

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМС"



С.Н. Яншин

"01"

10.12

2010 г.

ИНСТРУКЦИЯ

**АНАЛИЗАТОРЫ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА "Elementar",
модели "Vario EL III", "Vario EL cube", "Vario MAX",
"Vario MAX cube", "Vario MICRO cube", "Vario MACRO",
"Vario MACRO cube", "Rapid CS cube", "Rapid N cube"
"Rapid MAX N", "VarioTRACE S/N", "TRACE S/N Cube"**

Методика поверки

и.р. 23429-10

Москва 2010 г.

Настоящая инструкция распространяется на анализаторы элементного состава "Elementar" модели "Vario EL III", "Vario EL cube", "Vario MAX", "Vario MAX cube", "Vario MICRO cube", "Vario MACRO", "Vario MACRO cube", "Rapid CS cube", "Rapid N cube", "Rapid MAX N", "VarioTRACE S/N", "TRACE S/N Cube" фирмы "Elementar Analysensysteme GmbH", Германия, (далее – анализаторы), предназначенные для определения содержания азота, углерода, водорода, серы, кислорода и хлора в твердых и жидких органических и неорганических веществах и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции и применены средства поверки с характеристиками, указанными в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции поверки	Номер пункта методических указаний	Обязательность проведения операции при	
		выпуске из производства и ремонта	эксплуатации и хранении
Внешний осмотр	5.1		
Опробование	5.2		
Определение метрологических характеристик анализатора	5.3		
Определение абсолютного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений	5.3.1	Да	Да ¹
Определение показателя повторяемости	5.3.2	Нет	Да ²
Определение погрешности результатов измерений	5.3.3	Нет	Да ²

1) При отсутствии нормативной документации (НД) по ГОСТ 8.563 на методику выполнения измерений анализатором.

2) При наличии нормативной документации по ГОСТ 8.563 на методику выполнения измерений анализатором.

1.2. Определение метрологических характеристик по п.п.5.3.2 и 5.3.3 выполняют в соответствии с требованиями нормативных документов в части контроля показателей точности 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. СРЕДСТАВА ПОВЕРКИ

Бензойная кислота по ГСО 5504-90.

Кислота глютаминовая, массовая доля основного вещества не менее 98,5% (G8415 "Sigma-Aldrich").

Кислота аспаргиновая, массовая доля основного вещества не менее 98% (A9256 "Sigma-Aldrich").

Кислота сульфаниловая, ГОСТ 5821-74.

Сульфадиазин, массовая доля основного вещества не менее 99% (S8626 "Sigma-Aldrich").

Фенилананин, массовая доля основного вещества не менее 98% (P2126 "Sigma-Aldrich").

Ацетанилид, массовая доля основного вещества не менее 98% (A311561 "Sigma-Aldrich").

Сульфаниламид, массовая доля основного вещества не менее 99% (S9251 "Sigma-Aldrich").

Ацетонитрил, массовая доля основного вещества не менее 99,5% (A3396 "Sigma-Aldrich").

Толуол, массовая доля основного вещества не менее 99,5% (179418 "Sigma-Aldrich").

Дибензотиофен, массовая доля основного вещества не менее 99,5% (433306 "Sigma-Aldrich").

Пиридин, массовая доля основного вещества не менее 99,5% (P3776 "Sigma-Aldrich").

Сульфопиридин, массовая доля основного вещества не менее 99,0% (S6252 "Sigma-Aldrich").

Допускается применение других устойчивых твердых или жидких органических веществ с точно известным составом, и содержанием основного вещества не менее 99,0% масс.

Таблица 2

Вещество	Формула	Молярная масса, г/моль
Кислота глютаминовая	$C_5H_9NO_4$	98,5
Кислота аспаргиновая	$C_4H_7NO_4$	133,10
Кислота сульфаниловая	$C_6H_7NO_3S$	173,19
Ацетанилид	C_8H_9NO	135,17
Фенилананин	$C_9H_4NO_2$	165,19
Сульфадиазин	$C_{10}H_{10}N_4O_2S$	250,98
Кислота бензойная	$C_7H_6O_2$	122,12
Сульфаниламид	$C_6H_8N_2O_2S$	172,19
Ацетонитрил	C_2H_3N	41,05
Толуол	C_7H_8	92,14
Дибензотиофен	$C_{12}H_8S$	184,26
Пиридин	C_5H_5N	79,101
Сульфопиридин	$C_{11}H_{11}N_3O_2S$	249,3

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки выполняют:

- правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденных Госэнергонадзором;
- требования по безопасности, изложенные в эксплуатационной документации на прибор.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки соблюдают следующие условия (если иное не предусмотрено в НД на МВИ):

– температура окружающего воздуха, °С	20±5
– атмосферное давление, кПа	84–106,7
– относительная влажность воздуха, %	30–90
– напряжение переменного тока, В	220±10
– частота тока, Гц	50,0±0,5

4.2. Поверку анализатора проводят на месте их установки и эксплуатации.

5. ПОДГОТОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализаторов следующим требованиям:

- маркировка анализаторов и комплектность должны соответствовать инструкции по эксплуатации;
- анализаторы не должны иметь механических повреждений или неисправностей регулировочных и соединительных элементов.

5.2. Опробование

Подготовительные работы и опробование анализаторов выполняют в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

5.3. Определение метрологических характеристик .

5.3.1. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (СКО).

5.3.1.1. Относительное СКО выходного сигнала определяют после выхода анализатора на режим, анализируя две серии образцов контрольных веществ различных масс, указанных в таблице 3.

5.3.1.2. Контрольное вещество вводят в анализатор не менее 10 раз, измеряют массу каждого элемента и вычисляют среднее арифметическое значение массы (\bar{X}).

Массы вещества внутри одной серии не должны различаться более чем на 0,01% относительных.

5.3.2 Если элементный анализатор поставлен в конфигурации, где возможен ввод только жидких образцов (с автосэмплером PAL или VLS), калибровку анализатора можно проводить согласно Приложению 3.

Таблица 3

	Контрольное вещество	Количество вещества, вводимое в анализатор
"Vario MAX"/ "Vario MAX cube"/ Rapid MAX N		
- CNS	сульфадиазин	10 мг, 100 мг
- CHN	фенилананин	100 мг, 300 мг
- CN	аспаргиновая кислота	10 мг, 200 мг
-N	аспаргиновая кислота	10 мг, 300 мг
"Vario EL III"/ "Vario EL Cube"		
- CHNS/ CNS	сульфаниловая кислота	1 мг, 10 мг
- O	бензойная кислота	2 мг, 16 мг
"Vario MACRO"/ "Vario MACRO cube"		
- CNHS	сульфаниловая кислота	10 мг, 100 мг
"Vario MICRO cube"		
- CHNS	сульфаниламид	1 мг, 10 мг
- CHN	ацетанилид	1 мг, 10 мг
"Rapid N cube"	аспаргиновая кислота	10 мг, 300 мг
"Rapid CS cube"	сульфаниловая кислота	1 мг, 10 мг
VarioTRACE S/N, Trace Cube S/N	Дибензотиофен, пиридин	(см. Приложение 2)

5.3.1.3. Абсолютное среднеквадратическое отклонение результатов измерений (мг) рассчитывают по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (\bar{X} - X_i)^2}{(n-1)}}$$

где X_i – значение массы определяемого элемента, мг.

Полученные значения абсолютного среднеквадратического отклонения не должны превышать значений, приведенных в Таблице 4.

Таблица 4

Модель	Контрольное вещество	Масса контрольного вещества, мг	Значения абсолютного СКО результатов измерений, мг, не более
"Vario MAX"/ "Vario MAX cube" "Rapid MAX N"	сульфадиазин	10	0,01
		100	0,1 (C) 0,05 (N, S)
	аспаргиновая кислота	100	0,1 (C) 0,05 (N)
		300	0,1 (C) 0,05 (N)
	фенилананин	10	0,01
		200	0,4 (C) 0,1 (H, N0)
"Vario EL III"/ "Vario EL cube"	сульфаниловая кислота	1	0,001 (C, S) 0,0005 (H, N)
		10	0,005
	бензойная кислота	2	0,03
		16	0,1
"Vario MACRO"/ "Vario MACRO cube"	сульфаниловая кислота	10	0,01
		100	0,1
"Vario MICRO cube"	сульфаниламид	1	0,001
		10	0,005
	ацетанилид	1	0,001
		10	0,005
"Rapid N cube"	аспаргиновая кислота	10	0,001
		300	0,005
"Rapid CS cube"	сульфаниловая кислота	1	0,001
		10	0,005
VarioTRACE S/N Trace S/N Cube	ДБТ-тиофен, см. приложение 2	10 mkl	0,01 ppm (S,N)
		50 mkl	0,01 ppm (S,N)

5.3.2 Определение показателя повторяемости выполняют в соответствии с разделом МВИ регламентирующим процедуру его определения.

Расхождение параллельных определений (r) вычисляют по формуле

$$r = |X_1 - X_2|,$$

где X_1, X_2 – результаты последовательных измерений массы элементов в условиях повторяемости, мг.

Значение r не должно превышать значения (r_n), установленного в НД на МВИ

$$r \leq r_n.$$

5.3.3 Погрешность результата измерений вычисляют по формуле

$$K = |\bar{X} - X_{ат}|,$$

где \bar{X} – результат измерений массы определяемого элемента в контрольном образце в соответствии с НД на МВИ, мг;

X – аттестованное значение массы определяемого элемента в контрольном образце, мг.

