

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
М. п. « 2 » 06 20__ г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматограф газовый Orthodyne DID 550

Методика поверки

МП-242-2105-2017

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


_____ А. В. Колобова
« ____ » _____

Разработал
Младший научный сотрудник
_____ Я. К. Чубченко

г. Санкт-Петербург

2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на хроматограф газовый Orthodyne DID 550 (далее – хроматограф), предназначенные для измерения молярной доли неона (Ne), кислорода (O₂), аргона (Ar), водорода (H₂), азота (N₂), метана (CH₄) в гелии и молярной доли неона (Ne), аргона (Ar), водорода (H₂), азота (N₂), метана (CH₄) в кислороде, и устанавливает методику его 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 выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2	Да	Да
3 Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.3	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик хроматографа	6.4	Да	Да

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

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству, метрологические и технические характеристики
6	Термогигрометр ИВА-6, мо-дификация ИВА-6Н-КП-Д, диапазон измерений температуры от 0 до плюс 60 °С, относительной влажности воздуха от 0 до 98 %, атмосферного давления от 300 до 1100 гПа
6	Секундомер электронный Счет-1М по ТС2.818.002 ТУ
6	Стандартные образцы состава газовой смеси (ГСО) по ТУ 2114-014-20810646-2014 в баллонах под давлением состава Ne-O ₂ -Ar-H ₂ -N ₂ -CH ₄ /He (ГСО 10531-2014 (ИП-М-1)) в соответствии с Таблицей 1 Приложения А.

Примечания:

- 1) все средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке;
- 2) допускается использование других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.
- 3) стандартные образцы должны иметь действующие паспорта

3 Требования безопасности

3.1 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

3.2 Концентрации вредных компонентов в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

3.3 Должны выполняться требования техники безопасности для защиты персонала от поражения электрическим током согласно классу I ГОСТ 12.2.007.0-75.

3.4 Требования техники безопасности при эксплуатации ГСО в баллонах под давлением должны соответствовать Федеральным нормам и правилам в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением (утв. Приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25 марта 2014 г. № 116)

3.5 К поверке допускаются лица, изучившие руководство по эксплуатации хроматографа и прошедшие необходимый инструктаж.

3.6 Не допускается сбрасывать газовые смеси в атмосферу рабочих помещений.

4 Условия поверки

- температура окружающей среды, °С	20 ± 5
- диапазон относительной влажности окружающей среды, %	от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа	101,3 ± 4,0
- расход газовой смеси (если не указано иное), дм ³ /мин	0,5 ± 0,1

5 Подготовка к поверке

5.1 Выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности.

5.2 Проверить наличие паспортов и сроки годности ГСО в баллонах под давлением.

5.3 Баллоны с ГСО выдерживать при температуре поверки не менее 24 ч.

5.4 Выдерживать хроматограф при температуре поверки в течение не менее 2 ч.

5.5 Подготовить хроматограф к работе в соответствии руководством по эксплуатации.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие хроматографа следующим требованиям:

- соответствие комплектности требованиям технической документацией фирмы-изготовителя;
- соответствие маркировки требованиям технической документации фирмы-изготовителя;
- отсутствие механических повреждений, влияющих на работоспособность составных частей хроматографа
- исправность органов управления и настройки;

6.1.2 Хроматограф считают выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

6.1.3 Хроматограф, не соответствующий вышеуказанным требованиям, к поверке не допускаются.

6.2 Опробование

6.2.1 При опробовании проводится проверка функционирования хроматографа.

6.2.1.1 Проверка функционирования проводится в следующем порядке:

- включить хроматограф
- выдерживать хроматограф во включенном состоянии не менее 2 минут

- по окончании времени прогрева на экране хроматографа отобразится стартовое окно программы (главный экран), при этом сообщения об ошибках должны отсутствовать (область статуса хроматографа должна быть окрашена в зеленый цвет).

- проверить функционирование органов управления хроматографа.

6.2.1.2 Результаты опробования функционирования хроматографа считают положительными, если по истечении времени на экране хроматографа отображается главный экран, при этом область статуса окрашена в зеленый цвет, и все органы управления исправны.

6.3 Подтверждение соответствия программного обеспечения

Подтверждение соответствия встроенного программного обеспечения хроматографа проводится визуально, после его включения.

Результат проверки встроенного ПО хроматографа считают положительным, если после его включения и запуске программы «Chromodyne», при последовательном выборе меню: «Maintenance» - «Info»-«About Chromodyne» на дисплее отображается информация о номере версии ПО, как показано на рисунке 1.

