

УТВЕРЖДАЮ



Руководитель ИЦ ФГУП «ВНИИМС»

В.Н.Яншин

кобры

2015 г.

Хроматографы промышленные газовые PGC 90.50

Методика поверки

л.р. 63812-16

Москва 2015 г.

Настоящая рекомендация распространяется на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50 (далее – хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Настройка условий анализа, сбор, обработка хроматографических данных, обработка и хранение результатов проведённых анализов осуществляется с помощью программы «Анализатор» (Приложение 4).

Межповерочный интервал хроматографа – 1 год.

Внимание!

Хроматографы в зависимости от выполняемой задачи подразделяются на четыре вида:

- хроматографы, предназначенные для анализа компонентного состава природного газа;
- хроматографы общепромышленного назначения с детектором по теплопроводности;
- хроматографы общепромышленного назначения с электрохимическим детектором.
- Хроматографы общепромышленного назначения с жидкостным краном-дозатором и детектором по теплопроводности.

В связи с этим настоящая методика имеет четыре раздела, каждый из которых описывает процедуру поверки конкретного вида хроматографов.

1. Хроматографы, предназначенные для анализа компонентного состава природного газа

1.1 Операции поверки

При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование и последовательность операций поверки	Номер пункта рекомендации по поверке	Проведение операций при поверке	
		после ремонта и хранения	в эксплуатации
Внешний осмотр	1.6.1	да	да
Опробование:			
– определение сопротивления изоляции силовых и контрольно-измерительных цепей	1.6.2.1	да	нет
– определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	1.6.2.2	да	да
– определение предела детектирования	1.6.2.3	да	да
Определение метрологических характеристик хроматографа PGC 90.50:			
– определение среднеквадратического отклонения результатов определения теплоты сгорания	1.6.3.1	да	да
– определение относительного изменения результатов измерений теплоты сгорания за 24 часа непрерывной работы	1.6.3.2	да	да

1.2 Средства поверки

1.2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО ПГС № 9299-2009;
- Секундомер СОС пр ба-1, класс точности 2 по ТУ-25-18190021-90;
- Бюретка типа 1-2-100-0,2 по ГОСТ 29252-91;
- Мегаомметр типа Ф4101, номинальное напряжение 500В.

1.2.2 При проведении поверки применяют следующие вспомогательные материалы и оборудование:

- Гелий газообразный, не хуже марки «А» по ТУ 0271-135-31323949-2005 с изм.1;
- Термометр 4-Б2, диапазон измерения 0-55°C, цена деления 0,1°C по ГОСТ 215;
- Барометр-анероид типа БАММ-1, диапазон измерения от 80 до 106 кПа, цена деления 0,1 кПа по ТУ 25-11.1513;
- Психрометр ПБ-1БМ пределы измерений 0-100%, класс точности 1,5.

Примечания:

1. Поверка производится с использованием рабочих колонок при рабочих условиях анализа.
2. Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение и контроль метрологических и технических характеристик хроматографов с требуемой точностью.

1.3 Требования безопасности

При проведении поверки соблюдают требования безопасности, оговоренные следующими документами:

- правилами, указанными в Государственных стандартах ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.2.007-0, ГОСТ 22782.7;

- руководством по эксплуатации для хроматографов промышленных газовых PGC 90.50;
- правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утверждёнными Госгортехнадзором России;
- правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утверждёнными Госэнергонадзором России.

Лица, которым поручено проведение поверки, должны подробно изучить «Хроматографы промышленные газовые PGC 90.50. Руководство по эксплуатации», а также настоящую рекомендацию.

1.4 Условия и место проведения поверки

Поверка может проводиться как в лаборатории, так и непосредственно на объекте (в месте установки) хроматографа.

При проведении поверки соблюдаются нормальные условия по ГОСТ 12997:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5
- относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

Изменение давления в процессе поверки не должно превышать ± 5 кПа;

Напряжение питания, В $220 \begin{pmatrix} +15 \\ -10 \end{pmatrix}$

Частота переменного тока, Гц 50 ± 1

Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, кроме земного, влияющие на работу хроматографа должны отсутствовать.

