

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

Директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


К.В. Гоголинский
М.п. _____ 2016 г.

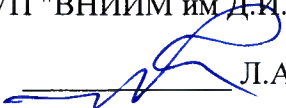


Государственная система обеспечения единства измерений

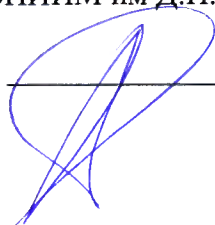
Газоанализаторы хроматографические
моделей Multidetek, Multidetek2

Методика поверки
МП-242-1870-2016

Руководитель научно-исследовательского отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП "ВНИИМ им Д.И. Менделеева"


Л.А. Конопелько

Разработал
Руководитель лаборатории
ФГУП "ВНИИМ им Д.И. Менделеева"


Т.Б. Соколов

Санкт-Петербург
2016 г.

Настоящая методика поверки распространяется на газоанализаторы хроматографические моделей Multidetek, Multidetek2 фирмы «LDetek», Канада, и устанавливает методы их первичной поверки до ввода в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - один год.

1 Операции поверки

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операций при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
2.1 Проверка общего функционирования	6.2.1	Да	Да
2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.2.2	Да	Нет
3 Определение метрологических характеристик	6.3		
3.1 Определение основной погрешности	6.3.1	Да	Да

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

1.3 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов газоанализатора в соответствии с заявлением владельца газоанализатора, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 Средства поверки

2.1 Для проведения поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
4, 6	Барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25011.1513.-79 (№ 5738-76 в Госреестре РФ), диапазон измеряемого атмосферного давления от 610 до 790 мм рт.ст., предел допускаемой погрешности $\pm 0,8$ мм рт.ст., диапазон рабочих температур от 10 °С до 50 °С.
	Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90 (№ 303-91 в Госреестре РФ), диапазон измерений (0 - 50) °С, цена деления 0,1 °С.
	Психрометр аспирационный М-34 по ТУ 25-1607.054-85 (№ 10069-85 в Госреестре РФ), диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от минус 10 °С до 30 °С.
6.3	Стандартные образцы состава газовые смеси (ГСО 10530-2014, ГСО 10536-2014, ГСО 10542-2014, ГСО 10545-2014), характеристики приведены в таблице А.1 Приложения А.
	Азот газообразный по ГОСТ 9293-74
	Аргон газообразный по ТУ 2114-005-05798345-2009
	Индикатор расхода ротаметр РМ-А-0,063Г УЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,063 м ³ /ч, кл. точности 4 *
	Индикатор расхода ротаметр РМ-А-0,16Г УЗ, ГОСТ 13045-81, верхняя граница диапазона измерений объемного расхода 0,16 м ³ /ч, кл. точности 4 *
6.3	Редуктор баллонный кислородный одноступенчатый БКО-50-4

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
	по ТУ 3645-026-00220531-95 *
	Вентиль точной регулировки ВТР-1 (или ВТР-1-М160), диапазон рабочего давления (0-150) кгс/см ² , диаметр условного прохода 3 мм *
	Трубка поливинилхлоридная (ПВХ) 6x1,5 мм по ТУ 64-2-286-79 *
	Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87, диаметр условного прохода 5 мм, толщина стенки 1 мм *

2.2 Допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик газоанализаторов с требуемой точностью ¹⁾.

2.3 Применяемые средства поверки, кроме отмеченных в таблице знаком «*», должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, стандартные образцы состава газовые смеси (ГСО) - действующие паспорта.

3 Требования безопасности

3.1 Содержание вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.2 При работе с ГС с объемной долей кислорода свыше 23 %, жировое загрязнение газового тракта должно быть исключено.

3.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.4 Требования техники безопасности при эксплуатации ГС в баллонах под давлением должны соответствовать федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности "Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением" (утверждены приказом Ростехнадзора № 116 от 25.03.2014 г.)

3.5 При проведении поверки должны соблюдаться требования техники безопасности, приведенные в руководстве по эксплуатации на газоанализатор.

3.6 К поверке допускаются лица, изучившие эксплуатационную документацию на газоанализаторы и прошедшие необходимый инструктаж.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С (20 ± 5);
- относительная влажность окружающей среды, % от 10 до 80;
- атмосферное давление, кПа 101,3 ± 3,3;
- напряжение переменного тока частотой (50 ± 1) Гц, В 230 ± 23.

