

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП «ВНИИМС»

В.Н.Яншин

2015 г.



Анализаторы элементные Flash 2000

Методика поверки

н.р. 60615-15

Москва 2015 г.

Настоящая инструкция распространяется на анализаторы элементные Flash 2000 фирмы «Thermo Fisher Scientific», Великобритания, «Thermo Fisher Scientific B.V.» (Нидерланды), «Thermo Fisher Scientific, S.p.A» (Италия), (далее – анализаторы), предназначенные для для измерений массовой доли элементов (углерода, водорода, азота, серы и кислорода) в жидких, твердых и газообразных пробах.

Интервал между поверками – 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	Наименования основных и вспомогательных средства поверки; номер документа, регламентирующего технические требования к средству; основные технические характеристики ¹⁾
Внешний осмотр	5.1	
Опробование	5.2	
Проверка идентификационных данных ПО	5.2.2	
Определение метрологических характеристик анализатора ²⁾	5.3	ГСО №№ 9112-2008, 9113-2008 Весы аналитические специального класса точности, по ГОСТ Р 53228-2008

¹⁾ - Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие требуемую точность.

²⁾ - При наличии нормативной документации по ГОСТ 8.563-2009 на методику измерений массовой доли элементов в конкретных объектах определение метрологических характеристик по выполняют в соответствии с требованиями нормативных документов на методики измерений (МИ), в составе которых эксплуатируются поверяемые анализаторы. В случае эксплуатации анализаторов по двум или более МИ, контроль метрологических характеристик выполняют для каждой из применяемых МИ.

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

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

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

3.2 Поверку анализатора проводят на месте их установки и эксплуатации.

4 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

4.1 Включение и подготовку анализатора к проведению поверки выполняют в соответствии с разделом 10 «Запуск устройства» Руководства по эксплуатации.

Задают параметры анализа в соответствии с Руководством по эксплуатации или Приложением 1.

4.2 Проверяют наличие и срок действия паспортов ГСО.

4.3 Подготовку весов выполняют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

5 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

5.2.1. Опробование анализаторов осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации. Анализаторы включают и проверяют прохождение программы самодиагностики. Сообщения о неисправности прибора должны отсутствовать.

5.2.2. Проверка идентификационных данных ПО анализаторов Flash 2000.

Поверка анализаторов проводится в форме подтверждения соответствия тому ПО, которое было документировано (внесено в базу данных) при испытаниях в целях утверждения типа. Процедура соответствия сводится к сравнению идентификационных данных ПО анализаторов с данными, которые были внесены в описание типа.

Результат проверки считается положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют указанным:

Идентификационное наименование: «eager.exe»

Номер версии ПО не ниже 01.02 4.

5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1 Определение относительной погрешности анализатора.

5.3.1.1 Относительное СКО результата измерений определяют после выхода анализатора на режим, используя навески ГСО в соответствии с таблицей 2

Таблица 2

Модель	Контрольное вещество	Масса пробы, мг
Flash 2000 модификации CHNS/O, CHNS, NCS	ГСО № 9112-2008 (Цистин)	1-3 мг
Flash 2000 модификации CHN/O, CHN, NC Org, N Org, N Lubricant	ГСО № 9112-2008 (Цистин) или ГСО № 9113-2008 (ЭДТУ)	1-3 мг
Flash 2000 модификации N Protein, N Brew, NC Soil, NC Sediment, NC Filters	ГСО № 9112-2008 (Цистин) или ГСО № 9113-2008 (ЭДТУ),	5-100 мг

5.3.1.2 Навеску ГСО отбирают и вводят в анализатор не менее 5 раз, измеряют массовую долю каждого элемента (в зависимости от модификации анализатора).

5.3.1.3 Относительное среднее квадратическое отклонение результата измерений рассчитывают по формуле (1)

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{X} - X_i)^2}{(n-1)}} \quad (1)$$

где X_i – результат измерений массовой доли определяемого элемента.

\bar{X} - среднее арифметическое значение результата измерений массовой доли элемента, % (2)

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{n} \quad (2)$$

где n – число выполненных измерений.

Полученное значение относительного среднего квадратического отклонения не должно превышать значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений массовой доли элемента	Предел допускаемого значения относительного СКО, %
от 0,010 до 0,10 % вкл.	± 9
свыше 0,10% до 10,0 % вкл.	± 7
свыше 10,0% до 70,0 % вкл.	± 5
свыше 70,0 до 100 %	± 4

5.3.2 При поверке анализаторов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563, метрологические характеристики анализаторов проверяют на базе характеристик погрешности, установленных в НД на методику.

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 методики измерений на оборотной стороне свидетельства указывают НД на методику измерений, 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.

Научный сотрудник



Е.Г. Оленина

Приложение 1

Рекомендуемые параметры анализаторов Flash 2000 при проведении поверки

Рекомендуемые температурные параметры и потоки газов:

Модификация		Давление (кПа)		Поток (мл/мин)			Температура (°C)			Размещение колонки	
		O ₂	He	He, газ-носитель	He, канал сравнения	O ₂	Левый реактор	Правый реактор	Термостат	Внутри термостата	Вне термостата
CHNS/O	-CHNS	250	250	140	100	250	950	---	65	X	
	Oxygen	0	250	100	100	0	---	1060	65	X	
CHN/O	-CHN	250	250	140	100	250	950	---	75	X	
	Oxygen	0	250	100	100	0	---	1060	75	X	
CHNS		300	250	140	100	250	950	0	65	X	
CHN		300	250	140	100	250	950	0	75	X	
NCS		300	250	140	100	250	950	0	65	X	
NC		300	250	140	100	250	950	840	50	X	
N		300	250	140	100	250	950	840	50		X
N Lubricant		300	250	140	100	300	950	840	50		X
N/Protein		300	250	140	100	300	950	840	50		X
N/Brew		300	250	140	100	300	950	840	50		X
NC-Soils		300	250	140	100	250	950	840	50		X
NC-Sediments		300	250	140	100	250	950	840	50		X
NC-Filters		300	250	140	100	250	950	840	50		X

Рекомендуемые временные интервалы:

Модификация	Общее время анализа (с)	Время подачи кислорода (с)	Задержка (с)
CHNS	720	5	12
CHN	500	5	12
O	400	0	0
NCS	720	5	12
NC	420	10	12
N	300	10	10
N Lubricant	450	8	10
N/Protein	400	30	10
N-Brew	500	30	10
NC-Soils	450	10	12
NC-Sediments	450	10	12
NC-Filters	450	10	12

Приложение 2

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 арифметическое значение результата измерений	Среднее квадратическое отклонение результатов измерений

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности) № _____

Поверитель

Дата поверки