

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Ханов Н.И.

« 20 » августа 2015 г.



Государственная система обеспечения единства измерений
Газоанализаторы Chromatotec GC 866 модификаций airmo BTX и Chroma FID

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-1940-2015

г.р. 62098-15

Руководитель научно-исследовательского отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Л.А. Конопелько

« 20 » 2015 г.

Научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.Б. Шор

« 20 » 2015 г.

Санкт-Петербург

2015

Настоящая методика распространяется на газоанализаторы Chromatotec GC 866 модификаций airto ВТХ и Chroma FID (далее газоанализаторы) и устанавливает методику их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и 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.

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	Да
3 Определение основной относительной погрешности	6.3	Да	Да
4 Определение случайной составляющей погрешности (СКО)	6.4	Да	Да

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

1.3. Допускается проведение поверки по отдельным определяемым компонентам из перечня компонентов, приведенных в Приложении А, в соответствии с заявлением владельца СИ, 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.

2.2 Допускается применение других средств поверки, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование основного или вспомогательного средства поверки. Требования к средству поверки. Основные метрологические или технические характеристики.
6.3, 6.4	Рабочий эталон 1-го разряда - генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Т или ГГС-К по ЩДЕК.418319.009 ТУ (№ 45189-10 в Госреестре СИ РФ) в комплекте с источниками микропотоков газов и паров ИМ по ИБЯЛ.418319.013 ТУ (№ 15075-09 в Госреестре СИ РФ), приведенных в Приложении Б.
6.3, 6.4	Рабочий эталон 1-го разряда - генератор газовых смесей ГГС модификаций ГГС-Р или ГГС-К по ЩДЕК.418319.009 ТУ (№ 45189-10 в Госреестре СИ РФ) в комплекте со стандартными образцами состава - газовые смеси в баллонах под давлением по ТУ 2114-014-20810646-2014 или ТУ 0272-013-20810646-2014, приведенных в Приложении Б.
6.3, 6.4	Поверочный нулевой газ (ПНГ) – воздух по ТУ 6-21-5-82, азот газообразный по ГОСТ 9293-74, гелий газообразный высокой чистоты, марка 6.0 по ТУ 0271-001-45905715-026-21-5-82.
4, 6.3, 6.4	Термометр лабораторный ТЛ-4, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений (0 - 50) °С, цена деления 0,1 °С
4, 6.3, 6.4	Барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25011.1513.-79, 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
4, 6.3, 6.4	Психрометр аспирационный М-34 по ТУ 25-1607.054-85, диапазон относительной влажности от 10 до 100 % при температуре от минус 10 °С до 30 °С

3 Требования безопасности

3.1 Применяемые при поверке поверочные газовые смеси токсичны, но не горючи и не взрывоопасны. Концентрация в воздухе рабочей зоны для определяемых компонентов не должна превышать значений ПДК, приведенных в ГОСТ 12.1.005-88.

3.2 В процессе поверки должна быть включена приточно-вытяжная вентиляция.

3.3 Требования техники безопасности при эксплуатации баллонов со сжатыми газами должны соответствовать «Правилам устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденными Федеральной службой по экологическому, технологическому и атомному надзору.

3.4 При проведении поверки должны соблюдаться требования техники безопасности, приведенные в руководстве по эксплуатации на генератор ГГС модификаций ГГС-Т (ГГС-Р) или ГГС-К ШДЕК.418319.009 РЭ, паспортах на источники микропотоков ИМ и в руководстве по эксплуатации на газоанализаторы Chromatotec GC 866.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха (60 ± 30) %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа.

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 поверочных газовых смесей (далее ПГС);
- 3) выдерживают баллоны с ПГС в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, поверяемый газоанализатор - в течение 2 ч;
- 4) проверяют наличие свидетельств (паспортов) и сроки годности источников микропотоков газов и паров ИМ;
- 5) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации, приготавливают ПГС с содержанием определяемого компонента, приведенных в Приложении Б;
- 6) подают ПГС через фторопластовую трубку с тройником с выхода генератора или баллона с ПГС на вход газоанализатора. Контроль сброса ПГС от генератора осуществляют при помощи ротаметра, подключенного к тройнику.

5.2. Перед проведением поверки должна быть проведена корректировка нулевых показаний и чувствительности в соответствии с руководством по эксплуатации на газоанализаторы.

6. Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие газоанализатора требованиям РЭ по комплектности и маркировке.

На корпусе газоанализатора не должно быть вмятин, нарушения покрытия, коррозионных пятен и других дефектов.

