ПромМашТест МЕТРОЛОГИЯ

СОГЛАСОВАНО

Главный метролог

ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»

_____В. А. Лапшинов

М.п. «06» июля 2026 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы газовые промышленные Maxum II

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-1178-2026

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые промышленные Maxum II (далее – хроматографы), предназначенные для измерений содержания компонентов, входящих в состав анализируемых проб веществ и материалов природного и промышленного происхождения.

1.2 Настоящая методика поверки устанавливает методы и средства первичной поверки хроматографа перед вводом в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.3 При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается прослеживаемость 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), что выполняется путём реализации на хроматографе методик измерений с применением стандартных образцов утверждённого типа состава пропана ГСО 11049-2018, прослеживаемых к ГЭТ 154-2019, согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений (далее - СИ) содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утверждённой Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2315 от 31.12.2020.

1.4 Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – прямые и косвенные измерения поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

2 Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
2.1 Контроль условий поверки	да	да	8.1
2.2 Подготовка к поверке средства измерений	да	да	8.2
2.3 Опробование средства измерений	да	да	8.3
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	10
4.1 Определение предела детектирования	да	да	10.1
4.2 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика)	да	да	10.2

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
4.3 Определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 8 часов непрерывной работы	да	да	10.3

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
атмосферное давление, кПа от 84 до 106;
относительная влажность воздуха, % от 20 до 80.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации хроматографа и имеющие навыки работы с хроматографом.

4.2 Для получения результатов измерений, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего (эксплуатирующего) хроматограф (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средство измерений: - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °С до + 25 °С с абсолютной погрешностью ± 0,5 °С; - атмосферного давления в диапазоне измерений от 84 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью: ±0,3 кПа - относительной влажности воздуха в диапазоне измерений от 20 % до 80 % с погрешностью ±2 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7, рег. № 71394-18
п. 10 Определение метрологических характеристик СИ и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Рабочие эталоны не ниже 2-го разряда – стандартные образцы состава газовых смесей в баллонах под давлением, диапазон допускаемых аттестованных значений объемной доли пропана от 800 до 1500 млн$^{-1}$ 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.	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси в воздухе (Air-МГПЗ-1) ГСО 11049-2018

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Вспомогательные средства: Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293-74 (с изм.1,2,3), сорт 1; Хроматографическая колонка в соответствии с Таблицей Б.1 Приложения Б; Ротаметр с местными показаниями стеклянный РМС модификации РМС-А-0,063ГУЗ-2, рег. № 67050-17; Трубка фторопластовая по ТУ 6-05-2059-87; Вентиль точной регулировки ВТР-1-М160		
Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации.

6.2 При проведении поверки хроматограф должен быть надежно заземлен.

6.3 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 средства измерений

7.1 При внешнем осмотре проверяют:

– соответствие внешнего вида хроматографов описанию и изображению, приведенному в описании типа;

– отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на процесс поверки хроматографа;

– правильность установки хроматографа;

– соответствие комплектации хроматографа согласно эксплуатационной документации на него;

– правильность подключения технологических газов и соответствие их характеристик требованиям по чистоте;

– возможность идентификации средства измерений по маркировке;

– исправность органов управления, настройки и коррекции.

7.2 Результат внешнего осмотра считается положительным, если хроматограф соответствует требованиям, перечисленным в п. 7.1. Если перечисленные требования не выполняются, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где будет проходить поверка средств измерений, необходимо провести контроль условий окружающей среды – определить температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля условий окружающей среды отображают в рабочих записях и в протоколе поверки.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 При подготовке к поверке необходимо провести следующие операции:

– ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф, описанием программного обеспечения (далее – ПО) и настоящей методикой поверки;

– убедиться, что хроматограф подготовлен к работе согласно указаниям Руководства по эксплуатации;

- убедиться, что выполнены мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- убедиться, что поверочные газовые смеси выдержаны при температуре поверки не менее 24 ч;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 Включают хроматограф в соответствии с руководством по эксплуатации, дожидаются выхода на рабочий режим. Проводят регистрацию нулевой линии в течение 10 минут. Определяют уровень шума нулевого сигнала на зарегистрированной хроматограмме, при этом единичные выбросы длительностью более 1 с не учитывают. Принимают значение уровня шума равным амплитуде (размаху) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд. Дрейф, начиная с 10-ой минуты записи хроматограммы, определяется за 20 минутный отрезок времени и пересчитывается как за один час.

8.3.2 Результат опробования хроматографа считается положительным, если отсутствуют сообщения об ошибках и неисправностях, а дрейф и уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала не превышают значений, указанных в таблице А.1 Приложения А. В противном случае, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют проверку версии ПО.

Для проверки версии ПО хроматографа нажимают на экране «Настройки». В открывшемся меню будет указана версия ПО.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование	CAC_SH4_MAXUM
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	OSImage.Pro2.03.00

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО считается положительным, если номер версии ПО хроматографа не ниже указанного в таблице 3. Если это условие не выполняется, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение предела детектирования

10.1.1 Для определения предела детектирования источники ГСО подключают к хроматографу. При запуске анализа осуществляется автоматический отбор пробы.

10.1.2 Регистрируют и обрабатывают хроматограмму при помощи ПО.

10.1.3 Определяют площадь пика контрольного вещества на полученной хроматограмме (далее — S), (А·с).

10.1.4 Предел детектирования, C_{min}, г/с, вычисляют по формуле (1):

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

где $Cmin$ – предел детектирования, г/с;

Δ_x – уровень шума, определяемый на ровном участке рабочей хроматограммы (не в зоне пика), зафиксированный в соответствии с требованиями п.8.3.1;

G – масса введенного контрольного вещества, г;

S – площадь пика, А·с.