Значение K должно удовлетворять условию:

$$K \leq \Delta,$$

где: Δ – граница погрешности измерений массы определяемого элемента в соответствии с НД на МВИ.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки анализаторов заносят в протокол (см. Приложение).

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

При проведении поверки с учетом требований НД на МВИ на оборотной стороне свидетельства указывают НД на МВИ, в соответствии с которыми анализатор допускается к применению.

5.3. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации к эксплуатации не допускают. Анализаторы 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 анализаторы подвергают поверке.

Приложение 1

Протокол № _____
поверки анализатора

Тип анализатора _____ Изготовитель _____
_____ Год изготовления _____

Порядковый номер по системе нумерации предприятия–изготовителя _____

Наименование и номера блоков _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С

атмосферное давление _____ кПа

относительная влажность _____ %

напряжение питания _____ В

Определение метрологических характеристик

1. Определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений

Значение результата измерений	Среднее квадратическое отклонение результатов измерений

2. Определение показателя повторяемости

Значение результата наблюдений	Результат контрольной процедуры	Норматив оперативного контроля сходимости по НД на МВИ

3. Определение погрешности результатов измерений

Значение содержания контрольного компонента, полученное при измерении	Значение содержания контрольного компонента по паспорту	Норматив оперативного контроля погрешности по НД на МВИ

Приложение 2

Методика приготовления растворов для градуировки анализаторов VarioTRACE S/N Trace S/N Cube

Для приготовления растворов необходимо использовать чистые растворители (толуол, ксилол, изооктан и др.) качества не ниже «чда» и с содержанием примесей по сере и азоту не более 0,1 мг/кг.

Можно готовить растворы для градуировки анализаторов только по сере или только по азоту, или одновременно по сере и азоту.

Пример приготовления растворов дан в таблице...

Указаны массы/объемы стандартных веществ для приготовления 100 мл растворов в толуоле.

Необходимые реактивы:

- толуол (растворитель), плотность 0,865 кг/л
- дибензотиофен (ДБТ), (17,40 %) – для градуировки по сере
- пиридин (17,70 %) – для градуировки по азоту

Масса ДБТ, мг	Масса пиридина, мг	концентрация S мг/кг	концентрация N мг/кг
19,884	19,548 мг = 19,95 мкл	40	40
9,942	9,774 мг = 9,97 мкл	20	20
4,971	4,887 мг = 4,99 мкл	10	10
2,486	2,444 мг = 2,49 мкл	5	5
0,9942	0,977 мг = 1,00 мкл	2	2
0,4971	0,488 мг = 0,5 мкл	1	1

Примечание: для приготовления стандартных растворов можно использовать и другие реактивы, с содержанием основного вещества не менее 99,99%.

Приложение 3

Методика приготовления жидких стандартов для ввода через автосэмплеры PAL, VLS.

Для приготовления стандартов для градуировки CHNS-анализаторов необходимо использовать все компоненты с содержанием основного вещества не ниже 99% масс.

Ниже дан пример расчета количеств реагентов для приготовления 100 мл стандарта с определенной концентраций CHNS.

Messkolben leer:	79,945 g		
+ 82 ml Hexadecan:	144,598 g	⇔ netto	64,653 g
+ 8 ml Pyridin:	152,397 g	⇔ netto	7,799 g
+ 8 ml Di-Octylsulfid:	158,966 g	⇔ netto	6,599 g
<hr/>			
Σ 100 ml		Σ	79,051 g

64,653 Hexadecan	=	54,871 g C	+	9,782 g H	
7,799 g Pyridin	=	5,921 g C	+	0,497 g H	+ 1,381 g N
6,599 g Di-Octylsulfid	=	4,906 g C	+	0,875 g H	+ 0,8181 g S
		<hr/>			
	Σ	65,698 g C	+	11,154 g H	+ 1,381 g N + 0,8181 g S

$$\% C = \frac{65,698 \text{ g C} \cdot 100}{79,051 \text{ g}} = 83,11 \%$$

$$\% H = \frac{11,154 \text{ g H} \cdot 100}{79,051 \text{ g}}$$

$$\% N = \frac{1,381 \text{ g N} \cdot 100}{79,051 \text{ g}}$$

$$\% S = \frac{0,818 \text{ g S} \cdot 100}{79,051 \text{ g}}$$

$$\Sigma \quad 100,00 \%$$

$$\text{Dichte der Testsubstanz} = \frac{79,051 \text{ g}}{100 \text{ ml}} = 0,7051 \text{ g/ml}$$