



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора

С.А. Денисенко

М.п.



« 30 » 06 2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы газовые промышленные PGC-80Plus

Методика поверки

РТ-МП-07-205-2025

г. Москва
2025 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые промышленные PGC-80Plus (далее – хроматографы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Прослеживаемость поверяемого СИ реализуется посредством применения ГСО к единице молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах, в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 154-2019.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки - косвенный.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, не более:	
- ДТП, В	$1 \cdot 10^{-4}$
- ПИД, А	$1 \cdot 10^{-13}$
- ПФД, А	$1 \cdot 10^{-11}$
- ЭЗД, Гц	2,5
- ПЭД, В	$5 \cdot 10^{-6}$
Предел детектирования, не более:	
- ДТП по пропану (C_3H_8), г/см ³	$1 \cdot 10^{-10}$
- ПИД по пропану (C_3H_8), г/с	$1 \cdot 10^{-14}$
- ПФД по сероводороду (H_2S), гS/с	$1 \cdot 10^{-12}$
- ЭЗД по трихлорметану ($CHCl_3$), г/с	$1 \cdot 10^{-14}$
- ПЭД по водороду (H_2), г/с	$1 \cdot 10^{-15}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала (площади пика), %:	
- ДТП по пропану (C_3H_8)	1
- ПИД по пропану (C_3H_8)	1
- ПФД по сероводороду (H_2S)	1
- ЭЗД по трихлорметану ($CHCl_3$)	1
- ПЭД по водороду (H_2)	1
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 48 часов непрерывной работы, %	± 3

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Контроль условий поверки	Да	Да	8.1
Подготовка к поверке	Да	Да	8.2
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция
	первичной поверке	периодической поверке	
Опробование средства измерений: - определение уровня флюктуационных шумов нулевого сигнала - определение предела детектирования	Да	Да	10.2
	Да	Да	10.3
Определение метрологических характеристик средства измерений: - определение относительного среднего квадратичного отклонения (далее - СКО) выходного сигнала (площади пика) - определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 48 ч непрерывной работы	Да	Да	11.1
	Да	Да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	12
Оформление результатов поверки	Да	Да	13

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 № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения 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.

Информация об объеме проведенной поверки передается в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФОЕИ).

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдаются следующие условия:

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

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются сотрудники юридического лица или индивидуальные предприниматели, аккредитованные в соответствии с Федеральным Законом РФ от 28.12.2013 г. № 412-ФЗ на проведение поверки средств измерений.

4.2 Специалист, осуществляющий поверку, должен изучить настоящую методику поверки, ознакомиться с эксплуатационной документацией (далее – ЭД) на поверяемое средство измерений.

4.3 К операциям, выполняемым непосредственно с хроматографом по месту эксплуатации (включение, управление, подключение и переключение коммуникаций, подключение баллонов с ПГС и прочее), допускаются сервис-инженеры или операторы, обслуживающие СИ и имеющие допуск к выполнению работ, под непосредственным контролем поверителя.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Номер раздела (пункта) методики	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8, 10-11	Средства измерений температуры в диапазоне от плюс 15 °C до плюс 25 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 1 °C; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа	Прибор комбинированный TESTO мод. 622, рег. № 53505-13 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
10-11	ГСО состава пропана в водороде или в азоте не ниже 2 разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, объёмная доля пропана от 0,1 до 0,3 %	ГСО 12340-2023
	ГСО состава пропана в водороде или в азоте не ниже 2 разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, объёмная доля пропана от 1 до 3 %	ГСО 12340-2023
	ГСО состава сероводорода в азоте не ниже 2 разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, объёмная доля сероводорода от 0,002 до 0,05 %	ГСО 12337-2023
	ГСО состава водорода в гелии не ниже 2 разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, объёмная доля водорода от 0,05 до 0,5 %	ГСО 12343-2023
	ГСО состава трихлорметана в азоте не ниже 2 разряда по ГПС, утвержденной приказом Росстандарта от 31 декабря 2020 г. № 2315, объёмная доля трихлорметана от $0,5 \cdot 10^{-4}$ до	ГСО 12110-2023

Номер раздела (пункта) методики	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	$1 \cdot 10^{-3} \%$ (от 0,5 до 10 млн^{-1})	

Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и поверенные средства измерений, стандартные образцы утвержденного типа с действующими паспортами, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 Поверку хроматографов проводят с соблюдением условий безопасной работы в соответствии с требованиями эксплуатационной документации и правилами промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением, утвержденными 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. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где будет проходить поверка средств измерений, проводят контроль условий окружающей среды: определяют температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля окружающей среды фиксируют в протоколе поверки.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.2.1 Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее РЭ).

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

8.2.3 Проверяют наличие сведений о поверке и паспортов на средства поверки.

8.2.4 Перед началом поверки включают приточно-вытяжную вентиляцию и выполняют другие требуемые операции по обеспечению безопасного проведения работ.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

9.1 Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО хроматографа версии ПО, указанной в описании типа. В главном меню переходят во

вкладку «Версия», в открывшемся окне будут отображаться идентификационное наименование ПО и номер версии.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	PGC.HMIE
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	7.3.0

9.2 Результаты операции поверки считаются положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

10.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Все подключения, задание режимов работы при этой и последующих проверках выполняют в соответствии с РЭ хроматографа.

Режим работы хроматографа задают согласно таблице 5.