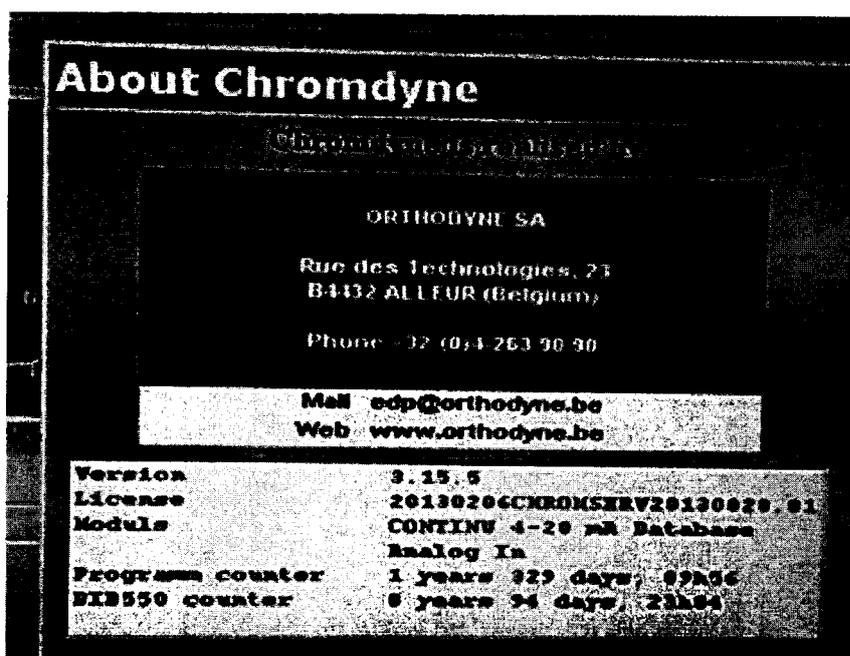


Рисунок 1 Внешний вид дисплея Хроматограф Orthodyne DID 550 при последовательном выборе меню: «Maintenance» - «Info»-«About Chromodyne»

6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение относительной погрешности хроматографа.

Определение относительной погрешности хроматографа проводят в следующем порядке:

1) На вход хроматографа подают ГС (таблица 1 приложения А) в последовательности:

- №№ 1 – 2 – 3 – при первичной и периодической поверке.

Способ подачи и расход ГС выбираются в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации на поверяемый хроматограф.

2) Фиксируют показания хроматографа.

3) Значение относительной погрешности хроматографа, δ_i , %, рассчитывают по формуле

$$\delta_i = \frac{x_i - x_i^*}{x_i^*} \cdot 100 \quad (1)$$

где X_i - показания хроматографа при подаче i -й ГС, % мол.;
 X_i^d - действительное значение молярной доли определяемого компонента в i -й ГС, указанное в паспорте %.

Результат определения погрешности считают положительными, если относительная погрешность хроматографа во всех точках поверки не превышает пределов допускаемой относительной погрешности (таблица Б.1 Приложения Б).

7 Оформление результатов поверки

7.1 При проведении поверки оформляют протокол поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки приведена в Приложении В.

7.2 Хроматограф, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению, делают соответствующую отметку в паспорте (при первичной поверке) и/или выдают свидетельство о поверке (при периодической поверке) согласно Порядку проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке, утверждённому Приказом Минпромторга России № 1815 от 02 июля 2015 г (далее – Порядок) Обратная сторона свидетельства не заполняется.

7.3 При отрицательных результатах хроматограф не допускают к применению и направляют в ремонт. В технической документации хроматографа делают отметку о непригодности, выдают извещение установленной формы согласно Порядку и аннулируют свидетельство о поверке.

7.4 Знак поверки в виде голографической наклейки наносится на лицевую панель корпуса хроматографа и (или) на свидетельство о поверке.

Приложение А
(обязательное)
Перечень газовых смесей, используемых при поверке

Таблица 1. - Технические характеристики СО состава Ne- H₂-O₂-N₂-Ar-CH₄/He для определения метрологических характеристик хроматографа газового Orthodyne DID 550.

Компонентный состав измеряемых смесей	Номинальное значение молярной доли компонента в ГСО и пределы допускаемого отклонения, млн ⁻¹			Относительная погрешность*, %	Номер ГСО
	ГС №1	ГС №2	ГС №3		
Ne	0,30 ± 0,15			2,5	10531-2014 (ИП-М-1)
H ₂	0,10 ± 0,05			10	
O ₂	0,10 ± 0,05			10	
N ₂	0,10 ± 0,05			10	
Ar	0,10 ± 0,05			10	
CH ₄	0,10 ± 0,05			10	
He	остальное				
Ne		5,0 ± 1,0		4	
H ₂		16 ± 1,6		2,5	
O ₂		19 ± 2		2,5	
N ₂		23 ± 2,3		2,5	
Ar		6,0 ± 1,2		4	
CH ₄		10 ± 2		2,5	
He		остальное			
Ne			9,0 ± 1,8	4	
H ₂			28 ± 2,8	2,5	
O ₂			35 ± 3	2,5	
N ₂			43 ± 4	2,5	
Ar			13 ± 1,3	2,5	
CH ₄			18 ± 1,8	2,5	
He			остальное		

*-соответствует относительной расширенной неопределенности (U) при коэффициенте охвата k=2

Приложение Б
(обязательное)

Диапазон измерений и предел допускаемой основной погрешности хроматографа газового Orthodyne DID 550

Компонентный состав	Диапазон измерений молярной доли компонента, млн ⁻¹	Пределы допускаемой относительной погрешности **, ± δ ₀ , %
Ne/He (O ₂)	от 0,10 до 10	28
H ₂ /He (O ₂)	от 0,05 до 32	25-0,31·X*
O ₂ /He	от 0,05 до 38	25-0,26·X*
N ₂ /He (O ₂)	от 0,05 до 46	25-0,22·X*
Ar/He (O ₂)	от 0,05 до 13	25-0,77·X*
CH ₄ /He (O ₂)	от 0,05 до 21	25-0,48·X*

* где X-безразмерная величина –отношение текущего значения измеряемой величины (млн⁻¹) к единице измерений (млн⁻¹)
**-соответствует относительной расширенной неопределенности (U) при коэффициенте охвата k=2