

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора ФГУП «ВНИИМС»
В.Н.Яншин
"03" _____ 2015 г.

**Анализаторы хроматографические автоматические
ACA-LIGA**

Методика поверки

УФКВ 619.0071 МП

и.р. 63041-16

г. Москва,
2015 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы хроматографические автоматические АСА-LIGA (далее анализатор) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при выпуске из производства, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

Перед проведением очередной поверки анализатор должен быть предварительно отградуирован.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице 1.1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при		
		Выпуске из производства	Выпуске из ремонта	Периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	да	да	да
Опробование	6.2	да	да	Да
Определение основной относительной погрешности	6.3	да	да	да

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

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены следующие средства:

– термометр ТЛ-4, ГОСТ 28498-90;

– психрометр аспирационный электрический М-34, ТУ 25-1607.054-85. Диапазон измерений 10 - 100%;

– барометр-анероид специальный БАММ-1. Диапазон измерений 80 - 106 кПа, погрешность измерений 200 Па, ТУ 25-04-1513-79;

– генератор газовых смесей ГГС-03-03, ШДЭК. 418313.001 ТУ;

– вентиль тонкой регулировки АПИ 4.463.008;

– трубка фторопластовая Ф4-Д по ТУ6-05-987-79;

– ГСО 10529-2014 - ароматические углеводороды остальное – азот в баллоне под давлением по ТУ 6-16-2956-92, с относительной погрешностью не более 7 %, выпускается по ТУ 2114-014-20810646-2014;

– поверочный нулевой газ (воздух) в баллоне под давлением, ТУ 6-21-5-82;

– азот в баллоне под давлением ГОСТ 9293-74;

– бензол (массовая доля 99,9%), марка «чистые вещества для хроматографии», СОП 0003-03 СТХ, выпускается по ТУ 2632-030-56278322-2008;

– ГСО 7101-94 фенол (диапазон массовой доли 99,30%-99,99%);

– толуол (массовая доля 99,9%), марка «для хроматографии», выпускается по СТП ТУ КОМП 3-059-08;

– о-ксилол (массовая доля 99,8%), марка «х.ч.», выпускается по СТП ТУ КОМП 2-082-08;

– п-ксилол (массовая доля 99,9%), марка «для хроматографии», выпускается по ТУ 2631-070-44493179-01 с изм. 1;

– м-ксилол (массовая доля 99,9%), марка «для хроматографии», выпускается по ТУ 6-09-4565-77 с изм. 2;

– этилбензол (массовая доля 99,9%), марка «для хроматографии», выпускается по ТУ 6-09-787-76;

– хлорбензол (массовая доля 99,8%), марка «ч.д.а.», выпускается по ТУ 2631-028-44493179-99 с изм. 1;

– стирол (массовая доля 99,8%), марка «для хроматографии», выпускается по ТУ ГОСТ 10003-90 изм. 2;

2.2. Допускается применение других средств измерений, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке и/или действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1. Процесс проведения поверки относится к вредным условиям труда.

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

3.3. При работе с газовыми смесями в баллонах под давлением должны соблюдаться «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление от 96,6 до 104,8 кПа;
- относительная влажность воздуха от 15 до 95 %.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) Поверяемый анализатор должен быть исправен и подготовлен к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации УФКВ 619.0071 РЭ;

2) ПГС в баллонах должны быть выдержаны в помещении, в котором проводится поверка, в течении 24 ч;

3) динамический генератор должен быть подготовлен к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений.

6.1.2. Для анализатора должны быть установлены:

- а) исправность органов управления, настройки;
- б) четкость надписей на лицевых панелях.

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

6.2. Опробование

6.2.1 При опробовании проводится проверка функционирования анализатора в следующем порядке:

- подсоединить к анализатору баллон с газом-носителем (азот);
- установить давление газа на входе в анализатор в соответствии с рекомендациями, приведенными в технической документации на анализатор;
- подключить анализатор к сети питания и включить блоки тумблерами «сеть»;

- после прогрева анализатор переходит в режим измерения и на дисплее отображается информация состояния и измерений.