¹⁾ Допускается использование стандартных образцов состава газовых смесей (ГС), не указанных в настоящей методике поверки, при выполнении следующих условий:

- номинальное значение и пределы допускаемого отклонения содержания определяемого компонента в ГС должны соответствовать указанному для соответствующей ГС из приложения А;
- отношение погрешности, с которой устанавливается содержание компонента в ГС к пределу допускаемой основной погрешности поверяемого газоанализатора, должно быть не более 1/3.

5 Подготовка к поверке

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- 1) подготавливают газоанализатор к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации;
- 2) проверяют наличие паспортов и сроки годности стандартных образцов состава газовых смесей (далее - ГС);
- 3) баллоны с ГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение не менее 24 ч, поверяемый газоанализатор - в течение не менее 4 ч;
- 4) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;
- 5) в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на газоанализатор собирают газовую схему подачи ГС.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие газоанализатора требованиям эксплуатационной документации по комплектности и маркировке. На корпусе газоанализатора не должно быть вмятин, нарушения покрытия, коррозионных пятен и других дефектов.

6.2 Опробование

6.2.2 Проверка общего функционирования

Включают газоанализатор в соответствии с эксплуатационной документацией.

Результат проверки общего функционирования считают положительным, если после прогрева на экране газоанализатора отображаются текущие результаты измерений и отсутствует информация об отказах.

6.2.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО).

6.2.3.1 Встроенное программное обеспечение идентифицируется посредством вывода на дисплей газоанализатора идентификационного наименования и номера версии программного пакета встроенного ПО.

6.2.3.2 Для вывода этих данных следует:

Для модели Multidetek:

- включить электрическое питание газоанализатора, при этом автоматически загрузится ПО газоанализатора;

- открыть вкладку Diagnostics, далее в открывшемся меню выбрать пункт «About»;

- считать на экране дисплея идентификационный номер версии встроенного ПО.

Для модели Multidetek2:

- включить электрическое питание газоанализатора, при этом автоматически загрузится ПО газоанализатора;

- открыть вкладку «About»;

- считать на экране дисплея идентификационное наименование и номер версии встроенного ПО.

Результаты идентификации встроенного программного обеспечения считают положительными, если идентификационное наименование и номер версии соответствуют указанному в описании типа газоанализатора.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение основной абсолютной погрешности

Определение основной абсолютной погрешности проводится в каждом диапазоне измерений при поочередной подаче на газоанализатор стандартных образцов состава – газовых смесей (ГС) в последовательности №№ 1–2–3–2–1–3 (Таблица А1 Приложения А) и считывании установившихся показаний дисплея газоанализатора по соответствующему измерительному каналу при подаче каждой ГС.

Время подачи каждой ГС следует выбирать в соответствии с указаниями эксплуатационной документации на поверяемый газоанализатор.

Значение основной абсолютной погрешности газоанализатора Δ , объемная доля, % (млн⁻¹), в каждой точке поверки, рассчитывают по формуле

$$\Delta = C_{изм} - C_0, \quad (1)$$

где $C_{изм}$ - результат измерений объемной доли определяемого компонента при подаче i -ой ГС, % (млн⁻¹);

C_0 - действительное значение объемной доли определяемого компонента в i -ой ГС, % (млн⁻¹).

Результаты определения считают положительными, если основная абсолютная погрешность не превышает значений, приведенных в таблице Б.1 Приложения Б.

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки оформляют протокол результатов поверки произвольной формы. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении В.

7.2 Результатом поверки является подтверждение пригодности средства измерений к применению или признание средства измерений непригодным к применению. Если газоанализатор по результатам поверки признан пригодным к применению, то на него или техническую документацию наносится оттиск поверительного клейма и/или выдается свидетельство о поверке установленной формы. На оборотной стороне свидетельства о поверке указывают:

- перечень стандартных образцов состава газовых смесей, с помощью которых произведена поверка газоанализатора;

- метрологические характеристики газоанализатора;
- указание на наличие Приложения — протокола поверки (при его наличии);
- дату поверки;
- наименование подразделения, выполнявшего поверку.

