

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИ-
ЯТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

И.о. директора УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

"16" 06 2021 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА
ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Системы газохроматографические АС Reformulyzer M4

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 86-251-2020

Екатеринбург
2021 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ ведущий инженер лаб. 251, к.т.н., Мигаль П.В.
3. СОГЛАСОВАНА и.о. директора УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2021 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки	5
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	6
8 Внешний осмотр средства измерений	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	8
13 Оформление результатов поверки	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А	10

Государственная система обеспечения единства измерений. Системы газохроматографические АС Reformulyzer M4. Методика поверки	МП 86-251-2020
--	----------------

Дата введения в действие:

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на системы газохроматографические АС Reformulyzer M4 (далее – системы), изготовленные АС Analytical Controls B.V., Нидерланды. Системы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка систем должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость к ГЭТ 3-2008 «Государственному первичному эталону единицы массы (килограмму)» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 №2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы», а также путем применения стандартных образцов, аттестованные значения которых установлены при проведении межлабораторного эксперимента согласно приказу Минпромторга России от 28.08.2020 г. №2905.

1.3 Интервал между поверками - 1 год.

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»

ГОСТ Р ЕН ИСО 22854-2010 «Нефтепродукты жидкие. Бензины автомобильные. Определение типов углеводородов и оксигенатов методом многомерной газовой хроматографии»

ГОСТ ISO 22854-2015 «Нефтепродукты жидкие. Определение группового содержания углеводородов и кислородсодержащих соединений в автомобильном бензине и автомобильном этанольном топливе (Е85) методом многомерной газовой хроматографии»

Приказ Минпромторга РФ от 28.08.2020 № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»

Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Минпромторга РФ от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	8	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
Проверка программного обеспечения	10	да	да
Определение метрологических характеристик	11	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, проводится настройка системы в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). В дальнейшем все операции повторяются вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, система бракуется и выполняются операции по п. 13.3.

3.3 На основании письменного заявления владельца системы или лица, представившего систему на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин. Данную информацию приводят в свидетельстве о поверке.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С: 23 ± 5 ;
- относительная влажность, %: от 5 до 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке систем допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на системы и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
ГСО 11315-2019 стандартный образец углеводородного состава бензина (СО УСБ-ПА)	интервал аттестованных значений объемной доли ароматических углеводородов от 1,0 до 42,0 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения объемной доли ароматических углеводородов $\pm 0,3$ % при $P=0,95$; интервал аттестованных значений объемной доли олефиновых углеводородов от 0,3 до 18,00 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения объемной доли олефиновых углеводородов $\pm 0,06$ % при $P=0,95$; интервал аттестованных значений объемной доли н-

Наименование	Метрологические и технические требования
	парафиновых углеводородов от 1,0 до 62,5 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения объемной доли n-парафиновых углеводородов $\pm 0,15$ % при $P=0,95$; интервал аттестованных значений объемной доли изопарафиновых углеводородов от 1,0 до 62,5 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения объемной доли изопарафиновых углеводородов $\pm 0,3$ % при $P=0,95$; интервал аттестованных значений объемной доли нафтеновых углеводородов от 1,00 до 62,50 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения объемной доли нафтеновых углеводородов от $\pm 0,15$ % при $P=0,95$
ГСО 10561-2015 стандартный образец массовой доли метил-трет-бутилового эфира в бензине (имитатор) (СО МТБЭ-ПА)	интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли метил-трет-бутилового эфира от 0,1 до 20 %, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ± 4 % при $P=0,95$
ГСО 8143-2002 стандартный образец состава и детонационной стойкости бензина (С4)	интервал аттестованных значений объемной доли углеводородов от 0,75 до 98,0 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от $\pm 0,15$ до 1,5 % при $P=0,95$
Термогигрометр	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п. 4

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены.

6.3 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы объемной доли компонентов поверяемой системе. При выборе стандартных образцов предпочтение следует отдавать стандартным образцам утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин и (или) первичным референтным методикам (методам) измерений.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливаются:

- соответствие внешнего вида системы сведениям, приведенным в описании типа;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;

- отсутствие механических повреждений корпуса, крепления органов управления и чёткости маркировки;

- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность системы.

8.2 В случае если при внешнем осмотре системы выявлены повреждения или дефекты способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Перед проведением поверки систему готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации. При необходимости проводят градуировку системы.

9.2 При включении системы должны отсутствовать сообщения об ошибках.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных ПО хроматографа. Наименование и номер версии ПО должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО хроматографа

Идентификационные данные (признаки)	Значение				
	OpenLab CDS ChemStation Edition	OpenLab CDS EZChrom Edition	OpenLab CDS	OpenLab CDS Acquisition	OpenLab CDS Data Analysis
Идентификационное наименование ПО					
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже C.01.07	не ниже A.04.02	не ниже 2.2	не ниже 2.2	не ниже 2.2
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-	-	-

10.2 Проводят проверку идентификационных данных ПО блока управления Reformulyzer M4. Наименование и номер версии ПО отображается в окне «About» меню «Help» и должен соответствовать требованиям таблицы 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО блока управления Reformulyzer M4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Reformulyzer Plugin
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.1.8.XXXXXX
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов

11.1.1 Для проверки абсолютной погрешности измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов используют стандартные

образцы ГСО 11315-2019, ГСО 10561-2015, ГСО 8143-2002, а также растворы стандартных образцов в толуоле, приготовленные в соответствии с Приложением А, с аттестованным значением объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов, близким к началу и концу диапазона измерений системы.