1.5 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполняются следующие подготовительные работы:

1.5.1 Газовые смеси в баллонах выдерживают в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 часов.

1.5.2 Хроматограф подготавливают к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

1.5.3 Проверку герметичности газовых линий хроматографа производят в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

Внимание! Проверку герметичности газовых линий проводят при отключённом питании моста детектора по теплопроводности ($J_d=0$).

1.5.4 Поверку хроматографа начинают через 3 часа после включения электрического питания и подачи газа-носителя и вспомогательных газов.

1.6 Проведение поверки

1.6.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемого хроматографа следующим требованиям:

- соответствие комплектности моделей хроматографа паспортным данным;
- отсутствие внешних повреждений блоков, качество покрытий, отсутствие внешних повреждений, царапин на взрывозащищённых узлах и элементах;
- чёткость маркировки;
- соответствие элементов взрывозащиты руководству по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

1.6.2 Опробование.

1.6.2.1 Определение сопротивления изоляции силовых и контрольно-измерительных цепей производят в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

1.6.2.2 Определение уровня шумов и дрейфа нулевого сигнала.

С помощью программы «Анализатор» устанавливают режим отображения измерительной информации, позволяющий фиксировать значения уровня шумов и дрейфа нулевого сигнала. Нулевую линию регистрируют в течение 1 часа при максимальном значении чувствительности хроматографа.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд.

Дрейф нулевого сигнала принимают равным наибольшему смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.

Дрейф нулевого сигнала не должен превышать 15 мкВ/ч, а уровень флуктуационных шумов не должен быть выше 1,5 мкВ.

1.6.2.3 Для определения предела детектирования в хроматограф в автоматическом режиме 10 раз вводят ГСО. После автоматической обработки хроматограммы из протокола анализа считывают значения площадей хроматографических пиков и концентрацию пропана в ГСО.

Предел детектирования детектора в г/см^3 рассчитывают по формуле:

$$C_{\min} = \frac{2\Delta X \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{\text{гн}}},$$

где ΔX – экспериментально полученное значение уровня флуктуационных шумов, В;

G – масса контрольного компонента (пропана), г;

$V_{\text{гн}}$ – расход газа-носителя, $\text{см}^3/\text{с}$;

\bar{S} – среднеарифметическое значение площади пика пропана, В·с.

Значение G определяют по формуле:

$$G = 0,01 \cdot \frac{P \cdot M \cdot C_o \cdot V_g}{R \cdot (t + 273,15)},$$

где P – атмосферное давление в момент измерений, Па;

M – молекулярная масса пропана – 44 г/моль;

C_o – объемная доля пропана в газовой смеси, %;

V_g – объем введённой в хроматограф смеси, см^3 ;

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

t – температура в месте установки дозатора, $^\circ\text{C}$.

Полученное значение предела детектирования не должно превышать $1 \cdot 10^{-8} \text{ г/см}^3$.

1.6.3 Определение метрологических характеристик.

1.6.3.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения результатов определения теплоты сгорания.

ГСО вводят в хроматограф в автоматическом режиме не менее 10 раз. После автоматической обработки хроматограммы считывают значения теплоты сгорания и рассчитывают их среднеарифметическое значение (\bar{H}).

Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений σ оценивают по формуле:

$$\sigma = \frac{100}{\bar{H}} \sqrt{\frac{\sum (H_i - \bar{H})^2}{n - 1}},$$

где H_i – значение i -го измерения теплоты сгорания, кДж/м³;
 p – число результатов измерений.

Полученное значение среднеквадратического отклонения результатов измерения теплоты сгорания не должно превышать 0,05%.

1.6.3.2 Определение относительного изменения результатов измерений теплоты сгорания за 24 часа непрерывной работы.

Условия измерения и контрольная смесь аналогичны, описанным в п.1.6.3.1. Проводят операции, описанные в п.1.6.3.1. Через 24 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.1.6.3.1.

