

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

по производственной метрологии

ФГУП «ВНИИМС»

Н.В. Иванникова



«25» ноября 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

**АНАЛИЗАТОРЫ
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ
АВТОМАТИЧЕСКИЕ
АСА**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
УФКВ 619.0097 МП**

**Москва
2020 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на анализаторы хроматографические автоматические АСА модификаций ВТЕХ и НС (далее – анализаторы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, а также после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками – 1 год.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при поверке	
		Первичной	Периодической
Внешний осмотр	7	Да	Да
Опробование	8.2	Да	Да
Проверка программного обеспечения	9	Да	Да
Определение метрологических характеристик - определение относительной погрешности	10, 11	Да	Да

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

2.3 Проведение поверки по меньшему числу компонентов (определяемых веществ) в соответствии с пунктами 16 и 18 Приказа Министерства промышленности и торговли РФ № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» не предусмотрено.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|--------------------------------------|------------------|
| - температура окружающей среды, °С | 20±5 |
| - атмосферное давление, кПа | от 86,0 до 106,0 |
| - относительная влажность воздуха, % | от 15 до 75 |
| - напряжение переменного тока, В | от 187 до 242 |
| - частота переменного тока, Гц | 50±1 |

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 Поверителем анализаторов может быть физическое лицо – сотрудник органа Государственной метрологической службы или юридического лица, аккредитованного на право проведения поверки, и прошедший аттестацию в установленном порядке.

4.2 К проведению поверки допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации на поверяемые анализаторы, эксплуатационную документацию на средства поверки, настоящую методику поверки, знающие правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

4.3 Допускается выполнение при поверке технических операций персоналом, обслуживающим анализаторы под контролем поверителя.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
3.1	Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90. Диапазон измерений от 0 до 55 °С, цена деления 0,1°С, погрешность измерений ±0,2 °С Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, ТУ 25-04-1513-79. Диапазон измерений 80 - 106 кПа, погрешность измерений ±0,2 кПа Психрометр аспирационный «М-34-М», ТУ 25-1607.054-85. Диапазон измерений 10 - 100 %
10, 11	Рабочий эталон 1-го разряда по приказу Росстандарта № 2664 от 14.12.2018 г. – генератор газовых смесей ГГС-03-03, регистрационный номер в ФИФ - 62151-15 СО состава газовой смеси 1-го разряда по приказу № 2664 от 14.12.2018 г. – ГСО 10528-2014 состава искусственной газовой смеси на основе бензола, толуола, этилбензола, диметилбензолов, хлорбензола, стирола в воздухе СО состава газовой смеси 1-го разряда по приказу № 2664 от 14.12.2018 г. – ГСО 10540-2014 состава искусственной газовой смеси на основе углеводородных газов: предельные углеводороды (C ₁ H ₄ -C ₁₀ H ₂₂) в воздухе СО состава газовой смеси 1-го разряда по приказу № 2664 от 14.12.2018 г. – ГСО 10540-2014 состава искусственной газовой смеси на основе н-бутана, н-пентана, н-гексана в воздухе Поверочный нулевой газ воздух марка «А», ТУ 6-21-5-82 (с изм. 1-6)

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых анализаторов с требуемой точностью.

5.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ПГС в баллонах под давлением – действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

6.3 При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору № 116 от 25.03.2014 г.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР АНАЛИЗАТОРОВ

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализаторов следующим требованиям:

- отсутствие внешних механических повреждений, влияющих на метрологические характеристики анализаторов;
- исправность органов управления, настройки;
- четкость надписей на лицевых панелях;
- наличие пломб.

7.2 Анализаторы считаются выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ АНАЛИЗАТОРОВ

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- выполняют мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- проверяют наличие паспортов и сроки годности ПГС;
- выдерживают баллоны с ПГС при температуре поверки не менее 24 ч;
- подготавливают анализаторы к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации УФКВ 619.0097 РЭ;

- подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.2 Опробование.

При опробовании проводится проверка общего функционирования анализаторов в следующем порядке:

- включают электрическое питание анализатора;
- фиксируют показания дисплея анализатора.

