

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
 А.Н. Пронин
«09» апреля 2026 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы потоковые газовые промышленные PGC9301

Методика поверки

МП 242-2642-2026

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

 А.В. Колобова

Разработал:
Руководитель сектора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Т.А. Попова

Санкт-Петербург
2026 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы потоковые газовые промышленные PGC9301 (далее – хроматографы).

Хроматографы предназначены для непрерывных автоматических измерений содержания органических и неорганических веществ в газовых смесях, включая природный газ и продукты его переработки.

Настоящая методика поверки (далее – МП) устанавливает методы и средства первичной и периодической поверки хроматографов.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого хроматографа к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 (далее – ГЭТ 154-2019) выполняются путём применения стандартных образцов (СО) состава газовых смесей в баллонах под давлением, соответствующих Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2315 от 31.12.2020.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенное измерение поверяемым СИ величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Настоящей МП допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов (детекторов) из состава хроматографа. При замене в процессе эксплуатации одного из детекторов, хроматограф проходит периодическую поверку в соответствии с требованиями настоящей МП.

Примечание – При работе по МП целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при работе с МП следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Перечень операций поверки

№ п/п	Наименование операции	Обязательность проведения операций		Номер раздела (пункта) методики, в соответствии с которым выполняется операция поверки
		первичная поверка	периодическая поверка	
1	Внешний осмотр	Да	Да	7
2	Подготовка к поверке и опробование хроматографа	Да	Да	8
3	Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
4	Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия хроматографа метрологическим требованиям:			10
	– определение предела детектирования	Да	Да	10.1
	– определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	Да	Да	10.2
	– определение относительного изменения выходного сигнала за 24 ч непрерывной работы хроматографа	Да	Да	10.3

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка хроматографа прекращается, и он признается прошедшим поверку с отрицательным результатом.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от +15 °С до +25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа;
- относительная влажность воздуха не более 80 %.

3.2 При проведении поверки должны соблюдаться требования к условиям работ в соответствии с руководством по эксплуатации.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 Поверка хроматографа осуществляется поверителем, изучившим МП, эксплуатационную документацию на хроматограф, эксплуатационную документацию на средства поверки.

4.2 При выполнении операций поверки допускается участие сервис-инженера изготовителя, его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего хроматограф, под контролем поверителя, в части:

- подключения газовых смесей;
- подключения аналитического компьютера GC 9300 к измерительному блоку PGC9301-1 и задания режимов работы хроматографа;
- снятия текущих показаний хроматографа.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 Основные средства поверки, вспомогательное оборудование, другие технические средства поверки и нормативные документы приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Метрологические и технические требования средств поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8 Подготовка к поверке и опробование хроматографа	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более 0,4 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 30 % до 80 % с погрешностью не более 3 %; Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 80 до 106 кПа с абсолютной погрешностью не более 5 %.	Прибор комбинированный Testo-622, регистрационный номер СИ в ФИФ 53505-13
10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия хроматографа метрологическим требованиям	Стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением 1-го и 2-го разряда 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 от 31.12.2020 г № 2315. В качестве газов-разбавителей должны использоваться: метан газообразный с содержанием основного компонента не менее 99,9 % по ТУ 51-841-87 и гелий газообразный (сжатый) марки 5.0 по ТУ 0271-001-45905715-02 Средства измерений длительности интервалов времени и воспроизведения двадцати четырех часовой шкалы времени	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе углеводородных газов ГСО 12339-2023. Состав и метрологические характеристики поверочных газовых смесей указаны в таблице А.1 Приложения А к данной МП. Электронные или механические часы бытового назначения

5.2 Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в установленном порядке и удовлетворяющих метрологическим требованиям, указанным в таблице 2.

5.3 При поверке хроматографа допускается использовать стандартные образцы утвержденного типа - двухкомпонентные или многокомпонентные газовые смеси, имеющие метрологические характеристики не хуже указанных в таблице А.1 приложения А к данной МП.