Таблица 5 - Режимы поверки

Детектор	Наименование параметров	Значения параметров
ПИД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора	90 ± 10 150 ± 10
	Расход газа-носителя, см ³ /мин	30 ± 10
ДТП	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора	90 ± 10 160 ± 10
	Расход газа-носителя, см ³ /мин	50 ± 10
ПФД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора	90 ± 10 150 ± 10
	Расход газа-носителя, см ³ /мин	20 ± 5
ЭЗД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора	120 ± 10 250 ± 10
	Расход газа-носителя, см ³ /мин	40 ± 5
ПЭД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора	40 ± 10 25 ± 5
	Расход газа-носителя, см ³ /мин	15 ± 5

Примечание – Расходы вспомогательных газов (воздух, водород, поддув газа-носителя) задают в соответствии с РЭ хроматографа для соответствующих детекторов.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на режим.

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

Значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала Δ'_x детекторов ДТП, ПИД, ПФД, ЭЗД и ПЭД рассчитывают по формуле (1)

$$\Delta'_x = \frac{\Delta_x}{K_{np}}, \quad (1)$$

где Δ_x – максимальное значение амплитуды регулярно повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора, В (А, Гц). Колебания, имеющие характер одиночных импульсов длительностью не более 1 с, не учитывают;

K_{np} – коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала в соответствии с эксплуатационной документацией на хроматограф.

Полученные значения уровня флюктуационных шумов нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

10.3 Определение предела детектирования

Для определения предела детектирования каждого детектора вводят в хроматограф не менее шести раз соответствующую контрольную смесь (таблица 6). Объем газовой пробы – от 0,001 до 2 см³.

Режимы поверки - в соответствии с таблицей 5.

Определение предела детектирования допускается совмещать с определением относительного среднеквадратичного отклонения (ОСКО) выходного сигнала (площади пика).

Таблица 6 - Контрольные смеси

Детектор	Контрольная смесь
ДТП	Объёмная доля пропана от 1 % до 3 % в водороде или в азоте
ПИД	Объёмная доля пропана от 0,1 % до 0,3 % в водороде или в азоте
ПФД	Объёмная доля сероводорода от 0,002 % до 0,05 % в азоте
ЭЗД	Объёмная доля трихлорметана от $0,5 \cdot 10^{-4}$ % до $1 \cdot 10^{-3}$ % в азоте
ПЭД	Объёмная доля водорода от 0,05 % до 0,5 % в гелии

Предел детектирования рассчитывают по формулам (2-4)

- для ПИД, ПЭД, ЭЗД в г/с – по формуле

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

- для ПФД (по сере) в гS/c – по формуле

$$C_{\min} = k \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S}}, \quad (3)$$

где k – массовая доля серы в H₂S (сероводороде);

$k = 0,941$

- для ДТП в г/см³ – по формуле

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{\text{ен}}}, \quad (4)$$

где G – масса вещества, г;

$V_{\text{ен}}$ – скорость газа-носителя, см³/с;

\bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика, измеряют в условных единицах, либо в мВ·с или рА·с;

Δx – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, измеряют в условных единицах, либо в мВ или рА.

Массу контрольного компонента (G) рассчитывают по формуле (5)

$$G = V_e \frac{0,01 \cdot P \cdot M \cdot C_e}{R \cdot (t + 273)}, \quad (5)$$

где V_e – объем газовой пробы, см³;

P – атмосферное давление, Па;

M – молярная масса пропана $M = 44$ г/моль; сероводорода $M = 34$ г/моль; водорода $M = 2$ г/моль; трихлорметана $M = 119,38$ г/моль;

C_e – 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.

Полученные значения предела детектирования не должны превышать значений, указанных в таблице 1.

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения (СКО) выходного сигнала (площади пика) хроматографа с детекторами ДТП, ПИД, ПФД, ПЭД, ЭЗД

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Режимные параметры хроматографа должны соответствовать указанным в таблице 5. Проверку допускается совмещать с определением предела детектирования.

В хроматограф вводят контрольную смесь не менее 6 раз в соответствии с таблицей 6 для каждого детектора. Регистрируют значения выходного сигнала (площади пика) X_i , рассчитывают их среднее арифметическое значение (\bar{X}).

11.2 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 48 ч непрерывной работы

Через 48 ч непрерывной работы хроматографа проводят измерения по 11.1 и определяют \bar{X} – среднее значение выходного сигнала (площади пика).

12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

12.1 Относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика) для каждого детектора (σ) рассчитывают по формуле (6)

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где n – число измерений.

Результаты операции поверки считаю положительными, если значения относительного среднеквадратического отклонения (СКО) выходного сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 1.

12.2 Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 48 ч непрерывной работы хроматографа (δ_t) определяют по формуле (7)

$$\delta_t = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (7)$$

Результаты операции поверки считают положительными, если полученные значения относительного изменения выходного сигнала (площади пика) δ_t за 48 ч непрерывной работы хроматографа не превышают значений, приведенных в таблице 1.

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

13.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

13.2 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

При положительных результатах поверки допускается оформление свидетельства о поверке в случаях, предусмотренных действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

13.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин непригодности по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

13.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальник отдела ФГБУ «НИЦ ПМ - Ростест»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГБУ «НИЦ ПМ - Ростест», к.х.н.



О.Л. Рутенберг