Результат опробования считают положительным, если на дисплее отображён интерфейс пользователя, включающий информацию о текущем состоянии анализатора и результаты последних измерений.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ АНАЛИЗАТОРОВ

Проверка программного обеспечения осуществляется через интерфейс пользователя. Нажатием на логотип прибора в верхнем левом углу выводят на экран дисплея номер версии и цифровой идентификатор.

Результат проверки считают положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют приведенным в Описании типа:

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	«Лига-Автохром»
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 1.5.0.1580
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	da83f56104a7fecb37c9cf01d3d71db0

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АНАЛИЗАТОРОВ

10.1 Определение относительной погрешности.

10.1.1 Определение относительной погрешности анализаторов начинают только после получения нулевых значений для определяемых компонентов при подаче в анализатор поверочного нулевого газа (ПНГ). Значения, в рамках данной методики, признаются нулевыми при показаниях значений менее 20 % нижнего предела обнаружения определяемого компонента.

10.1.2 Определение начинают от меньших значений концентраций к большему согласно приложению А.

11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ АНАЛИЗАТОРОВ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Измерение массовой концентрации определяемых компонентов в каждой точке поверки (Таблицы А.1 и А.2 Приложения А) проводят не менее трех раз и вычисляют среднее арифметическое значение.

Относительную погрешность δ_i , %, рассчитывают по формуле:

$$\delta_i = \frac{C_i - C_d}{C_d} \cdot 100, \quad (1)$$

где:

C_i – среднее измеренное значение массовой концентрации определяемого компонента или суммы концентраций определяемых компонентов, мг/м³;

C_d – действительное значение массовой концентрации определяемого компонента в ПГС или сумма концентраций определяемых компонентов, мг/м³.

Результаты определения относительной погрешности считают положительными, если полученные значения не превышают пределов, указанных в Таблице 3.

Таблица 3

Модификация анализатора АСА	Компонент (определяемое вещество)	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
VTEX	Бензол	0,005-6	±20
	Толуол		
	Этилбензол		
	п-Ксилол		
	м-Ксилол		
	о-Ксилол		
	Хлорбензол		
	Стирол		
	Диметилбензол (смесь о-, м-, п-изомеров)	0,015-18	±20
НС	Метан	5-300	±20
	Этан		
	Пропан		
	Изобутан		
	Изопентан		
	Пентан	5-1000	±20
	Бутан	5-2000	±20
	Смесь предельных углеводородов C ₁ H ₄ -C ₅ H ₁₂	35-2100	±20
	Гексан	5-600	±20

Модификация анализатора АСА	Компонент (определяемое вещество)	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
НС	Гептан	5-100	±20
	Октан		
	Нонан		
	Декан		
	Смесь предельных углеводородов C ₆ H ₁₄ -C ₁₀ H ₂₂	25-500	±20

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки анализаторов заносят в протокол (форма протокола поверки приведена в Приложении Б).

12.2 Положительные результаты поверки анализаторов оформляются выдачей свидетельства о поверке в соответствии с Приказом Министерства промышленности и торговли РФ № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

12.3 Знак поверки наносят на правый верхний угол лицевой панели анализаторов или на свидетельство о поверке.

12.4 На анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Министерства промышленности и торговли РФ № 1815 от 02.07.2015 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».


12.5 После ремонта анализаторы подвергают поверке.

Начальник отдела
ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Инженер 3-й категории
ФГУП «ВНИИМС»



Д.Р. Камаев

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Рекомендуемый перечень газовых смесей, применяемых при поверке
анализаторов хроматографических автоматических АСА

За значение массовой концентрации диметилбензола (смеси о-, м-, п-изомеров) принимается сумма массовых концентраций п-ксилола, м-ксилола и о-ксилола, входящих в состав смеси при условии нахождения их в смеси в примерно равном между собой количестве.

За значение массовой концентрации смесей предельных углеводородов C_1H_4 - C_5H_{12} и C_6H_{14} - $C_{10}H_{22}$ принимаются суммы массовых концентраций соответствующих индивидуальных предельных углеводородов, входящих в состав смеси при условии нахождения их в смеси в примерно равном между собой количестве.