5.4 Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке, а газовые смеси и чистые газы в баллонах под давлением – иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие требования:

- помещение должно быть оборудовано вентиляцией. Во время проведения поверки вентиляция должна работать;
- в помещении запрещается пользоваться открытым огнем и курить;
- требования безопасности должны соответствовать эксплуатационной документации изготовителя на хроматографы.

6.2 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением необходимо соблюдать Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида блоков хроматографа описанию типа;
- соблюдение требований по защите хроматографа от несанкционированного доступа, указанных в описании типа;
- отсутствие внешних механических повреждений (сколов, царапин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность хроматографа;
- правильность установки хроматографа согласно эксплуатационной документации;
- соответствие комплектности хроматографа согласно эксплуатационной документации на него;
- правильность подключения технологических газов и соответствие их характеристик требованиям по чистоте;
- четкость маркировки хроматографа согласно эксплуатационной документации на него.

Примечание – Проверку комплектности хроматографа проводят только при первичной проверке при выпуске из производства.

Результаты внешнего осмотра хроматографа считают положительными, если они соответствуют перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ ХРОМАТОГРАФА

8.1 Подготовка к проверке

При подготовке к проверке необходимо провести следующие операции:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- выдержать хроматограф и баллоны с поверочными газовыми смесями при температуре поверки не менее 24 ч;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;
- ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф, описанием программного обеспечения (далее – ПО) и МП;
- обеспечить условия проведения поверки согласно п. 3 МП;
- проверить, что хроматограф подготовлен к работе согласно указаниям руководства по эксплуатации.
- проверить герметичность газовых коммуникаций в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

Все подключения и выбор режимов работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.2 Опробование

8.2.1 Опробование следует проводить в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на хроматограф.

8.2.2 Опробование (самотестирование прибора) хроматографа проводится в автоматическом режиме после включения питания измерительного блока PGC9301-1 и аналитического компьютера GC 9300 и загрузки ПО.

Если на панели включены светодиоды «Alarm» и «Warning», следует квити́ровать ошибки согласно эксплуатационной документации.

8.2.3 Результаты опробования хроматографа считают положительными, если на передней панели аналитического компьютера GC 9300 светодиоды «Alarm» и «Warning» не мигают, а статус обозначен как «READY» (рисунок 1).

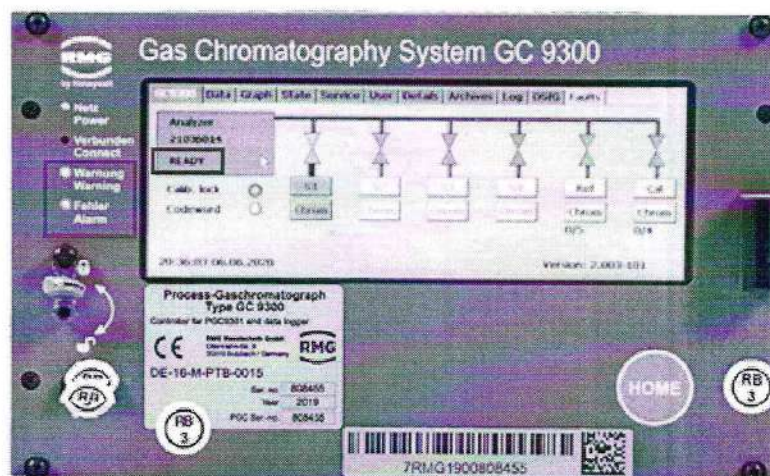


Рисунок 1 – Внешний вид передней панели аналитического компьютера GC 9300

9 ПРОВЕРКА ПО

9.1 Проверку ПО хроматографа следует проводить по идентификационным данным для встроенного и автономного ПО, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Встроенное ПО	
Идентификационное наименование ПО	отсутствует
Номер версии (Software version)	2.009
Контрольная сумма (Software CRC-32)	520127FE
Автономное ПО	
Название	RMGViewGC2.0
Название исполняемого файла	RMGViewGC.exe
Размер исполняемого файла, байт	5 605 888
Версия файла	2.0.0.15

9.2 Для идентификации встроенного ПО необходимо с помощью стилуса перейти на сенсорном экране аналитического компьютера GC 9300 во вкладку «Details», в левом фрейме экрана выбрать координату 30 «Nameplate» и в правом фрейме экрана считать следующие значения, рисунок 2.

