



**УТВЕРЖДАЮ**  
**Руководитель ГЦИ СИ ФГУП**  
**"ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"**

**Н.И. Ханов**

**1 июля 2012 г.**


**Анализаторы общего, аммонийного и нитратного азота автоматические  
модели К-370 и К-375**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 242-1315-2012**

**Руководитель отдела**  
**ГЦИ СИ "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"**

  
**Л.А. Конопелько**

  
**Ст. научный сотрудник**  
**А.Б. Копыльцова**

**Санкт-Петербург**

**2012**

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы общего, аммонийного и нитратного азота автоматические модели К-370, К-375, фирмы «VUCHI Labortechnik AG», Швейцария и устанавливает методы и средства их первичной поверки при ввозе в страну, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверками - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

| № п/п | Наименование операций                      | Номер пункта методики | Обязательность проведения |               |
|-------|--|-----------------------|---------------------------|---------------|
|       |  |                       | в процессе эксплуатации   | после ремонта |
| 1.    | Внешний осмотр, проверка комплектности.    | 6.1                   | Да                        | Да            |
| 2.    | Подготовка к поверке.                      | 6.2                   | Да                        | Да            |
| 3.    | Опробование                                | 6.3                   | Да                        | Да            |
| 4.    | Подтверждение соответствия ПО              | 6.4                   | Да                        | Да            |
| 5.    | Определение метрологических характеристик. | 6.5                   | Да                        | Да            |

## 2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

- Стандартные образцы состава иона аммония ГСО 7786-2000; аттестованное значение массовой доли ионов аммония 1,00 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность аттестации (при P=0.95) ±1 %.
- Аммоний сернокислый (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> х.ч., ГОСТ 3769-78;
- Вода дистиллированная, ГОСТ 6709;
- Пипетки мерные вместимостью 1,0; 2,0; 10,0 см<sup>3</sup>, 2 класса точности по ГОСТ 29288-91; 29169-91;
- Весы лабораторные специального или высокого класса точности по ГОСТ 53228 с наибольшим пределом взвешивания 210 г.

Допускается применение других средств поверки с характеристиками не хуже указанных, допущенных к применению в установленном порядке.

При прекращении действия нормативно-технических документов, использованных в тексте методики, они автоматически прекращают свое действие в данной методике. При введении в действие новых нормативно-технических документов, взамен отмененных, они автоматически вводятся в действие в данной методике.

## 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации на анализатор.

## 4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С                    20 ± 5
- атмосферное давление, кПа                                101 ± 5
- относительная влажность воздуха, %                    50 ± 30

- питание - сети переменного тока
- напряжением, В 220±22
- частотой, Гц 50 ± 1

## 5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки анализатор должен быть подготовлен к работе в соответствии с технической документацией фирмы-производителя (руководство по эксплуатации РЭ).

5.2. Перед проведением периодической поверки анализатора должны быть проведены регламентные работы, предусмотренные технической документацией фирмы-производителя (РЭ).

5.3. Перед проведением поверки анализатор необходимо выдержать при условиях поверки по п.4.1. не менее 4 часов до подключения к сети переменного тока.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра проверяют:

- отсутствие механических повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора;
- исправность органов управления;
- целостность ЖК дисплея;
- надежность крепления соединительных элементов;
- четкость всех надписей на клавишах управления;
- наличие эксплуатационной документации (РЭ);
- соответствие прибора комплектности, приведенной в Руководстве по эксплуатации;
- наличие на приборе обозначения и заводского номера.

Анализатор считается выдержавшим поверку, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п.6.1.

### 6.2. Подготовка к поверке

При подготовке к поверке необходимо:

- включить питание прибора;
- осуществить прогрев прибора в соответствии с указаниями РЭ;
- подготовить стандартные образцы, применяемые при поверке.

### 6.3. Опробование

Опробование проводится в автоматическом режиме. Анализатор считается прошедшим опробование, если после включения питания анализатор проходит все внутренние тесты и на дисплее появляется окно с главным меню программы управления (Рисунок 1 Приложения).

6.4. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится визуально при включении системы: в процессе автотестирования на индикаторе должны отображаться наименование ПО и номер версии ПО (таблица 2). Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если наименование ПО и номер версии, отображающийся при включении системы, соответствует указанному в таблице 2. Таблица 2

| Идентификационное наименование ПО | Наименование ПО | Номер версии ПО |
|-----------------------------------|-----------------|-----------------|
| ПО К-370/375                      | К-370/375       | Не ниже 1.16    |

## 6.5. Определение метрологических характеристик

6.5.1. Определение погрешности анализатора проводится с помощью стандартных образцов указанных в п. 2. Навески СО, соответствующие заданной массе азота приведены в таблице 2 (стехиометрический коэффициент пересчета  $\text{NH}_4$  в N равен  $14,006/18,038 = 0,777$ ; стехиометрический коэффициент пересчета  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  в N равен  $28,012/132,16 = 0,2120$ ).