Свидетельство о поверке должно быть подписано:

На лицевой стороне:

- руководителем подразделения, производившего поверку,
- поверителем, производившим поверку;

На оборотной стороне:

- руководителем подразделения, производившего поверку (не обязательно),
- поверителем, производившим поверку.

7.3 Если газоанализатор по результатам поверки признан непригодным к применению, оттиск поверительного клейма гасится, свидетельство о поверке аннулируется, выписывается извещение о непригодности установленной формы.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Перечень и метрологические характеристики поверочных газовых смесей, используемых при поверке газоанализаторов хроматографических моделей Multidetek, Multidetek2

Таблица А.1 Перечень и метрологические характеристики поверочных газовых смесей,
используемых при поверке газоанализаторов хроматографических моделей Multidetek, Multidetek2

Определяемый компонент ¹⁾	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения ²⁾			Пределы допускаемой основной относительной погрешности, %	Номер ГСО по госреестру ³⁾
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3		
азот (N ₂), аргон (Ar), криптон (Kr), ксенон (Xe), кислород (O ₂), метан (CH ₄), оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO ₂), водород (H ₂), закись азота (N ₂ O), сероводород (H ₂ S), оксид азота (NO), тетрафторметан (CF ₄), неон (Ne), диоксид серы (SO ₂), аммиак (NH ₃), карбонилсульфид (COS), углеводороды (NMHC)	от 0 до 1 млн ⁻¹	(0,050 ± 0,015) млн ⁻¹			±7,5	ГСО 10530-2014, ГСО 10545-2014, ГСО 10548-2014, ГСО 10536-2014, ГСО 10542-2014
			(0,5 ± 0,1) млн ⁻¹	(0,95 ± 0,19) млн ⁻¹	±3	
	от 0 до 10 млн ⁻¹	(0,5 ± 0,1) млн ⁻¹			±3	
			(5,00 ± 0,75) млн ⁻¹	(9,500 ± 1,425) млн ⁻¹	±2	
	от 0 до 100 млн ⁻¹	(5,00 ± 0,75) млн ⁻¹			±2	
			(50 ± 5) млн ⁻¹	(95 ± 9,5) млн ⁻¹	±1,5	
	от 0 до 1000 млн ⁻¹	(50 ± 5) млн ⁻¹	(500 ± 50) млн ⁻¹	(950 ± 95) млн ⁻¹	±1,5	
	от 0 до 1 %	(0,050 ± 0,005) %			±1,5	
			(0,500 ± 0,025) %	(0,95 ± 0,0475) %	±0,6	
	от 0 до 10 %	(0,5000 ± 0,025) %			±0,6	
			(5,0 ± 0,2) %	(9,50 ± 0,38) %	±0,4	
	от 0 до 20 %	(1,00 ± 0,05) %			±0,6	
			(10,0 ± 0,4) %		±0,4	
				(19 ± 0,38) %	±0,3	
	от 0 до 50 %	(2,5 ± 0,1) %			±0,4	
			(25,0 ± 0,5) %	(47,50 ± 0,95) %	±0,2	

Определяемый компонент ¹⁾	Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента в ГС, пределы допускаемого отклонения ²⁾			Пределы допускаемой основной относительной погрешности, %	Номер ГСО по госреестру ³⁾
		ГС № 1	ГС № 2	ГС № 3		
от 0 до 100 %		(5,0 ± 0,2) %			±0,4	
			(50 ± 1) %		±0,2	
				(95,000 ± 0,475) %	±0,04	

Примечания:

¹⁾ Перечень определяемых компонентов для конкретного газоанализатора определяется при заказе.

²⁾ В случае поставки газоанализаторов с диапазонами измерений с верхней границей диапазона измерений, не указанной в таблице А.1, номинальные значения объемной доли определяемого компонента в ГС выбираются как (5±5) %, (50±5) % и (95±5) % от верхней границы диапазона измерений.