Концентрации принимаются примерно равными между собой в смеси при отклонении от среднего расчетного значения концентраций для одного компонента конкретной смеси не более чем на 25 %.

Таблица А.1 – Номинальные значения массовой концентрации определяемого компонента и пределы допускаемых отклонений для модификации ВТЕХ

Номер газовой смеси	Определяемый компонент	Номинальное значение массовой концентрации, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³
1	ПНГ-воздух	—
2	Бензол	0,3±0,1
	Толуол	
	Этилбензол	
	п-Ксилол	
	м-Ксилол	
	о-Ксилол	
	Хлорбензол	
	Стирол	
	Диметилбензол (смесь о-, м-, п- изомеров)	0,9±0,3
3	Бензол	3,0±0,6
	Толуол	
	Этилбензол	
	п-Ксилол	
	м-Ксилол	
	о-Ксилол	
	Хлорбензол	
	Стирол	
	Диметилбензол (смесь о-, м-, п- изомеров)	9,0±1,8

Номер газовой смеси	Определяемый компонент	Номинальное значение массовой концентрации, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³
4	Бензол	5±1
	Толуол	
	Этилбензол	
	п-Ксилол	
	м-Ксилол	
	о-Ксилол	
	Хлорбензол	
	Стирол	
	Диметилбензол (смесь о-, м-, п- изомеров)	15±3

Таблица А.2 – Номинальные значения массовой концентрации определяемого компонента и пределы допускаемых отклонений для модификации НС

Номер газовой смеси	Определяемый компонент	Номинальное значение массовой концентрации, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³
1	ПНГ-воздух	–
2	Метан	20±4
	Этан	
	Пропан	
	Изобутан	
	Изопентан	
	Пентан	50±10
	Бутан	100±20
	Смесь предельных углеводородов C ₁ H ₄ -C ₅ H ₁₂	100±20
	Гексан	30±6
	Гептан	10±2
	Октан	
Нонан		
Декал	50±10	
Смесь предельных углеводородов C ₆ H ₁₄ -C ₁₀ H ₂₂		
3	Метан	150±15
	Этан	
	Пропан	
	Изобутан	
	Изопентан	
	Пентан	500±50
	Бутан	1000±100

Номер газовой смеси	Определяемый компонент	Номинальное значение массовой концентрации, пределы допускаемого отклонения, мг/м ³
3	Смесь предельных углеводородов C ₁ H ₄ -C ₅ H ₁₂	1050±105
	Гексан	300±30
	Гептан	50±5
	Октан	
	Нонан	
	Декан	
	Смесь предельных углеводородов C ₆ H ₁₄ -C ₁₀ H ₂₂	250±25
4	Метан	270±30
	Этан	
	Пропан	
	Изобутан	
	Изопентан	
	Пентан	900±100
	Бутан	1800±200
	Смесь предельных углеводородов C ₁ H ₄ -C ₅ H ₁₂	1890±210
	Гексан	540±60
	Гептан	90±10
	Октан	
	Нонан	
	Декан	
	Смесь предельных углеводородов C ₆ H ₁₄ -C ₁₀ H ₂₂	450±50

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ АНАЛИЗАТОРА

Протокол № _____
поверки анализатора, принадлежащего

Изготовитель _____ Год изготовления _____

Заводской номер анализатора _____

Наименование и номера
блоков _____

Дата проведения поверки: _____ г.

Условия поверки:

- температура окружающей среды _____ °С;
- атмосферное давление _____ кПа;
- относительная влажность _____ %;
- напряжение питания _____ В.

Наименование эталонов и испытательного оборудования:

Результаты испытаний:

Определяемый компонент	Массовая концентрация определяемого компонента в ПГС, мг/м ³	Показания анализатора, мг/м ³	Среднее арифметическое значение показаний анализатора, мг/м ³	Относительная погрешность измерений, %

Максимальная относительная погрешность _____ %.

Заключение по результатам поверки

Выдано свидетельство (извещение о непригодности)

№ _____ от _____ 20__ г.

Поверку проводил _____

(подпись)

« _____ » _____ 20__ г.