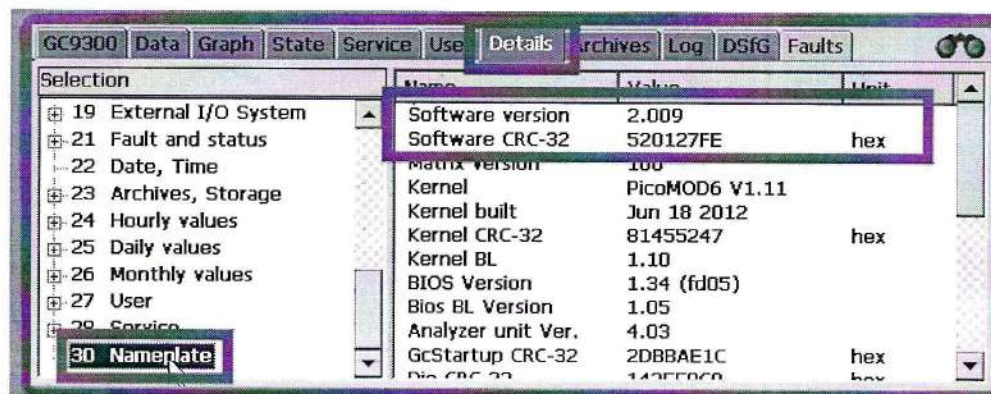


Рисунок 2 – Считывание идентификационных данных встроенного ПО на экране аналитического компьютера GC 9300

9.3 Для идентификации автономного ПО на компьютере оператора нужно найти папку с установленным в ней ПО RMGViewGC. Средствами Проводника Windows (Windows Explorer) открыть окно свойств исполняемого файла RMGView.exe и на вкладке «Общие» считать размер файла в байт (см. рис. 3), а на вкладке «Подробно» - название продукта и версию файла.