Газоанализатор считается выдержавшим внешний осмотр удовлетворительно, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование


6.2.1 Проверка общего функционирования газоанализатора


Результаты проверки считаются положительными, если при включении газоанализатора в соответствии с руководством по эксплуатации на его дисплее отображаются все задаваемые команды.

6.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения

Вывод номера версии ПО на дисплей осуществляется при включении газоанализатора или по запросу пользователя через сервисное меню.

При включении газоанализатора запускается внутренний ПК, затем запускается Windows XP и открывается окно для выбора имени пользователя SUPER USER, в поле User Name вводится пароль Password и нажимается значок . После этого открывается окно VistaChrom, в верхней части которого указана версия ПО.

Общая информация о версии ПО также выводится на дисплей при нажатии на клавишу .

Результат подтверждения соответствия программного обеспечения считается положительным, если полученные идентификационные данные соответствуют идентификационным данным, указанным в разделе «Метрологические и технические характеристики» описания типа средства измерений.

6.3 Определение основной относительной погрешности

При определении основной относительной погрешности используют поверочные газовые смеси, получаемые с помощью оборудования, указанного в таблице 2. Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности должны соответствовать указанным в таблице Б1 Приложения Б.

6.3.1 Определение основной относительной погрешности проводят при поочередной подаче на газоанализатор ПГС в последовательности: №№ 1 – 2 – 3 или 1 – 2, состав и концентрация которых приведены в таблице Б.1 Приложения Б, и считывания показаний с дисплея газоанализатора.

Подачу ПГС на газоанализатор проводят в соответствии с п. 5.1.6).

Для каждой ПГС отсчет показаний газоанализатора проводят после начала ее подачи через время, указанное для каждого режима измерений в соответствии с РЭ и/или дополнением к РЭ на газоанализатор.

6.3.2 Основную относительную погрешность (δ , %) в каждой точке для каждой ПГС рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{C_i - C_o}{C_o} \cdot 100 \quad (1)$$

где C_i – i -ое показание газоанализатора при подаче ПГС, мг/м³ (млн⁻¹);

C_o – действительное значение объемной доли компонента в ПГС, мг/м³ (млн⁻¹).

Газоанализатор считается выдержавшим испытания, если значения основной относительной погрешности в каждой точке не превышают ± 25 %.

6.4 Определение случайной составляющей погрешности (СКО)

Определение случайной составляющей погрешности – относительного среднего квадратического отклонения (СКО, S_o в %) проводится одновременно с определением основной погрешности по п. 6.3 с использованием ПГС бензола № 2 или № 3. Число измерений – не менее 5 ($n = 5$).

Примечание: Допускается использование ПГС № 2 или № 3 других определяемых компонентов.

Рассчитывают среднее арифметическое значение измеренных значений объемной доли компонента \bar{C} , мг/м³ (млн⁻¹) и относительного СКО по формулам:

$$\bar{C} = \frac{\sum C_i}{n} \quad (2)$$

$$S_o = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n-1}} \cdot \frac{100}{\bar{C}} \quad (3)$$

Газоанализатор считается выдержавшим испытания, если значение S_o в каждой точке не превышает 6 %.

7 Оформление результатов поверки

7.1 В процессе проведения поверки ведется протокол, форма которого приведена в приложении В.

7.2 При положительных результатах поверки на газоанализатор дается свидетельство о поверке установленной формы или ставится поверительное клеймо.

7.3 При отрицательных результатах поверки применение газоанализатора запрещается и выдается извещение о непригодности. Газоанализатор направляется в ремонт.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Таблица А.1. Диапазоны измерений и пределы допускаемой основной погрешности газоанализатора.