³⁾ Состав ГС, в зависимости от определяемого компонента:

- ГСО 10530-2014: N₂/Ar (для азота (N₂)); O₂/N₂ (для кислорода (O₂)); CH₄/N₂ (для метана (CH₄)); CO₂/N₂ (для диоксида углерода (CO₂)); H₂/N₂ (для водорода (H₂)); Ar/N₂ (для аргона (Ar)); Ne/N₂ (для неона (Ne)); CO/N₂ (для оксида углерода (CO)); Kr/N₂ - (для криптона (Kr)); Xe/N₂ - (для ксенона (Xe)); N₂O/N₂ - (для закиси азота (N₂O));

- ГСО 10545-2014: NO/N₂ (для оксида азота (NO)); H₂S/N₂ (для сероводорода (H₂S)); SO₂/N₂ (для диоксида серы (SO₂)); NH₃/N₂ (для аммиака (NH₃));

- ГСО 10548-2014: CF₄/N₂ (для тетрафторметана (CF₄));

- 10536-2014: COS/N₂ (для карбонилсульфида (COS));

- 10542-2014: C₃H₈/N₂ (для углеводородов (HC)).

Допускается использование многокомпонентных ГС с номинальными значениями объемной доли определяемых компонентов, соответствующим указанным в таблице А.1.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности газоанализаторов хроматографических моделей Multidetek, Multidetek2

Таблица Б.1 - Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности газоанализаторов хроматографических моделей Multidetek, Multidetek2

Характеристика	Значение
Определяемый компонент ¹⁾	азот (N ₂), аргон (Ar), криптон (Kr), ксенон (Xe), кислород (O ₂), метан (CH ₄), оксид углерода (CO), диоксид углерода (CO ₂), водород (H ₂), закись азота (N ₂ O), сероводород (H ₂ S), оксид азота (NO), тетрафторметан (CF ₄), неон (Ne), диоксид серы (SO ₂), аммиак (NH ₃), карбонил-сульфид (COS), углеводороды (NMHC)
Фоновый компонент ²⁾	воздух, азот (N ₂), водород (H ₂), аргон (Ar), кислород (O ₂), гелий (He), диоксид углерода (CO ₂), силан (Si), неон (Ne), криптон (Kr), ксенон (Xe)
Количество одновременно анализируемых компонентов, не более: - модель Multidetek - модель Multidetek2	15 18
Диапазон измерений объемной доли определяемого компонента ¹⁾	от 0 до 1 млн ⁻¹ от 0 до 10 млн ⁻¹ от 0 до 100 млн ⁻¹ от 0 до 1000 млн ⁻¹ от 0 до 1 % от 0 до 10 % от 0 до 20 % от 0 до 50 % от 0 до 100 %
Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности ³⁾ , в зависимости от диапазона измерений, объемная доля определяемого компонента от 0 до 1 млн ⁻¹ от 0 до 10 млн ⁻¹ от 0 до 100 млн ⁻¹ от 0 до 1000 млн ⁻¹ от 0 до 1 % от 0 до 10 % от 0 до 20 % от 0 до 50 % от 0 до 100 %	±(0,01 + 0,09·C _{вх}) млн ⁻¹ ±(0,1 + 0,06·C _{вх}) млн ⁻¹ ±(1 + 0,045·C _{вх}) млн ⁻¹ ±(10 + 0,045·C _{вх}) млн ⁻¹ ±(0,01 + 0,018·C _{вх}) % ±(0,1 + 0,012·C _{вх}) % ±(0,2 + 0,009·C _{вх}) % ±(0,5 + 0,006·C _{вх}) % ±(1 + 0,0012·C _{вх}) %

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки
ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

№ _____ от _____ 201__ г.

Наименование прибора, тип	
Регистрационный номер в ФИФ	
Зав. №	
Изготовитель	
Год выпуска	
Заказчик	
Серия и номер знака предыдущей поверки	
Дата предыдущей поверки	

Вид поверки _____

Методика поверки _____

Средства поверки: _____

Условия поверки: _____

Параметры	Требования НД	Измеренные значения
Температура окружающего воздуха, °С		
Относительная влажность воздуха, %		
Атмосферное давление, кПа		

Результаты поверки:

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование _____

3 Идентификация ПО _____

4 Определение метрологических характеристик _____

Определяемый компонент	Диапазон измерений	Состав ГС, номинальное значение объемной доли определяемого компонента	Результат изменений объемной доли определяемого компонента	Абсолютная погрешность, объемная доля определяемого компонента

5 Дополнительная информация _____

На основании результатов поверки выдано:

свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

№ _____ от _____

Причина непригодности _____

Поверку произвел _____

ФИО

Подпись

Дата