10.1.5 Определение массы контрольного компонента

Массу контрольного компонента определяют по формуле (2):

$$G = V_г \frac{0{,}01 \cdot P \cdot M \cdot C_г}{R(t + 273) \cdot K_Д}, \quad (2)$$

где G – масса контрольного компонента, г;
$V_г$ – объем газовой пробы согласно эксплуатационной документации, $см^3$;
P – атмосферное давление, Па;
M – молярная масса компонента, г/моль. Для пропана M = 44,097 г/моль;
$C_г$ – молярная доля контрольного вещества в газовой смеси, %;
R – универсальная газовая постоянная, $R = 8{,}314 \cdot 10^6$ Па·$см^3$/(моль·K);
t – температура окружающей среды, °C;
$K_Д$ - коэффициент деления пробы, который используется при работе со сбросом пробы (делением потока), рассчитывающийся по формуле (3):

$$K_д = 1 + \frac{V_с}{V_к}, \quad (3)$$

где $V_с$ – расход газа-носителя по линии сброса пробы, $см^3$/мин;
$V_к$ – расход газа-носителя через колонку, $см^3$/мин.
В остальных случаях $K_д = 1$.

10.1.6 Результат определения предела детектирования считается положительным, если полученное значение предела детектирования Cmin не превышает значения, указанного в таблице А.1 Приложения А. В противном случае, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

10.2 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика)

10.2.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика) следует проводить после выхода хроматографа на режим.

10.2.2 Аналогично п.п. 10.1.1, 10.1.2 запускают пробу в хроматограф. Делают не менее 5 (от 5 до 10) параллельных измерений. Регистрируют хроматограммы.

10.2.3 Фиксируют площадь пика контрольного компонента (далее – S_i).

10.2.4 При этом недостоверные результаты измерений, которые оценивают как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения», п. 3.21), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

10.2.5 Рассчитывают относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика), Ss, %, по формуле (4):

$$S_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (S_i - \bar{S})^2}{n - 1}}, \quad (4)$$

где S_i – площадь пика *i*-го измерения;
n – число полученных результатов измерений;
$\bar{S}$ – среднеарифметическое значение площади пика, А·с.

10.2.6 Результат операции поверки считают положительным, если полученное значение относительного СКО не превышает значения, указанного в Таблице А.1 Приложения А. В противном случае, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

Примечание – Допускается определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала совмещать с определением предела детектирования по п. 10.1.

10.3 Определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 8 часов непрерывной работы

Внимание! Необходимо убедиться, что запаса газа-носителя будет достаточно для работы хроматографа в течение не менее 8 часов.

10.3.1 После проведения операций по п.п. 10.1, 10.2 через 8 ч работы хроматографа повторяют измерения не менее двух раз, фиксируют значения выходного сигнала и вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала.

10.3.2 Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (5):

$$\delta = \frac{|\bar{X}_i - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100, \qquad (5)$$

где $\overline{X}_i$ – среднее арифметическое значение параметров выходного сигнала в начальный момент времени;

$\overline{X}$ – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала через 8 часов.

10.3.3 Результат определения относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 8 часов непрерывной работы считается положительным, если полученное значение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 8 часов непрерывной работы не превышает значения, указанного в таблице А.1 Приложения А. В противном случае, хроматограф признают непригодным к применению.

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений.

11.2 Результаты поверки хроматографа подтверждаются сведениями, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком, установленным действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

11.3 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке по форме, установленной в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений, заверяемой подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки.

11.4 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, отрицательные результаты поверки оформляют извещением о непригодности к применению средства измерений по форме, установленной в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

Ведущий инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология» _____ Г.С. Володарская

Инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология» _____ О.Н. Бегутова

Приложение А
(обязательное)

Метрологические характеристики хроматографов

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел детектирования (по пропану), г/с, не более	$1{,}0 \cdot 10^{-12}$
Предел допускаемого относительного среднеквадратичного отклонения (СКО) выходных сигналов (по площади пика), %	2,0
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 8 ч непрерывной работы, %	±4
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, А, не более	$1 \cdot 10^{-13}$
Дрейф нулевого сигнала, А/ч, не более	$5 \cdot 10^{-12}$

Приложение Б
(обязательное)

Хроматографические условия для проведения поверки

Таблица Б.1 - Хроматографические условия для проведения поверки

Наименование характеристики		Значение
Контрольный компонент		Пропан
Объемная доля компонента, млн$^{-1}$		от 800 до 1500[1)]
Насадочная колонка		(от 2 до 4) м × (от 1 до 4) мм OV-l, OV-101, SE-52, SE-54, Molsieve WAX
Капиллярная колонка		(от 10 до 100) м × (от 0,18 до 0.53) мм × (от 0.1 до 5) мкм Rtx-1, Rtx-5, Rtx-624/1301, WAX, PLOT
Объем газовой пробы, см^3		1
Температура термостата колонок, °С[2)]		Изотерма от 40 до 200
Температура инжектора, °С[2)]		250
Температура детектора, °С[2)]		от 250 до 300
Расход газа-носителя, см^3/мин	на насадочной колонке	от 20 до 40
	на капиллярной колонке	от 0,5 до 2

[1)] При отсутствии ПГС с объемной долей в данном диапазоне, допускается использовать ПГС с большей объемной долей пропана, но при этом подбирать условия хроматографирования с делением пробы;

[2)] Режим хроматографирования является рекомендуемым и при поверке температуру термостата, детектора и инжектора подбирают так, чтобы время выхода целевого пика не превышало 10-15 минут.

Примечание – Газом-носителем может быть гелий, азот, аргон или водород в зависимости от практики лаборатории, требований рабочих МВИ и инструкций на хроматографы