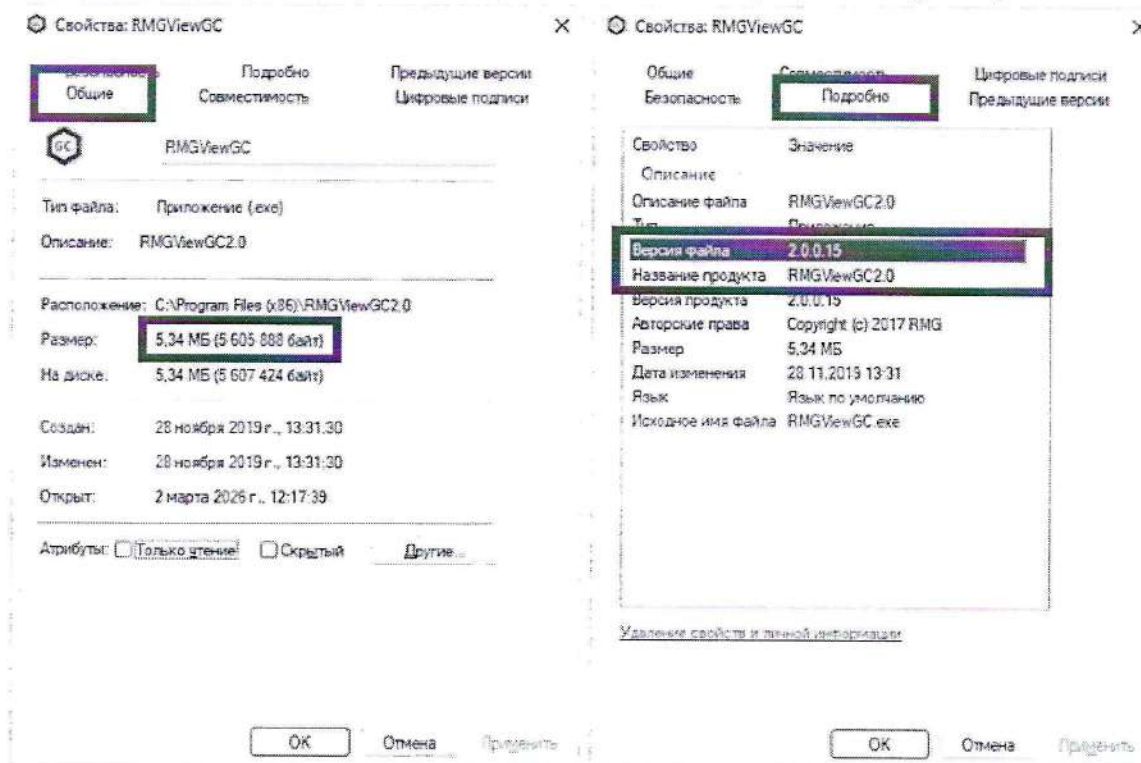


Рисунок 3 – Считывание идентификационных данных автономного ПО на экране аналитического компьютера GC 9300

9.4 Результаты проверки ПО хроматографа считают положительными, если данные встроенного ПО в координате 30 «Nameplate» на экране аналитического компьютера GC 9300 и данные автономного ПО в окне свойств исполняемого файла RMGViewGC на экране персонального компьютера соответствуют данным, приведенным в таблице 3.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ ХРОМАТОГРАФА МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Определение предела детектирования

Определение предела детектирования проводят для контрольных компонентов: азот, пропан и н-бутан.

На вход хроматографа подают СО.

При проверке детектора канала А используют газовую смесь состава: азот в метане или гелии, канала В - газовую смесь состава пропан/ н-бутан в метане.

Примечание – После подсоединения баллона с СО продувают линию подводящих трубок газом. Продувку проводят в течение не менее 1 минуты с расходом от 25 до 120 см³/мин, который контролируют по индикатору расхода, установленному на хроматографе.

СО вводят не менее 11 раз, регистрируют каждую хроматограмму и фиксируют значения выходного сигнала (площадь пика) контрольных компонентов. Значение выходного сигнала первой хроматограммы отбрасывают.

Предел детектирования детектора (C_{min}), молярная доля, млн⁻¹, рассчитывают по формуле:

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta \cdot T \cdot x_i}{\bar{S} \cdot 60}, \quad (1)$$

где x_i - молярная доля i -го контрольного компонента в СО, млн⁻¹ (ppm);

$\bar{S}$ - среднее арифметическое значение площади пика, нВ, мин;

Δ - значение уровня флуктуационных шумов сигнала принимают равным 50 нВ;

T - среднее арифметическое значение ширины пика на половине высоты, с.

Результаты определения предела детектирования для хроматографа считают положительными, если полученное значение для каждого компонента не превышает значений, указанных в таблице 4.

10.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала
На вход хроматографа подают СО.

При проверке детектора канала А используют газовую смесь состава: азот в метане или гелии, канала В - газовую смесь состава пропан/ н-бутан в метане.

Примечание — После подсоединения баллона с газообразным СО продувают линию подводящих трубок газом. Продувку проводят в течение не менее 1 минуты с расходом от 25 до 120 см³/мин, который контролируют по индикатору расхода, установленному на хроматографе.

СО вводят не менее 11 раз, регистрируют каждую хроматограмму и фиксируют значения выходного сигнала (площадь пика) при каждом n -ом измерении, S_n . Значение выходного сигнала первой хроматограммы отбрасывают.

Вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала (площадь пика), $\bar{S}$, нВ·мин.

Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала (площадь пика), σ , %, рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{S} - S_n)^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где n — число измерений.

Примечание — Допускается определение ОСКО сигнала совмещать с определением изменения выходного сигнала за 24 ч. непрерывной работы хроматографа

Результаты определения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа считают положительными, если полученное значение σ , %, для каждого компонента не превышает значения, указанного в таблице 4.