6.2.2 Результаты опробования считают положительными если:

- во время прогрева анализатора отсутствуют сообщения об ошибках;
- после прогрева анализатор переходит в режим измерения;
- органы анализатора функционируют.

6.3. Определение основной относительной погрешности

Определение основной относительной погрешности анализатора проводить по схеме, приведенной в приложении А руководства по эксплуатации на анализатор.

Относительную погрешность δ_{id} , в %, рассчитывают по формуле:

$$\delta_{id} = \pm ((X_i - X_d) / X_d) * 100\% \quad (1)$$

где:

X_i – среднее измеренное значение массовой концентрации определяемого компонента, мг/м³;

X_d – действительное значение массовой концентрации определяемого компонента в ПГС, мг/м³.

Измерение концентраций, указанных в таблицах А.1-А.3 приложения А проводят в последовательности по номерам газовых смесей 1-2-3-4-3-2-1-2-3-4-1-4 и вычисляют среднее для каждой концентрации.

Основную относительную погрешность δ , %, оценивают максимальным значением из полученного ряда по формуле:

$$\delta = \max \delta_{id}(2),$$

Результаты испытания считают положительными, если основная относительная погрешность анализатора не превышает пределов, указанных в Таблице 2.

Таблица 2

Анализируемый компонент	Диапазон измерений, мкг/м ³	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
Бензол	5-5000	±15
Толуол	5-10000	±15
Этилбензол	5-1000	±15
Хлорбензол	5-5000	±15
м,п-ксилол	5-5000	±15

Хлорбензол	5-5000	±15
м,п-ксилол	5-5000	±15
О-ксилол	5-5000	±15
Стирол	5-1000	±15
Фенол	5-1000	±15

Определение основной относительной погрешности проводится по тем компонентам, по которым анализатор был отградуирован при выпуске. При отсутствии необходимой ПГС определение основной относительной погрешности проводят с помощью растворов анализируемых компонентов, вводимых непосредственно в сорбционную трубку, приготовленных согласно приложению Б.

6.4 По результату поверки анализатора оформляется протокол результатов согласно приложению В, либо в произвольной форме.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.

7.1 Результаты поверки заносят в протокол.

7.2 Положительные результаты поверки анализаторов оформляются выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

7.3 Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются и выдается извещение о непригодности в соответствии с ПР 50.2.006.

7.4 После ремонта анализаторы подвергаются поверке.

Снс ФГУП ВНИИМС

В.Р. Сидоров - Радоухин В.Р.

(подпись)

Дата _____

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Перечень газовых смесей, применяемых при поверке анализатора хроматографического автоматического АСА-LIGA

Сокращения, используемые далее:

ПНГ – поверочный нулевой газ (воздух)

К – компонент, по которому анализатор отградуирован при выпуске.

Таблица А.1 Концентрации бензола, хлорбензола, м,п-ксилолов и о-ксилола

Номер газовой смеси	Состав смеси	Номинальное значение массовой концентрации компонента с допусаемым отклонением, указанным в скобках, мкг/м ³
№ 1	ПНГ	
№ 2	К / азот	5 (+0,25)
№ 3	К / азот	2500 (+/-125)
№ 4	К / азот	5000 (-250)

Таблица А.2 Концентрации этилбензола, стирола и фенола

Номер газовой смеси	Состав смеси	Номинальное значение массовой концентрации компонента с допусаемым отклонением, указанным в скобках, мкг/м ³
№ 1	ПНГ	
№ 2	К / азот	5 (+0,25)
№ 3	К / азот	500 (+/-25)
№ 4	К / азот	1000 (-50)

Таблица А.3 Концентрации толуола

Номер газовой смеси	Состав смеси	Номинальное значение массовой концентрации компонента с допусаемым отклонением, указанным в скобках, мкг/м ³
№ 1	ПНГ	
№ 2	К / азот	5 (+0,25)
№ 3	К / азот	5000 (+/-250)
№ 4	К / азот	10000 (-500)

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Определение основной относительной погрешности с использованием жидких смесей.

