 2°С-8°С не более 3-х месяцев. Массу общего органического углерода рассчитывают по формуле:

$$m_c = \frac{m \times 1000}{2,1254} \quad (1)$$

где m_c - масса общего органического углерода в растворе №1, мг;

m – масса фталевокислого кислого калия, г;

2,1254 — масса фталевокислого кислого калия содержащая 1000 мг общего органического углерода., г;

1000 — мг общего органического углерода содержащегося в навеске фталевокислого кислого калия, массой 2,1254 г, мг.

2. Основной раствор № 2 с содержанием общего неорганического углерода 1000 мг/дм³.

В мерную колбу на 1000 мл помещают 4,41625 г натрия углекислого (Na₂CO₃), высушенного в течение 1ч. при (285±5)°С и 3,500 г. натрия углекислого кислого (NaHCO₃), высушенного с помощью кремнегеля в течение 2 ч. Добавляют приблизительно 600 см³ ультрачистой воды по ГОСТ Р 52501-2005. Хорошо перемешивают раствор. Доводят раствор до отметки на колбе ультрачистой водой. Закрывают и хранят в темном прохладном месте. Срок годности - 1 месяц.

3. Основной раствор № 3 с содержанием общего углерода 1000 мг/дм³, общего органического углерода 500 мг/дм³ и содержанием общего неорганического углерода 500 мг/дм³.

С помощью мерной посуды для приготовления смешать 500 см³ основного раствора № 1 с 500 см³ основного раствора № 2. Хорошо перемешать раствор. Закрывают и хранят в темном прохладном месте. Срок годности - 1 месяц.

Для приготовления основного раствора № 3 используйте мерные цилиндры на 500 см³ и колбу мерную на 1000 см³.

4. Приготовление поверочных растворов для определения погрешности и относительного СКО выходного сигнала.

Поверочные растворы готовятся последовательным разведением основного раствора № 3 с использованием мерной посуды в каждом диапазоне для органического и неорганического углерода.

4.1. Поверочный раствор с массовой концентрацией органического и неорганического углерода каждого по 50 мг/дм³. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 150-200 см³ ультрачистой воды, вносят 100 см³ раствора №3, перемешивают и доводят до метки ультрачистой водой.

4.2. Поверочный раствор с массовой концентрацией органического и неорганического углерода каждого по 0,5 мг/дм³. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 150-200 см³ ультрачистой воды, вносят 1,0 см³ раствора №3, перемешивают и доводят до метки ультрачистой водой.

4.3. Поверочный раствор с массовой концентрацией органического и неорганического углерода каждого по $0,1 \text{ мг/дм}^3$. В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают $150\text{-}200 \text{ см}^3$ ультрачистой воды, вносят $0,1 \text{ см}^3$ раствора №3, перемешивают и доводят до метки ультрачистой водой. Относительная погрешность приготовленных поверочных растворов не превышает $\pm 1,5\%$.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ
анализаторов Cristal SERES
модификации Cristal TOC Evolution vuv

Зав.№ _____
 Дата выпуска _____
 Дата поверки _____
 Принадлежит _____
 ИНН Владельца _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;
 атмосферное давление _____ кПа;
 относительная влажность _____ %.

Наименование документа по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____
2. Результаты опробования _____
3. Результаты определения метрологических характеристик:

3.1 Проверка нулевых показаний

3.2 Определение основной приведенной и/ или относительной погрешности анализатора:

№ контрольного раствора	Действительное значение массовой концентрации показателя (ТОС или ТИС) в контрольном растворе, мг/дм ³	Измеренное значение массовой концентрации показателя (ТОС или ТИС), мг/дм ³	Допускаемая основная погрешность, %		
			норма	фактически	относительная/приведенная

Заключение _____

Поверитель _____ (подпись)