Определяемый компонент	Диапазон измерений		Пределы допускаемой основной относительной погрешности, %
	объемной доли, млн ⁻¹ (ppm)	массовой концентрации*, мг/м ³	
модификация airto ВТХ			
Бензол С ₆ Н ₆	0,0005 – 3,0	0,002 – 10	±25
Толуол С ₇ Н ₈	0,005 – 3,0	0,02 – 12	±25
Этилбензол С ₈ Н ₁₀	0,002 – 2,0	0,010 – 9,5	±25
Сумма м-ксилола и п-ксилола, m- + p- С ₈ Н ₁₀	0,001 – 2,0	0,005 – 9,5	±25
о-Ксилол о-С ₈ Н ₁₀	0,001 – 2,0	0,005 – 9,5	±25
Изопропилбензол (кумол) С ₆ Н ₅ СН(СН ₃) ₂	0,003 – 0,06	0,01 – 0,3	±25
Альфа-метилстирол С ₉ Н ₁₀	0,006 – 0,2	0,03 – 1,0	±25
Фенол С ₆ Н ₅ ОН	0,002 – 0,05	0,008 – 0,2	±25
Ацетон С ₃ Н ₆ О	0,03 – 0,8	0,08 – 2,0	±25
модификация Chroma FID			
Бензол С ₆ Н ₆	0,03 – 10	0,1 – 35	±25
Толуол С ₇ Н ₈	0,03 – 10	0,12 – 45	±25
Сумма м-ксилола и п-ксилола, m- + p- С ₈ Н ₁₀	0,03 – 10	0,14 – 47	±25
о-Ксилол о-С ₈ Н ₁₀	0,03 – 10	0,14 – 47	±25
Метанол	0,3 – 15	0,5 – 20	±25
Гексан	0,03 – 1000	0,1 – 3600	±25
1-пентен С ₅ Н ₁₀	0,4 – 10	1,2 – 30	±25
Додекан С ₁₂ Н ₂₆	0,17 – 4,2	0,8 – 20	±25
Примечание:			
1.* для условий 0 °С и 760 мм рт. ст. в соответствии с требованиями РД 52.04.186-89.			

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Таблица Б.1. ПГС, используемые при поверке газоанализаторов Chromatotec GC 866
модификаций airmo ВТХ и Chroma FID

Определяемый компонент	Диапазон измерений, млн ⁻¹ (ppm)	Номинальное значение объемной доли определяемого компонента и допускаемое отклонение, млн ⁻¹			Источник получения ПГС
		№ 1	№ 2	№ 3	
1	2	3	4	5	6
модификация airmo ВТХ* (для бензола, толуола, этилбензола, ксилола)					
Бензол C ₆ H ₆	0,0005 – 3,0	0,0015 ± 0,0005	-	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (C ₆ H ₆ /N ₂), номинальное значение (1,0 ± 0,2) млн ⁻¹
		-	0,8 ± 0,1	2,7 ± 0,3	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (C ₆ H ₆ /N ₂), номинальное значение: (10 ± 2) млн ⁻¹
Толуол C ₇ H ₈	0,005 – 2,5	0,007 ± 0,002	-	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (C ₇ H ₈ /N ₂), номинальное значение (1,0 ± 0,2) млн ⁻¹
		-	0,6 ± 0,1	2,2 ± 0,3	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (C ₇ H ₈ /N ₂), номинальное значение (10 ± 2) млн ⁻¹
Этилбензол C ₈ H ₁₀	0,002 – 2,0	0,004 ± 0,002	-	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (C ₈ H ₁₀ /N ₂), номинальное значение (1,0 ± 0,2) млн ⁻¹
		-	0,5 ± 0,1	1,7 ± 0,3	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К) в комплекте с ГСО 10528-201 (C ₈ H ₁₀ /N ₂), номинальное значение (1 ± 2) млн ⁻¹
Сумма м-ксилола и п-ксилола m- + p- C ₈ H ₁₀	0,001 – 2,0	0,005 ± 0,002	-	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (m-C ₈ H ₁₀ /N ₂ , p-C ₈ H ₁₀ /N ₂), номинальное значение (1,0 ± 0,2) млн ⁻¹
		-	0,50 ± 0,15	1,7 ± 0,3	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (m-C ₈ H ₁₀ /N ₂ , p-C ₈ H ₁₀ /N ₂), номинальное значение (10 ± 2) млн ⁻¹
o-Ксилол o-C ₈ H ₁₀	0,001 – 2,0	0,005 ± 0,002	-	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (o-C ₈ H ₁₀ /N ₂), номинальное значение (1,0 ± 0,2) млн ⁻¹
		-	0,50 ± 0,15	1,7 ± 0,3	Генератор ГГС (модификации ГГС-1 ГГС-К)** в комплекте с ГСО 10528 2014 (o-C ₈ H ₁₀ /N ₂), номинальное значение (10 ± 2) млн ⁻¹

Продолжение таблицы Б.1.