Ввод проб осуществляют микрошприцем непосредственно в сорбционную трубку.

Исходные растворы готовят в метаноле следующим образом:

В колбу на 100 см³ наливают 20-24 см³ метанола (после добавления определяемого вещества доводят до метки), затем добавляют чистое вещества, для которых будет проводится определение относительной погрешности. Исходный раствор готовят объемно-весовым методом из расчета, чтобы на объем растворителя (100см³) массовые концентрации веществ составляли верхние пределы измерений по компонентам (исходный раствор) и указаны в таблице Б.1.

Таблица Б.1.

Компоненты	Масса добавляемого индивидуального вещества, мг	Концентрация индивидуального вещества в исходном растворе, мкг/см ³	Погрешность приготовления растворов, % не более
Бензол, хлорбензол, м,п-ксилол, о-ксилол	500	5000	2
Толуол	1000	10000	2
Этилбензол, стирол, фенол	100	1000	2

Для приготовления растворов №1 – №3 в мерные колбы на 50 см³ вносят пипеткой определенные объемы исходного раствора и доводят объем до метки метанолом. Объемы исходного раствора для приготовления растворов в качестве примера приведены в таблице Б.2. В качестве раствора №3 используется исходный раствор. Массовые концентрации в каждом из растворов приведены в таблице Б.2. Растворы готовят непосредственно перед применением.

Таблица Б.2. Пример приготовления растворов

раствор №1		раствор №2		раствор №3	
Объем исходн. р-ра, см ³	Конц., мкг/см ³	Объем исходн. р-ра, см ³	Конц., мкг/см ³	Объем исходн. р-ра, см ³	Конц., мкг/см ³
0,25	5	25,0	500	50	1000

Анализ каждой концентрации проводят не менее трех раз.

Введение раствора в объеме 1мм^3 позволяет иметь равенство значений концентраций $\text{мкг}/\text{см}^3$ в жидком растворе и $\text{мкг}/\text{м}^3$ в пробе воздуха объемом 1дм^3 отбираемого Анализатором при проведении анализа. В качестве примера в таблице Б.3 приведены концентрации вещества в растворе и их масса в 1мм^3 .

Таблица Б.3. Примеры масс компонентов в 1мм^3 растворов.

раствор №1		раствор №2		раствор №3	
Конц., $\text{мкг}/\text{см}^3$	Масса, мкг	Конц., $\text{мкг}/\text{см}^3$	Масса, мкг	Конц., $\text{мкг}/\text{см}^3$	Масса, мкг
5	0,005	500	0,50	1000	1,0

Аттестация контрольных образцов состава газовых смесей производится согласно разделам 8 аттестованных методик измерений МКХА УФКВ 08.0005-ФХИ «Методика измерений. Определение массовой концентрации бензола, толуола, хлорбензола и ксилолов в атмосферном воздухе с помощью автоматизированного комплекса на основе хроматографа «Газохром 2000», МКХА УФКВ 08.0004-ФХИ «Методика измерений. Определение массовой концентрации фенола в атмосферном воздухе с помощью автоматизированного комплекса на основе хроматографа «Газохром 2000» и МКХА УФКВ 08.0007-ФХИ «Методика измерений. Определение массовой концентрации этилбензола, изопропилбензола, стирола, а-метилстирола и нафталина в атмосферном воздухе с помощью автоматизированного комплекса на основе хроматографа «Газохром 2000».

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:

Максимальная относительная погрешность _____ %.

Заключение по результатам
поверки _____

Выдано свидетельство (извещение о непригодности)

№ _____ от _____ 20 _____ г.

Поверку проводил _____

(подпись)

« _____ » _____ 20 _____ г.