

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
ДИРЕКТОРА
М.п. 27 апреля 2017 г.



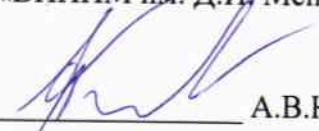
Государственная система обеспечения единства измерений

Комплекс аппаратно-программный на базе хроматографа
«Хроматэк – Кристалл 5000», зав. №652521

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2102-2017

Заместитель руководителя научно-исследовательского
отдела госэталонов в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


А.В. Колобова

Старший научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2017

Настоящая методика поверки распро- страняется на комплекс аппаратно- программный на базе хроматографа «Хроматэк – Кристалл 5000», зав. №652521 (далее по тексту – АПК) и устанавливает методы его первичной поверки до ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Интервал между поверка- ми - 1 год.

1 Операции поверки

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

Таблица 1 – Операции поверки

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
3 Проверка соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик	6.4	Да	Да

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

2 Средства поверки

2.1. Стандартные образцы состава искусственной газовой смеси, содержащей инертные, постоянные газы ГСО 10768-2016 (ИП-ВНИИМ-ЭС). Конкретные содержания компонентов в стандартных образцах указаны в таблице 2. Газ-разбавитель во всех смесях – азот.

Таблица 2 – Содержание компонентов в стандартных образцах – эталонах сравнения

№ п/п	Наименование определяемого компонента	Единица измерения молярной доли компонента	Молярная доля компонента	Допускаемое отклонение	Относительная расширенная неопределенность (U)* при коэффициенте охвата k=2, %
1	Оксид углерода (CO)	млн ⁻¹	1,0	± 0,1	1,2
2	Оксид углерода (CO)	млн ⁻¹	10	± 1,0	0,6
3	Оксид углерода (CO)	млн ⁻¹	500	± 5,0	0,5
4	Оксид углерода (CO)	%	1,0	± 0,1	0,2
5	Оксид углерода (CO)	%	10,0	± 1,0	0,2
6	Диоксид углерода (CO ₂)	млн ⁻¹	15,0	± 2,0	0,6
7	Диоксид углерода (CO ₂)	%	0,2	± 0,2	0,25
8	Диоксид углерода (CO ₂)	%	1,0	± 0,1	0,2

9	Диоксид углерода (CO ₂)	%	30	± 1,0	0,07
10	Метан (CH ₄)	млн ⁻¹	500	± 20,0	0,5
11	Метан (CH ₄)	млн ⁻¹	1000	± 20	0,25
12	Метан (CH ₄)	%	2,0	± 0,2	0,25
13	Метан (CH ₄)	%	50	± 2,0	0,5
14	Метан (CH ₄)	%	90	± 1,0	0,025
15	Пропан (C ₃ H ₈)	млн ⁻¹	500	± 5,0	0,5
16	Пропан (C ₃ H ₈)	%	0,2	± 0,02	0,25
17	Пропан (C ₃ H ₈)	%	2,0	± 0,2	0,2
18	Кислород (O ₂)	%	0,25	± 0,05	0,25
19	Кислород (O ₂)	%	6,0	± 0,3	0,2
20	Кислород (O ₂)	%	23	± 0,5	0,07

Примечание: *соответствует границам относительной погрешности ($\pm \Delta_0$) при доверительной вероятности $P=0,95$.

2.2. Термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С).

2.3. Барометр-анероид М-110 или аналогичный.

Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, а газовые смеси в баллонах под давлением – действующие паспорта установленного образца.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

По письменному обращению владельца АПК периодическую поверку допускается проводить по ограниченному числу компонентов и (или) в ограниченном диапазоне измерений.

3 Требования безопасности

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

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление ($101,3 \pm 3,3$) кПа;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- напряжение переменного тока (230 ± 23) В.

5 Подготовка к поверке

5.1. Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- 1) подготавливают АПК к работе в соответствии с требованиями Руководства по эксплуатации;
- 2) проверяют наличие паспортов и сроки годности поверочных газовых смесей (далее - ПГС);
- 3) баллоны с ПГС выдерживают в помещении, в котором проводят поверку, в течение 24 ч, поверяемый АПК - в течение 2 ч;

4) подготавливают к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;

5) в соответствии с РЭ подключают к АПК баллоны с ПГС через редуктор ко входу АПК.

б) включают приточно-вытяжную вентиляцию.

6. Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено, что на корпусе АПК нет вмятин, нарушения покрытия, коррозионных пятен и других дефектов.

6.2 Опробование

Включают АПК в соответствии с РЭ и запускают программу управления прибором.

Результат опробования считается положительным, если на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором и нет сообщений об ошибках.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения (ПО)

6.3.1. Подтверждение соответствия программного обеспечения проводится в соответствии с п. 6.4.1 методики поверки 214.2.840.043-02Д «Комплексы аппаратно-программные на базе хроматографа «Хроматэк – Кристалл 5000», утвержденной ФБУ «Марийский ЦСМ» в сентябре 2014 г.