Таблица 3

| № п/п | Объем СО, вводимого в пробирку анализатора, см <sup>3</sup> | Масса ионов аммония, вводимых в виде СО, мг   | Масса азота, вводимого в виде СО, мг |
|-------|---|---|--------------------------------------|
| 1.    | 0,2   | 0,2   | 0,155                                |
| 2.    | 2,0   | 2,0   | 1,55                                 |
| 3.    | 10,0  | 10,0  | 7,77                                 |
|       | Диапазон значений массы аммония сернокислого (М), мг        | Диапазон значений массы азота (m), вводимого с навеской аммония сернокислого, мг <sup>*</sup> |                                      |
| 4.    | 230 - 250   | 48,76 - 53,0  |                                      |
| 5.    | 460 - 480   | 97,52 - 101,76  |                                      |
| 6.    | 900 - 940   | 190,8 - 199,28  |                                      |

<sup>\*</sup>) Расчет массы азота, вводимой с навеской аммония сернокислого, производится по формуле (1).

$$m = 0,212 \cdot M \quad (1)$$

Объем добавленного СО или навеска аммония сернокислого при первичной поверке выбираются в соответствии с таблицей 3. При периодической поверке для исключения риска загрязнения аппарата при работе в области малых содержаний азота объем добавленного СО или навеска аммония сернокислого берется в зависимости от диапазона измерений, в котором работает анализатор. Берут три точки таким образом, чтобы значения  $m$  лежали в начале, середине и конце диапазона измерений анализатора.

6.5.2. Проводят два единичных «холостых» измерения без добавки СО или аммония сернокислого (п.1 Таблицы 3). Результаты единичных измерений усредняют. Результат холостых испытания признают положительным, если масса азота  $m_0 < 0,01$  мг при работе в диапазоне 0,1 — 2,0 мг и  $m_0 < 0,1$  мг при работе в диапазоне свыше 2,0 мг. При более высоких значениях холостой пробы принимают меры для очистки аппаратуры от следов остаточного азота или применяют более чистые реактивы.

6.5.3. Отмеренный объем ГСО или навеску аммония сернокислого помещают в пробирку аппарата (рисунок 2 Приложения) и проводят процедуру дистилляции и титрования. Проводят два единичных измерения с добавками СО или аммония сернокислого (см. Таблицу 3) для каждой добавки ( $Q_{i1}$ ,  $Q_{i2}$ ). Результаты поверки считают положительными, если выполняется соотношение (2):

$$|[m_i - Q_{ij}] : Q_{ij}| \cdot 100 < \delta \quad (2)$$

где  $\delta = 10 \%$  для диапазона 0,1 — 2,0 мг;  $\delta = 5 \%$  для диапазона свыше 2,0 мг.

## 7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Положительные результаты поверки оформляются записью в формуляре и выпиской свидетельства о поверке

7.2. В случае отрицательных результатов выписывается извещение о непригодности с указанием конкретных результатов поверки.

## ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Наименование: анализатор общего, аммонийного и нитратного азота автоматический модель \_\_\_\_\_, фирмы «BUCHI Labortechnik AG», Швейцария

Зав. Номер \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Представлен \_\_\_\_\_

Поверка проводится согласно документу МП 242-1315-2012 «Анализаторы общего, аммонийного и нитратного азота автоматические модели К-370, К-375. Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» в июле 2012 г.

Условия поверки:

температура окружающей среды, °С

атмосферное давление, кПа

относительная влажность воздуха, %

Средства поверки:

Стандартные образцы состава иона аммония ГСО 7786-2000; аттестованное значение массовой доли ионов аммония 1,00 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность аттестации (при P=0.95) ±1 %, Таблица 1

Результаты определения относительной погрешности измерения массы азота

| №              | Масса азота, m <sub>i</sub> , мг/дм <sup>3</sup> | Результаты измерений Q <sub>i</sub> , мг |                 | Модуль абсолютной погрешности  Δ <sub>i</sub>  ; мг |                |           |
|----------------|--|--|-----------------|---|----------------|-----------|
|                |  | C <sub>11</sub>                          | C <sub>12</sub> | δ <sub>1</sub>                                      | δ <sub>2</sub> | Норматив  |
| Холостая проба | 0  | 0,0                                      | 0,0             | -   | -              | Менее 0,1 |
| 2              |  |  |                 |   |                | 10        |
| 3              |  |  |                 |   |                | 10        |
| 4              |  |  |                 |   |                | 5,0       |
| 5              |  |  |                 |   |                | 5,0       |
| 6              |  |  |                 |   |                | 5,0       |
| 7              |  |  |                 |   |                | 5,0       |

Относительная погрешность измерения не превышает норматива.

Заключение \_\_\_\_\_

Подпись поверителя \_\_\_\_\_

Дата \_\_\_\_\_