10.3 Определение относительного изменения выходного сигнала за 24 ч непрерывной работы хроматографа

На вход хроматографа подают СО.

При проверке детектора канала А используют газовую смесь состава: азот в метане или гелии, канала В - газовую смесь состава пропан/ н-бутан в метане.

Примечание — После подсоединения баллона с газообразным СО продувают линию подводящих трубок газом. Продувку проводят в течение не менее 1 минуты с расходом от 25 до 120 см³/мин по индикатору расхода, установленному на хроматографе.

СО вводят не менее 11 раз, регистрируют каждую хроматограмму и фиксируют значения выходного сигнала (площадь пика). Значение выходного сигнала первой хроматограммы отбрасывают. Вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала $\bar{S}_1$, нВ·мин.

Примечание – Допускается при определении относительного изменения выходного сигнала за 24 ч непрерывной работы хроматографа использовать результаты, полученные при определении ОСКО хроматографа по п. 10.2 данной МП

Через 24 ч непрерывной работы хроматографа измерения повторяют, фиксируют значения выходного сигнала, проверяют полученные сигналы на соответствие требованиям по значению ОСКО согласно нормативам таблицы 4. В случае положительных результатов проверки вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала $\bar{S}_{24}$, нВ·мин.

Относительное изменение выходного сигнала (площадь пика) за 24 ч непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\nu_{24} = \frac{|\bar{S}_1 - \bar{S}_{24}|}{\bar{S}_{24}} \cdot 100. \quad (3)$$

Результаты определения относительного изменения выходного сигнала хроматографа за 24 ч непрерывной работы считают положительными, если полученное значение относительного изменения выходного сигнала (площадь пика) за 24 ч не превышает значения, указанного в таблице 4.

Таблица 4 – Метрологические характеристики хроматографа

Наименование характеристики	Значение
Предел детектирования по азоту, пропану и н-бутану, молярная доля, млн ⁻¹ , не более	5
Относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала (площадь пика) по азоту, пропану и н-бутану, %, не более	1,25
Относительное изменение выходного сигнала (площадь пика) за 24 часа непрерывной работы по азоту, пропану и н-бутану, %, не более	2,5

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 При проведении поверки составляется протокол в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку, с обязательным указанием в протоколе информации об объеме проведения поверки.

11.2 Сведения о результатах поверки хроматографа передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

11.3 Хроматограф, прошедший с положительными результатами все операции проверки, признают годным к применению и по заявлению владельца средства измерений или лица, предоставившего хроматограф на поверку, оформляют свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

11.4 При отрицательных результатах поверки эксплуатацию хроматографа запрещают и оформляют результаты в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки, по заявлению владельца средства измерений или лица, предоставившего хроматограф на поверку, выдают извещение о непригодности установленной формы, с указанием причин непригодности.

11.5 Знак поверки хроматографа наносится на свидетельство о поверке в случае его оформления.

Приложение А
(обязательное)
Требования к метрологическим характеристикам
поверочных газовых смесей

Таблица А.1 – Метрологические характеристики стандартных образцов

Хромато- графиче- ская ко- лонка	Контрольный компонент	Диапазон значений молярной доли компонента, x_i , %, в СО		Относительная погрешность при $P=0,95$, $\pm \delta$, % * не более
Канал А	Азот (N ₂) в метане или гелии	от 0,1 до 2,0	от 0,1 до 1,0 включ.	2
			св. 1,0 до 2	1,5
Канал В	Пропан (C ₃ H ₈) в метане	от 0,1 до 2,0	от 0,1 до 1,0 включ.	2
			св. 1,0 до 2	1,5
	н-Бутан (н-C ₄ H ₁₀) в метане	от 0,1 до 2,0	от 0,1 до 1,0 включ.	2
			св. 1,0 до 2	1,5
* – соответствует относительной расширенной неопределенности при k=2, %				
Примечание - Допускается использование многокомпонентной газовой смеси азот+пропан+бутан в метане				