

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"  
(ФГБУ "ВНИИМС")

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора  
по производственной метрологии  
ФГБУ "ВНИИМС"

А.Е. Коломин

" 23 " сентября 2024 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы газовые промышленные MGC5000  
Методика поверки

МП 205-24-2024

г. Москва  
2024 г.

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые промышленные MGC5000 (далее – хроматографы) производства Meishan Makeonline Device Co., Ltd, КНР и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается применением ГСО:

- к единице молярной (объемной) доли в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2315 от 31.12.2020 г., ГЭТ 154-2019 «Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах».

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

## 2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции при		
		выпуске из производства	выпуске из ремонта	периодической поверке
Внешний осмотр	7	Да	Да	Да
Подготовка к поверке	8	Да	Да	Да
Проверка программного обеспечения	9	Да	Да	Да
Опробование:	10			
- определение уровня флюктуационных шумов нулевого сигнала	10.1-10.4	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение предела детектирования	10.5	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	11			
- определение относительного СКО выходного сигнала	11.1	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение изменения выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы <sup>2)</sup>	11.2	Нет	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение показателей точности результатов измерений	11.3	Нет	Нет	Да <sup>3)</sup>
Оформление результатов поверки	12	Да	Да	Да
Примечания:				
1) При отсутствии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.				
2) Время непрерывной работы допускается уменьшать при соответствующем обосновании.				
3) При наличии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.				

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Поверка по отдельному измерительному каналу (детектору) в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведе-

ния поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», проводится на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении первичной поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от 15 до 25;
  - относительная влажность, %; от 30 до 80;
  - атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

3.2 При проведении периодической поверки температура окружающей среды в месте установки хроматографа должна быть от минус 10 °С до плюс 40 °С, значения атмосферного давления и относительной влажности по п. 3.1.

#### 4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

4.2 При выполнении операций поверки допускается участие сервис-инженера изгото-вителя, его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего хроматограф, под контролем поверителя.

## 5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от минус 10 °C до плюс 40 °C с абсолютной погрешностью не более <math>\pm 1</math> °C (в диапазоне от 0 °C до плюс 40 °C) и <math>\pm 1,5</math> °C в остальном диапазоне.</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более <math>\pm 3</math> %.</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более <math>\pm 3</math> кПа.</p>	<p>Прибор комбинированный TESTO мод. 608-H1, рег. № 53505-13</p> <p>Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76</p>
10; 11	<p>Стандартные образцы, соответствующие требованиям к рабочим эталонам 2-го разряда по ГПС для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2315 от 31.12.2020 г.:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- ГСО состава искусственной газовой смеси на основе углеводородных газов, объемная доля дропана от 0,1 % до 0,3 %</li> </ul>	ГСО 10541-2014

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	- ГСО состава искусственной газовой смеси на основе серосодержащих газов, объемная доля сероводорода от 0,002 % до 0,05 % - ГСО состава искусственной газовой смеси на основе химически активных газов (азот в гелии или водороде), объемная доля азота от 1 % до 3 %	ГСО 10538-2014 ГСО 10547-2014
Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и поверенные средства измерений, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице, и обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.		

## **6 ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

6.1 Поверку хроматографов проводят с соблюдением условий безопасной работы в соответствии с требованиями эксплуатационной документации и следующих документов:

- ГОСТ 31610.17-2012. Электрооборудование для взрывоопасных газовых сред. Часть 17. Проверка и техническое обслуживание электроустановок во взрывоопасных зонах (кроме подземных выработок);

- правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением, утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 г. N 536.

6.2 Все составные части хроматографа, имеющие силовые цепи, должны быть заземлены.

6.3 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.

## **7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР**

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографов требованиям эксплуатационной документации;  
- исправность механизмов и крепежных соединений;  
- четкость маркировки.

7.2 Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

## **8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.2 Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации.

8.3 Средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

8.4 Проверяют наличие сведений о поверке и/или паспортов на средства поверки.

8.5 Перед началом поверки выполняют все необходимые по обеспечению безопасного проведения работ операции.

8.6 Условия поверки должны соответствовать разделу 3.

8.7 Проводят опробование хроматографа, включая питание и запуская управляющее программное обеспечение на компьютере. Хроматограф считается прошедшим опробование, если после включения питания отсутствуют сообщения о неисправности и устанавливается соединение ПО с хроматографом.

8.8 При наличии аттестованной методики измерений по ГОСТ Р 8.563-2009 подготовительные работы проводят в соответствии с требованиями методики о подготовке к проведению измерений.

## 9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО хроматографа версии ПО, указанной в описании типа. В главном меню необходимо перейти во вкладку «HOME» - «Information» («Домашняя страница» - «Основная информация»). Первая строка будет отображать «Device Name - Makeonline Gas Chromatograph», где «Makeonline Gas Chromatograph» – идентификационное наименование ПО, а третья строка «Version – Version X.X.X.X Copyright (C) Makeonline 2023», где «Version X.X.X.X» - номер версии ПО. Значения «X.X.X.X» являются переменными и могут меняться при усовершенствовании программы.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Makeonline Gas Chromatograph
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	3.2.1.15

## 10 ОПРОБОВАНИЕ

10.1 При опробовании определяют уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала и предел детектирования для каждого детектора.