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение относительной погрешности АПК, проверка диапазонов измерений.

6.4.1.1 При определении относительной погрешности и проверке диапазонов измерений используют стандартные образцы - поверочные газовые смеси - эталоны сравнения (далее по тексту ПГС).

Определение погрешности проводится в контрольных точках диапазонов измерений (начало, середина и конец диапазона) путем поочередной подачи на вход АПК ПГС, указанных в таблице А1 Приложения А и считывании показаний с дисплея АПК для каждого ЭС.

Относительную погрешность (δ , %) в каждой контрольной точке диапазона измерений, рассчитывают по формуле 1:

$$\delta = \{(C_{\text{изм}} - C_{\text{д}}) / C_{\text{д}}\} \times 100, \% \quad (1)$$

где: $C_{\text{изм}}$ и $C_{\text{д}}$ - измеренное и действительное значения молярной доли компонента в ПГС, % (мол.д.).

Результаты испытания считают положительными, если относительная погрешность АПК в контрольных точках не превышает значений, приведенных в таблице А1 Приложения А.

7 Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, регистрируются в форме протокола согласно приложению Б.

7.2. АПК, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме. Обратная сторона свидетельства не заполняется

7.3. АПК, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель АПК и (или) на свидетельство о поверке.

Таблица А1– Предельное допускаемое значение относительной погрешности АПК в контрольных точках.

№ п/п	Наименование определяемого компонента	Единица измерения молярной доли компонента	Молярная доля компонента	Предельное допускаемое значение относительной погрешности АПК, %
1	Оксид углерода (СО)	млн ⁻¹	1,0	±5,0
2	Оксид углерода (СО)	млн ⁻¹	10	±4,0
3	Оксид углерода (СО)	млн ⁻¹	500	±1,5
4	Оксид углерода (СО)	%	1,0	±1,45
5	Оксид углерода (СО)	%	10,0	±1,04
6	Диоксид углерода (СО ₂)	млн ⁻¹	15,0	±4,0
7	Диоксид углерода (СО ₂)	%	0,2	±2,3
8	Диоксид углерода (СО ₂)	%	1,0	±1,5
9	Диоксид углерода (СО ₂)	%	30	±0,55
10	Метан (СН ₄)	млн ⁻¹	500	±3,24
11	Метан (СН ₄)	млн ⁻¹	1000	±2,5
12	Метан (СН ₄)	%	2,0	±1,4
13	Метан (СН ₄)	%	50	±0,45
14	Метан (СН ₄)	%	90	±0,1
15	Пропан (С ₃ Н ₈)	млн ⁻¹	500	±3,25
16	Пропан (С ₃ Н ₈)	%	0,2	±2,25
17	Пропан (С ₃ Н ₈)	%	2,0	±1,4
18	Кислород (О ₂)	%	0,25	±2,12
19	Кислород (О ₂)	%	6,0	±1,2
20	Кислород (О ₂)	%	23	±0,6

Протокол поверки № _____

Зав.№ _____
 Принадлежит _____
 ИНН владельца _____
 Дата выпуска _____
 Дата поверки _____

Условия поверки:

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

Проверка проведена по методике поверки

Средства поверки _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра

2. Результаты проверки соответствия ПО

3. Результаты определения относительной погрешности

Таблица Б1 - Результаты определения относительной погрешности

№ п/п	№ паспорта ГСО-ПГС	Наименование определяемого компонента	Единица измерения молярной доли компонента	Молярная доля компонента в эталоне сравнения (ГСО-ПГС)	Результат измерения молярной доли компонента	Результат определения относительной погрешности, %	Предельное допускаемое значение относительной погрешности*, %
1	451	СО	млн ⁻¹				±5,0
2	450	СО	млн ⁻¹				±4,0
3	445	СО	млн ⁻¹				±1,5
4	441	СО	%				±1,45
5	438	СО	%				±1,04
6	437	СО ₂	млн ⁻¹				±4,0
7	434	СО ₂	%				±2,3
8	432	СО ₂	%				±1,5

9	427	CO ₂	%				±0,55
10	422	CH ₄	млн ⁻¹				±3,24
11	421	CH ₄	млн ⁻¹				±2,5
12	420	CH ₄	%				±1,4
13	411	CH ₄	%				±0,45
14	410	CH ₄	%				±0,1
15	426	C ₃ H ₈	млн ⁻¹				±3,25
16	425	C ₃ H ₈	%				±2,25
17	423	C ₃ H ₈	%				±1,4
18	456	O ₂	%				±2,12
19	454	O ₂	%				±1,2
20	452	O ₂	%				±0,6

Примечание: Для номинального содержания компонента в ПГС, указанного в таблице 2. Для паспортных значений содержания компонента в ПГС, погрешность рассчитывается по формулам, приведенным в таблице 3 описания типа АПК.

Заключение _____

Поверитель _____ ФИО
(подпись)

Дата