11.1.2 Для измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов используют режим «Gasoline».

11.1.3 Каждый стандартный образец или раствор вводят в систему не менее 2 раз.

11.2 Проверка диапазонов измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов

11.2.1 Проверку диапазонов измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов проводят одновременно с проверкой абсолютных погрешностей измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов по п. 11.1 настоящей методики проверки.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Рассчитывают абсолютную погрешность измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов по формуле

$$\Delta_{ikj} = X_{ikj} - A_{ik}, \quad (1)$$

где A_{ik} – аттестованное значение объемной доли k -ого компонента в i -ом стандартном образце или его растворе, %;

X_{ikj} – результат j -го измерения объемной доли k -ого компонента в i -ом стандартном образце или его растворе, %.

12.2 Полученные значения абсолютной погрешности измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов должны удовлетворять требованиям таблицы 5.

Таблица 5 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений объемной доли ароматических углеводородов, %	от 1,0 до 42
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли ароматических углеводородов, %	$\pm 0,0325 \cdot X + 0,0999^1$
Диапазон измерений объемной доли олефиновых углеводородов, %	от 1,5 до 18
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли олефиновых углеводородов, %	$\pm 0,0849 \cdot X + 0,3695$
Диапазон измерений объемной доли насыщенных углеводородов, %	от 1,0 до 70
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли насыщенных углеводородов, %	$\pm 1,2$
Диапазон измерений объемной доли кислородсодержащих углеводородов (оксигенатов), %	от 0,8 до 16
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений объемной доли кислородсодержащих углеводородов (оксигенатов), %	$\pm 0,0181 \cdot X + 0,2538$
¹⁾ X – объемная доля компонента в пробе, %	

12.3 За диапазоны измерений системы принимают диапазоны измерений объемной доли ароматических, олефиновых, насыщенных углеводородов и оксигенатов, приведенных в таблице 5, если полученные по формуле (1) значения удовлетворяют требованиям таблицы 5.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки систему признают пригодной к применению и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки, или действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений. Знак поверки наносят на свидетельство о поверке.

13.3 При отрицательных результатах поверки систему признают непригодной к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с Приказом Минпромторга России от 30.07.2020 № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или действующими на момент проведения поверки нормативными актами в области обеспечения единства измерений.

13.4 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Разработчик:

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



П.В. Мигаль

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Процедура приготовления растворов стандартных образцов в толуоле

А.1 Приготовление объемным методом

Для приготовления растворов используют:

- стандартный образец по п.6 настоящей методики поверки;
- дозаторы электронные одноканальные или многоканальные, пипетки по ГОСТ 29227-91, ГОСТ 29169-91;
- толуол по ГОСТ 5789-78;
- стеклянные вials объемом 5 см³.

В чистую, сухую вialу помещают различные объемы стандартного образца и толуола, фиксируют объемы, тщательно перемешивают.

Объемные доли компонентов в приготовленной смеси рассчитывают по формуле

$$A_i = \frac{V_{гсо}}{(V_{гсо} + V_T)} \cdot A_{iгсо}, \quad (A.1)$$

где $V_{гсо}$ – объем стандартного образца, см³;

V_T – объем толуола, см³;

$A_{iгсо}$, – аттестованное значение объемной доли i -го компонента в стандартном образце, %.

А.2 Приготовление весовым методом

Весовой метод используют в случае, если известно значение плотности стандартного образца и толуола.

- стандартный образец по п.6 настоящей методики поверки;
- весы лабораторные электронные I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- толуол по ГОСТ 5789-78;
- стеклянные вials объемом 5 см³.

В чистую, сухую вialу помещают различные навески стандартного образца и толуола, фиксируют массу навесок, тщательно перемешивают.

Объемные доли компонентов в приготовленной смеси рассчитывают по формуле

$$A_i = \frac{\frac{m_{гсо}}{\rho_{гсо}}}{\left(\frac{m_{гсо}}{\rho_{гсо}} + \frac{m_T}{\rho_T}\right)} \cdot A_{iгсо}, \quad (A.2)$$

где $m_{гсо}$ – масса навески стандартного образца, г;

m_T – масса навески толуола, г;

$\rho_{гсо}$ – плотность стандартного образца, г/см³;

ρ_T – плотность толуола, г/см³;

$A_{iгсо}$, – аттестованное значение объемной доли компонента в стандартном образце, %.