Относительное изменение результатов измерений теплоты сгорания за 24 часа работы хроматографа рассчитывают по формуле:

$$\delta_i = \frac{|\bar{H}_i - \bar{H}|}{\bar{H}} \cdot 100,$$

где \bar{H} , \bar{H}_i – значения результатов измерения теплоты сгорания в начальный момент и через 24 часа, соответственно.

Значение относительного изменения результатов измерений теплоты сгорания за 24 часа непрерывной работы не должно превышать 2%.

1.7 Оформление результатов поверки

Результаты поверки хроматографа, предназначенного для анализа природного газа, заносят в протокол, форма которого приведена в Приложении 1.

Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, к применению не допускают и на них выдают извещение о непригодности с указанием причин.

На хроматографы, удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, оформляют Свидетельство о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

2. Хроматографы общепромышленного назначения с детектором по теплопроводности

Наименование и последовательность операций поверки	Номер пункта рекомендации по поверке	Проведение операций при поверке	
		после ремонта и хранения	в эксплуатации
Внешний осмотр	2.6.1	да	да
Опробование: – определение сопротивления изоляции силовых и контрольно-измерительных цепей – определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала – определение предела детектирования	2.6.2.1	да	нет
	2.6.2.2	да	да
	2.6.2.3	да	да
Определение метрологических характеристик хроматографа PGC 90.50: – определение среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика пропана) – определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика пропана) за 24 часа непрерывной работы	2.6.3.1	да	да
	2.6.3.2	да	да

2.1 Операции поверки

При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.
Таблица 1

2.2 Средства поверки

- 2.2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:
- ГСО 1-го или 2-го разряда пропан в гелии с концентрацией пропана 0,5-1,5 % об. (ГСО № 10541-2014);
 - ГСО 1-го или 2-го разряда этан в азоте с концентрацией этана 0,5-1,5 % об. (ГСО № 10541-2014);
 - ГСО 1-го или 2-го разряда диоксид углерода в гелии с концентрацией диоксида углерода 0,5-1,5 % об. (ГСО № 10541-2014);
 - Секундомер СОС пр ба-1, класс точности 2 по ТУ-25-18190021-90;
 - Бюретка типа 1-2-100-0,2 по ГОСТ 29252-91;
 - Мегаомметр типа Ф4101, номинальное напряжение 500В.
- 2.2.2 При проведении поверки применяют следующие вспомогательные материалы и оборудование:
- Гелий газообразный, не хуже марки «А» по ТУ 0271-135-31323949-2005 с изм.1;
 - Аргон газообразный высший сорт по ГОСТ 10157-76 (99,992%);
 - Азот особой чистоты по ГОСТ 9293-74;
 - Водород технический, марки «А» по ГОСТ 3022-80;
 - Воздух марки «А» или «Б» по ТУ 6-21-5-82;
 - Термометр 4-Б2, диапазон измерения 0-55°C, цена деления 0,1°C по ГОСТ 215;
 - Барометр-анероид типа БАММ-1, диапазон измерения от 80 до 106 кПа, цена деления 0,1 кПа по ТУ 25-11.1513;
 - Психрометр ПБ-1БМ пределы измерений 0-100%, класс точности 1,5;

- Колонка газохроматографическая металлическая:
 - размеры: \varnothing_n – 4мм, $\varnothing_{вн}$ – 3мм, L – 1м;
 - сорбент: силихром S-80 зернением 0,25-0,315.

Примечания:

1. Допускается проведение поверки с использованием рабочих колонок при рабочих условиях анализа.
2. Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение и контроль метрологических и технических характеристик хроматографов с требуемой точностью.

2.3 Требования безопасности

При проведении поверки соблюдают требования безопасности, оговоренные следующими документами:

- правилами, указанными в Государственных стандартах ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.2.007-0, ГОСТ 22782.7;
- руководством по эксплуатации для хроматографов промышленных газовых PGC 90.50;
- правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утверждёнными Госгортехнадзором России;
- правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утверждёнными Госэнергонадзором России.