1	2	3	4	5	6
модификация airto ВТХ* (для альфаметилстирола, фенола, ацетона)					
Альфаметилстирол C_9H_{10}	0,006 – 0,2	0,015 ± 0,003	0,15 ± 0,03	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ГСО 10525-2014 ($i-C_9H_{10}/N_2$), номинальное значение (10 ± 5) млн ⁻¹
Фенол C_6H_5OH	0,002 – 0,05	0,008 ± 0,004	0,045 ± 0,005	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ИМ фенол (производительность 0,1 мкг/мин)
Ацетон C_3H_6O	0,03 – 0,8	0,05 ± 0,02	0,7 ± 0,1	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ИМ ацетон (производительность 0,2 мкг/мин)
модификация Chroma FID					
Бензол C_6H_6	0,03 – 10	0,1 ± 0,02	5 ± 0,5	9 ± 1	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ГСО 10528-2014 (C_6H_6/N_2), номинальное значение (30 ± 3) млн ⁻¹
Толуол C_7H_8	0,03 – 10	0,1 ± 0,02	5 ± 0,5	9 ± 1	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ГСО 10528-2014 (C_7H_8/N_2), номинальное значение (30 ± 3) млн ⁻¹
Сумма м-ксилола и п-ксилола, м- + р- C_8H_{10}	0,03 – 10	0,1 ± 0,02	5 ± 0,5	9 ± 1	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ГСО 10528-2014 (м- C_8H_{10}/N_2 , р- C_8H_{10}/N_2), номинальное значение (30 ± 3) млн ⁻¹
о-Ксилол о- C_8H_{10}	0,03 – 10	0,1 ± 0,02	5 ± 0,5	9 ± 1	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ГСО 10528-2014 (о- C_8H_{10}/N_2), номинальное значение (30 ± 3) млн ⁻¹
Метанол CH_3OH	0,3 – 15	0,5 ± 0,2	7,5 ± 0,8	12 ± 1,2	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ИМ метанола (производительность 2 и 12 мкг/мин)
Гексан C_6H_{14}	0,03 – 1000	0,1 ± 0,5	-	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К)*** в комплекте с ГСО 10540-2014 (C_6H_{14}/N_2), номинальное значение (10 ± 5) млн ⁻¹
		-	425 ± 75	870 ± 130	ГСО 10540-2014 (C_6H_{14}/N_2)
1-пентен C_5H_{10}	0,4 – 10	0,8 ± 0,2	5 ± 0,5	9 ± 1	Генератор ГГС (модификации ГГС-ГГС-К) в комплекте с ГСО 10525-2014 (C_5H_{10}/N_2), номинальное значение (30 ± 2) млн ⁻¹

Продолжение таблицы Б.1.

1	2	3	4	5	6
Додекан $C_{12}H_{26}$	0,17 – 4,2	$0,3 \pm 0,1$	$3,5 \pm 0,4$	-	Генератор ГГС (модификации ГГС-Р, ГГС-К)*** в комплекте с ГСО 10528-2014 ($C_{12}H_{26}/N_2$), номинальное значение (20 ± 10) млн ⁻¹

Примечание:

1) *концентрации в ПГС в соответствии с режимами измерений, приведенными в дополнении к РЭ на модификацию ВТХ.

2)** Рабочий эталон 1-го разряда - генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-Р, ГГС-К по ШДЕК.418313.009 ТУ (с градуировкой по гелию), газ-разбавитель - гелий газообразный высокой чистоты, марка 6.0 по ТУ 0271-001-45905715-026-21-5-82.

3) ***Рабочий эталон 1-го разряда - генератор газовых смесей ГГС модификации ГГС-Р, ГГС-Т, ГГС-Л по ШДЕК.418319.009 ТУ, газ-разбавитель - воздух по ТУ 6-21-5-82, азот газообразный по ГОСТ 9293-74.

5) ГСО 10528-2014, ГСО 10540-2014 (по ТУ 2114-014-20810646-2014), ГСО 10525-2014 (по ТУ 0271-001-45905715-026-21-5-82) - стандартные образцы состава газовой смеси в баллонах под давлением.

4) ИМ - Источники микропотоков газов и паров по ИБЯЛ.418319.013 ТУ.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Протокол поверки газоанализатора Chromatotec GC 866

Модификация _____

Зав.№ газоанализатора _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Средства поверки _____

Документ на поверку: МП-242–1940–2015 «Газоанализаторы Chromatotec GC 866 модификаций airmo ВТХ и Chroma FID. Методика поверки».

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____ °С;
- атмосферное давление _____ кПа;
- относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Внешний осмотр _____

2 Опробование _____

- проверка общего функционирования _____

- подтверждение соответствия программного обеспечения _____

3 Определение основной относительной погрешности газоанализатора.

Определяемый компонент	Диапазоны измерений	Пределы допускаемой основной относительной погрешности, %	Максимальные значения основной относительной погрешности, %

4 Определение СКО _____

Заключение _____

Поверитель _____