10.2 Все подключения, задание режимов работы при этой и последующих проверках выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

10.3 При наличии аттестованной методики измерений по ГОСТ Р 8.563-2009 режимы поверки должны соответствовать требованиям раздела о порядке проведения измерений по методике.

10.4 Уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на режим.

Уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого (без ввода пробы) сигнала с периодом не более 20 с.

10.5 Для определения предела детектирования каждого детектора вводят в хроматограф не менее шести раз соответствующую контрольную смесь (таблица 4). Объем газовой пробы от 0,001 до 2 см<sup>3</sup>.

Определение предела детектирования допускается совмещать с определением СКО.

Таблица 4 - Контрольные смеси

Детектор	Контрольная смесь, об. доля, %
ПИД	Пропан в гелии (азоте), от 0,1 до 0,3
ДТП	Азот в гелии (водороде), от 1 до 3
ПФД	Сероводород в азоте, от 0,002 до 0,05

Пределы детектирования рассчитывают

- для ПИД в г/с – по формуле

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S}} \quad (1)$$

- для ПФД в гS/с – по формуле

$$C_{\min} = k \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S}} \quad (2)$$

- для ДТП в г/см<sup>3</sup> – по формуле

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{\text{ен}}} \quad (3)$$

где  $G$  – масса контрольного компонента, г;

$\Delta_x$  – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В

$\bar{S}$  – среднее арифметическое значение площади пика, В·с;

$k$  – массовая доля серы в контрольном веществе (для сероводорода  $k=0,941$ );

$V_{\text{ен}}$  – расход газа-носителя, см<sup>3</sup>/с.

Массу контрольного компонента ( $G$ ) рассчитывают по формуле:

$$G = V_{\text{ен}} \cdot \frac{0,01 \cdot P \cdot M \cdot C_{\text{ен}}}{R \cdot (t + 273)},$$

где  $V_{\text{ен}}$  – объем газовой пробы, см<sup>3</sup>;

$P$  – атмосферное давление, Па;

$M$  – молярная масса (для пропана  $M = 44$  г/моль, для сероводорода  $M = 34$  г/моль, для азота  $M = 28$  г/моль);

$C_{\text{ен}}$  – объемная доля контрольного вещества в газовой смеси, %;

$R$  – газовая постоянная,  $R = 8,3 \cdot 10^6 \frac{\text{Па} \cdot \text{см}^3}{\text{моль} \cdot \text{град}}$ ;

$t$  – температура окружающей среды, °С.

10.6 Полученные значения пределов детектирования не должны превышать значений, приведенных ниже:

ДТП  $1 \cdot 10^{-8}$  г/см<sup>3</sup>;

ПИД  $5 \cdot 10^{-11}$  г/с;

ПФД  $5 \cdot 10^{-11}$  гS/с.

## 11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Относительное СКО выходного сигнала определяют, используя контрольные смеси, приведенные в таблице 4. Проверку допускается совмещать с определением предела детектирования.

В хроматограф вводят пробу не менее 6 раз. Регистрируют значения выходного сигнала (по площади пика) ( $X_i$ ), находят их среднее арифметическое значение ( $\bar{X}$ ).

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (4)$$

где  $n$  – число измерений.

Значение СКО для каждого детектора ( $\sigma_{\text{в}}$ ) рассчитывают по формуле

$$\sigma_e = \frac{100}{\bar{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала (по площади пика), %, не должны превышать значений, приведенных ниже:

ПИД	1 %;
ДТП	1 %;
ПФД	3 %.

11.2 Определение относительного изменения выходного сигнала хроматографа (по площади пика) за 48 ч непрерывной работы проводят следующим образом.

Выполняют операции по п. 11.1 и определяют средние арифметические значения выходного сигнала ( $\bar{X}$ ). Контрольную смесь вводят не менее шести ( $n$ ) раз.

Через 48 ч непрерывной работы хроматографа снова проводят измерения по п. 11.1 и определяют среднее арифметическое значение выходного сигнала хроматографа  $\bar{X}_t$ .

Относительное изменение выходного сигнала  $\delta_t$ , %, за 48 ч непрерывной работы хроматографа определяют по формуле

$$\delta_t = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (6)$$

Полученные значения относительного изменения выходного сигнала  $\delta_t$  за 48 ч непрерывной работы хроматографа (по площади пика) должны находиться в пределах  $\pm 4\%$ .

11.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-09, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

Для хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-09, показатели точности результатов измерений должны соответствовать нормативам, регламентированным в НД на МИ.

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

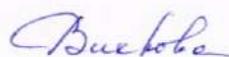
12.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Положительные результаты поверки вносят в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (по запросу владельца или лица, представившего СИ на поверку, выдают свидетельство о поверке) в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

12.3 Отрицательные результаты поверки с указанием причин непригодности вносят в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (по запросу владельца или лица, представившего СИ на поверку, выдают извещение о непригодности) в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

12.4 Знак поверки наносят на свидетельство о поверке (при его оформлении). Нанесение знака поверки на СИ не предусмотрено.

Заместитель начальника отдела ФГБУ «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Инженер 1 категории ФГБУ «ВНИИМС»



Т.О. Никифоров