Лица, которым поручено проведение поверки, должны подробно изучить «Хроматографы промышленные газовые PGC 90.50. Руководство по эксплуатации», а также настоящую рекомендацию.

2.4 Условия и место проведения поверки

Поверка может проводиться как в лаборатории, так и непосредственно на объекте (в месте установки) хроматографа.

Условия анализа:

- температура термостата 70°C;
- ток детектора 230 мА;
- расход газа-носителя 20 мл/мин.

При проведении поверки соблюдаются нормальные условия по ГОСТ 12997:

- температура окружающего воздуха, °C 20±5
- относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

Изменение давления в процессе поверки не должно превышать ±5 кПа;

Напряжение питания, В 220⁽⁺¹⁵⁾₍₋₁₀₎

Частота переменного тока, Гц 50±1

Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, кроме земного, влияющие на работу хроматографа должны отсутствовать.

2.5 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполняются следующие подготовительные работы:

2.5.1 Газовые смеси в баллонах выдерживают в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 часов.

2.5.2 Хроматограф подготавливают к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

2.5.3 Проверку герметичности газовых линий хроматографа производят в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

Внимание! Проверку герметичности газовых линий проводят при отключённом питании моста детектора по теплопроводности ($J_d=0$).

2.5.4 Проверку хроматографа начинают через 3 часа после включения электрического питания и подачи газа-носителя и вспомогательных газов.

2.6 Проведение поверки

2.6.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемого хроматографа следующим требованиям:

- соответствие комплектности моделей хроматографа паспортным данным;
- отсутствие внешних повреждений блоков, качество покрытий, отсутствие внешних повреждений, царапин на взрывозащищённых узлах и элементах;
- чёткость маркировки;
- соответствие элементов взрывозащиты руководству по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

2.6.2 Опробование.

2.6.2.1 Определение сопротивления изоляции силовых и контрольно-измерительных цепей производят в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

2.6.2.2 Определение уровня шумов и дрейфа нулевого сигнала.

С помощью программы «Анализатор» устанавливают режим отображения измерительной информации, позволяющий фиксировать значения уровня шумов и дрейфа нулевого сигнала. Нулевую линию регистрируют в течение 1 часа при максимальном значении чувствительности хроматографа.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд.

Дрейф нулевого сигнала принимают равным наибольшему смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.

Дрейф нулевого сигнала не должен превышать 15 мкВ/ч, а уровень флуктуационных шумов не должен быть выше 1,5 мкВ.

2.6.2.3 Для определения предела детектирования в хроматограф в автоматическом режиме 10 раз вводят ГСО. После автоматической обработки хроматограммы из протокола анализа считывают значения площадей хроматографических пиков и концентрацию пропана в ГСО.

Предел детектирования детектора в г/см^3 рассчитывают по формуле:

$$C_{\min} = \frac{2\Delta X \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{\text{гн}}},$$

где ΔX – экспериментально полученное значение уровня флуктуационных шумов, В;

G – масса контрольного компонента (пропана), г;

$V_{\text{гн}}$ – расход газа-носителя, $\text{см}^3/\text{с}$;

\bar{S} – среднеарифметическое значение площади пика пропана, В·с.

Значение G определяют по формуле:

$$G = 0,01 \cdot \frac{P \cdot M \cdot C_o \cdot V_g}{R \cdot (t + 273,15)},$$

где P – атмосферное давление в момент измерений, Па;

M – молекулярная масса пропана – 44 г/моль;

C_0 – объёмная доля пропана в газовой смеси, %;

V_g – объём введённой в хроматограф смеси, см^3 ;

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

t – температура в месте установки дозатора, °C .

Полученное значение предела детектирования не должно превышать $1 \cdot 10^{-8} \text{ г/см}^3$.

2.6.3 Определение метрологических характеристик.

2.6.3.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика пропана).

ГСО вводят в хроматограф в автоматическом режиме не менее 10 раз. После автоматической обработки хроматограммы считывают значения выходного сигнала (площади пика пропана) и рассчитывают их среднеарифметическое значение (\bar{X}).

Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений σ оценивают по формуле:

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}},$$

где X_i – значение i -го измерения выходного сигнала (площади пика пропана), % об.;

n – число результатов измерений.

Полученное значение среднеквадратического отклонения результатов измерения выходного сигнала (площади пика пропана) не должно превышать 1%.

2.6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика пропана) за 24 часа непрерывной работы.

Условия измерения и контрольная смесь аналогичны, описанным в п.2.6.3.1. Проводят операции, описанные в п.2.6.3.1. Через 24 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.2.6.3.1.

Относительное изменение выходного сигнала (площади пика пропана) за 24 часа работы хроматографа рассчитывают по формуле:

$$\delta_i = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100,$$

где \bar{X} , \bar{X}_t – значения результатов измерения выходного сигнала (площади пика пропана) в начальный момент и через 24 часа, соответственно.

Значение относительного изменения выходного сигнала (площади пика пропана) за 24 часа непрерывной работы не должно превышать 3%.

2.7 Оформление результатов поверки

Результаты поверки хроматографа общепромышленного назначения с детектором по теплопроводности заносят в протокол, форма которого приведена в Приложении 2.

Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, к применению не допускают и на них выдают извещение о непригодности с указанием причин.

На хроматографы, удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, оформляют Свидетельство о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

3. Хроматографы общепромышленного назначения с электрохимическим детектором

3.1 Операции поверки

При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Операции, выполняемые при проведении поверки

Наименование и последовательность операций поверки	Номер пункта рекомендации по поверке	Проведение операций при поверке	
		после ремонта и хранения	в эксплуатации
Внешний осмотр	3.6.1	да	да
Опробование:			
– определение сопротивления изоляции силовых и контрольно-измерительных цепей	3.6.2.1	да	нет
– определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	3.6.2.2	да	да
– определение предела детектирования	3.6.2.3	да	да
Определение метрологических характеристик хроматографа PGC 90.50:			
– определение среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана)	3.6.3.1	да	да
– определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана) за 24 часа непрерывной работы	3.6.3.2	да	да

3.2 Средства поверки

3.2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 1-го или 2-го разряда сероводород (метилмеркаптан) в гелии (азоте) с концентрацией сероводорода (метилмеркаптана) 5 – 15 ppm (ГСО № 10538-2014);
- ПГС согласно приложению А ГОСТ Р 53367-2009;
- Секундомер СОС пр ба-1, класс точности 2 по ТУ-25-18190021-90;
- Бюретка типа 1-2-100-0,2 по ГОСТ 29252-91;
- Мегаомметр типа Ф4101, номинальное напряжение 500В.

3.2.2 При проведении поверки применяют следующие вспомогательные материалы и оборудование:

- Гелий газообразный, не хуже марки «А» по ТУ 0271-135-31323949-2005 с изм.1;
- Воздух марки «А» или «Б» по ТУ 6-21-5-82;
- Термометр 4-Б2, диапазон измерения 0-55°С, цена деления 0,1°С по ГОСТ 215;
- Барометр-анероид типа БАММ-1, диапазон измерения от 80 до 106 кПа, цена деления 0,1 кПа по ТУ 25-11.1513;
- Психрометр ПБ-1БМ пределы измерений 0-100%, класс точности 1,5.

Примечания:

1. Поверка производится с использованием рабочих колонок при рабочих условиях анализа.
2. Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение и контроль метрологических и технических характеристик хроматографов с требуемой точностью.

3.3 Требования безопасности

При проведении поверки соблюдают требования безопасности, оговоренные следующими документами:

- правилами, указанными в Государственных стандартах ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.2.007-0, ГОСТ 22782.7;
- руководством по эксплуатации для хроматографов промышленных газовых PGC 90.50;
- правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утверждёнными Госгортехнадзором России;
- правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утверждёнными Госэнергонадзором России.

Лица, которым поручено проведение поверки, должны подробно изучить «Хроматографы промышленные газовые PGC 90.50. Руководство по эксплуатации», а также настоящую рекомендацию.

3.4 Условия и место проведения поверки

Поверка может проводиться как в лаборатории, так и непосредственно на объекте (в месте установки) хроматографа.

