

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по качеству

ФГУП "ВНИИМС"

Н.В. Иванникова



" 21 " декабря 2015 г.

Системы газохроматографические AC Reformulyzer M4

Методика поверки

з.р. 64079-16

Москва 2015 г.

Настоящая методика поверки распространяется на системы газохроматографические AC Reformulyzer M4 фирмы «AC Analytical Controls BV.», Нидерланды (подразделение фирмы PAC, 8824 Fallbrook Drive Houston, TX 77064, США) (далее - системы), и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

| Наименование операции | Номер пункта методических указаний | Обязательное проведение операции при | |
|--|------------------------------------|--------------------------------------|-----------------|
| | | выпуске и после ремонта | эксплуатации |
| Внешний осмотр | 6.1 | да | да |
| Опробование: – проверка идентификационных данных ПО. | 6.2 | да | да |
| | 6.2.1 | да | да |
| Определение метрологических характеристик: – определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала; – определение показателей точности результатов измерений. | 6.3 | да | да |
| | 6.3.2 | да | да ¹ |
| | 6.3.4 | нет | да ² |

¹⁾ При отсутствии НД на МВИ, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ 8.563 - 09.

²⁾ При наличии НД на МВИ.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

- Стандартный образец состава и детонационной стойкости бензина (С4) ГСО № 8143-2002.

- Термометр лабораторный ТЛ4-Б2, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,1 °С.

- Психрометр аспирационный МВ-4М, ТУ25.1607.054-85.

- Барометр–анероид БАММ–1 по ТУ 25–11.1513–79.

Примечание. Допускается применять другие стандартные образцы состава и свойств бензинов аналогичного состава.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

| | |
|---|--------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | 23±5 |
| – изменение температуры окружающего воздуха за время проведения измерений, °С, не более | ±1 |
| – относительная влажность, % | от 20 до 80 |
| – атмосферное давление, кПа | от 94 до 106 |
| – напряжение питания, В | 230 (±10 %) |
| – частота напряжения питания, Гц | 50±0,5 |

3.2 Подготовительные работы выполняют в соответствии с Руководством по эксплуатации средства измерений.

3.3 Выбирают метод анализа – «Gasoline».

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

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

4.2 Поверитель должен пройти специальную подготовку по поверке и калибровке хроматографических приборов и иметь соответствующее свидетельство.

4.3 Поверитель должен быть ознакомлен с эксплуатационными документами на поверяемые системы газохроматографические.

4.4 Поверитель должен пройти инструктаж по технике безопасности.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При проведении поверки выполняют

– правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок по ГОСТ Р 12.1.019-2009,

– правила пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91,

– правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 Все составные части системы газохроматографической, имеющие силовые цепи, должны быть заземлены.

5.3 При работе с водородом, проведении анализов горючих, вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться меры пожарной безопасности и правила техники безопасности, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем в соответствии со спецификой применяемых веществ.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

– соответствие комплектности системы газохроматографической паспортным данным;

– четкость маркировки;

– исправность механизмов и крепежных деталей.

6.2 Опробование

6.2.1 При включении системы должны отсутствовать сообщения об ошибках.

6.2.2 После выхода системы на режим выполняют однократное предварительное хроматографическое разделение, убеждаются в корректности выполнения анализа и отсутствии посторонних пиков.

6.2.3 Проверка идентификационных данных ПО системы газохроматографические AC Reformulyzer M4

В разделе меню «Help», подраздел «About Workbench» ПО IRIS должно отображаться идентификационное наименование ПО: «Enterprise Workbench»

Результат проверки считают положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют указанным данным: «Version» не ниже 5.20

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Измерения проводят в соответствии с разделом 4.1 Руководства по эксплуатации на систему газохроматографическую после выхода хроматографа на режим, используя ГСО № 8143-2002.

Условия выполнения измерений должны соответствовать п.3.1.

6.3.2 Не менее шести раз вводят контрольный образец в инжектор. СКО результатов измерений каждой группы компонентов (исключая аномальные результатов, определяемые по п. 6.3.3) вычисляют по формуле (1)

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (1)$$

где X_i - результат единичного измерения объемной доли определяемого компонента (группы компонентов), %;

\bar{X} - среднее арифметическое значение результатов измерений определяемого компонента (группы компонентов), % (2)

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (2)$$

n - число измерений.

6.3.3 Для определения аномальных результатов определяют отношение для подозреваемого в аномальности результата наблюдений $U_i(X)$ по формуле (3)

$$U_i = \frac{|X_i - \bar{X}|}{S_r}. \quad (3)$$

Результат сравнивают с величиной β из таблицы 2 для данного объема выборки n .

Таблица 2 – Предельные значения β

| | | | | | | | | | |
|---------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| n | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| β | 1,15 | 1,46 | 1,67 | 1,82 | 1,94 | 2,03 | 2,11 | 2,18 | 2,23 |
| n | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
| β | 2,29 | 2,33 | 2,37 | 2,41 | 2,44 | 2,48 | 2,50 | 2,53 | 2,56 |

Если $U_i \geq \beta$, то результат наблюдения считают случайным выбросом и из дальнейшего рассмотрения исключают.

Значение среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %, не должно превышать значений, приведенных в НД на хроматограф (таблица 1-1 Приложения 1).

6.3.4 При проведении периодической поверки систем газохроматографических, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки системы заносят в протокол.

7.2 Положительные результаты поверки системы газохроматографической оформляют выдачей свидетельства. Поверочный знак наносят на переднюю панель хроматографа.

7.3 Системы, не удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, к эксплуатации не допускают. Средство измерений изымают из обращения, свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

7.4 После ремонта системы подвергают поверке.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



Ш.Р. Фаткудинова

Научный сотрудник ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

Метрологические характеристики систем газохроматографических АС Reformulyzer M4

Диапазоны измерений и пределы допускаемого среднеквадратического отклонения результатов измерений и пределы повторяемости для двух последовательно выполненных измерений (методы Gasoline (бензин), PNA (ПНА), OPNA (ОПНА), PIPNA (ПИПНА), PIANO (ПИАНО), PONA (ПОНА), PIONA (ПИОНА)) представлены в таблице 1-1.

Таблица 1-1

| Компонент | Диапазон измерений, об. доля, % | Предел повторяемости (n=2, P = 0,95) г, об. доля, % |
|----------------------------------|---------------------------------|---|
| Насыщенные углеводороды (алканы) | от 0,8 до 99,0 | 0,5 |
| Ароматические углеводороды | от 0,3 до 65 | $0,0095 \cdot X + 0,1952$ |
| Олефины (алкены) | от 0,5 до 50 | $0,0185 \cdot X + 0,1415$ |
| Бензол | до 0,8 вкл. св. 0,8 до 2,0 | 0,02 $0,0147 \cdot X + 0,0031$ |
| Кислородсодержащие соединения | от 0,8 до 17 | $0,0193 \cdot X + 0,0024$ |