При проведении поверки соблюдаются нормальные условия по ГОСТ 12997:

- температура окружающего воздуха, °C 20 ± 5
- относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

Изменение давления в процессе поверки не должно превышать ± 5 кПа;

Напряжение питания, В
 $220 \begin{pmatrix} +15 \\ -10 \end{pmatrix}$

Частота переменного тока, Гц 50 ± 1

Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, кроме земного, влияющие на работу хроматографа должны отсутствовать.

3.5 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполняются следующие подготовительные работы:

- 3.5.1 Газовые смеси в баллонах выдерживают в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 часов.
- 3.5.2 Хроматограф подготавливают к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.
- 3.5.3 Проверку герметичности газовых линий хроматографа производят в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

Внимание! Проверку герметичности газовых линий проводят при отключённом питании электрохимического детектора.

- 3.5.4 Поверку хроматографа начинают через 48 часов после включения электрического питания и подачи газа-носителя и вспомогательных газов.

3.6 Проведение поверки

3.6.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемого хроматографа следующим требованиям:

- соответствие комплектности моделей хроматографа паспортным данным;

- отсутствие внешних повреждений блоков, качество покрытий, отсутствие внешних повреждений, царапин на взрывозащищённых узлах и элементах;
- чёткость маркировки;
- соответствие элементов взрывозащиты руководству по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

3.6.1.1 Определение сопротивления изоляции силовых и контрольно-измерительных цепей производят в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

3.6.1.2 Определение уровня шумов и дрейфа нулевого сигнала.

С помощью программы «Анализатор» устанавливают режим отображения измерительной информации, позволяющий фиксировать значения уровня шумов и дрейфа нулевого сигнала. Нулевую линию регистрируют в течение 1 часа при максимальном значении чувствительности хроматографа.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд.

Дрейф нулевого сигнала принимают равным наибольшему смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.

Дрейф нулевого сигнала не должен превышать 15 мкВ/ч, а уровень флуктуационных шумов не должен быть выше 2,0 мкВ.

3.6.1.3 Для определения предела детектирования в хроматограф в автоматическом режиме 10 раз вводят ГСО. После автоматической обработки хроматограммы из протокола анализа считывают значения площадей хроматографических пиков и концентрацию пропана в ГСО.

Предел детектирования детектора в г/см³ рассчитывают по формуле:

3.6.2 Опробование.

$$C_{\min} = \frac{2\Delta X \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{\text{гн}}},$$

- где ΔX – экспериментально полученное значение уровня флуктуационных шумов, В;
 G – масса контрольного компонента (сероводорода или метилмеркаптана), г;
 $V_{\text{гн}}$ – расход газа-носителя, см³/с;
 \bar{S} – среднеарифметическое значение площади пика контрольного компонента (сероводорода или метилмеркаптана), В·с.

Значение G определяют по формуле:

$$G = 0,01 \cdot \frac{P \cdot M \cdot C_o \cdot V_g}{R \cdot (t + 273,15)},$$

- где P – атмосферное давление в момент измерений, Па;
 M – молекулярная масса контрольного компонента: сероводорода – 34 г/моль (метилмеркаптана – 48 г/моль);
 C_o – объёмная доля контрольного компонента (сероводорода или метилмеркаптана) в газовой смеси, %;
 V_g – объём введённой в хроматограф смеси, см³;
 R – универсальная газовая постоянная, $R = 8,3 \cdot 10^6 \frac{\text{Па} \cdot \text{см}^3}{\text{моль} \cdot ^\circ\text{C}}$;

t – температура в месте установки дозатора, °С.

Полученное значение предела детектирования не должно превышать:

- по сероводороду - $2 \cdot 10^{-10}$ г/см³;
- по метилмеркаптану - $3 \cdot 10^{-10}$ г/см³.

3.6.3 Определение метрологических характеристик.

3.6.3.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана).

ГСО вводят в хроматограф в автоматическом режиме не менее 10 раз. После автоматической обработки хроматограммы считывают значения выходного сигнала (площади сероводорода или метилмеркаптана) и рассчитывают их среднеарифметическое значение (\bar{X}).

Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений σ оценивают по формуле:

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}},$$

где X_i – значение i -го измерения выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана), % об.;

n – число результатов измерений.

Полученное значение среднеквадратического отклонения результатов измерения выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана) не должно превышать 4%.

3.6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана) за 24 часа непрерывной работы.

Условия измерения и контрольная смесь аналогичны, описанным в п.1.6.3.1. Проводят операции, описанные в п.1.6.3.1. Через 24 часа непрерывной работы повторяют измерения по п.1.6.3.1.

Относительное изменение выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана) за 24 часа работы хроматографа рассчитывают по формуле:

$$\delta_t = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100,$$

где \bar{X} , \bar{X}_t – значения результатов измерения выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана) в начальный момент и через 24 часа, соответственно.

Значение относительного изменения выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана) за 24 часа непрерывной работы не должно превышать 6%.

3.7 Оформление результатов поверки

Результаты поверки хроматографа общепромышленного назначения с электрохимическим детектором заносят в протокол, форма которого приведена в Приложении 3. Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, к применению не допускают и на них выдают извещение о непригодности с указанием причин.

На хроматографы, удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, оформляют Свидетельство о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

4. Хроматографы общепромышленного назначения с жидкостным кра-ном-дозатором и детектором по теплопроводности

4.1 Операции поверки

При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1. Операции, выполняемые при проведении поверки

Наименование и последовательность операций поверки	Номер пункта рекомендации по поверке	Проведение операций при поверке	
		после ремонта и хранения	в эксплуатации
Внешний осмотр	4.6.1	да	да
Опробование:	4.6.2		
– определение сопротивления изоляции силовых и контрольно-измерительных цепей	4.6.2.1	да	нет
– определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	4.6.2.2	да	да
– определение предела детектирования	4.6.2.3	да	да
Определение метрологических характеристик хроматографа PGC 90.50:	4.6.3		
– определение среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика контрольного вещества)	4.6.3.1	да	да
– определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика контрольного вещества) за 24 часа непрерывной работы	4.6.3.2	да	да

4.2 Средства поверки

4.2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- Государственные стандартные образцы состава-имитаторы сжиженных углеводородных газов ГСО-СУГ-ПА, ГСО-СУГ-БТ, ГСО-СУГ-ПТ, ГСО-СУГ-ПБТ (СПБТ), ГСО-СУГ-ПБА. (ГСО №№ 9386-2009, 9387-2009, 9388-2009, 9389-2009, 9390-2009);
- поверочная смесь "октан в декане" (массовая концентрация октана 20 мг/см³), методика приготовления смеси изложена в приложении 5 настоящей инструкции.
- Секундомер СОС пр ба-1, класс точности 2 по ТУ-25-18190021-90;
- Бюретка типа 1-2-100-0,2 по ГОСТ 29252-91;
- Мегаомметр типа Ф4101, номинальное напряжение 500В.

Допускается использовать в качестве контрольных поверочных смесей производственные (отобранные из технологических потоков) смеси, которые аттестованы в аккредитованных аналитических лабораториях (центрах) или национальных органах метрологической службы.

4.2.2 При проведении поверки применяют следующие вспомогательные материалы и оборудование:

- гелий газообразный, не хуже марки "А" по ТУ 0271-135-31323949-2005 с изм.1;
- аргон газообразный высший сорт по ГОСТ 10157-76 (99,992 %);
- азот особой чистоты по ГОСТ 9293-74;
- водород технический, марки "А" по ГОСТ 3022-80;
- воздух марки "А" или "Б" по ТУ 6-21-5-82;
- термометр 4-Б2, диапазон измерения 0-55°С, цена деления 0,1 °С по ГОСТ 215-

73;

- барометр-анероид типа БАММ-1, диапазон измерения от 80 до 106 кПа, цена деления 0,1 кПа по ТУ 25-11.1513-79;
- психрометр ПБ-1БМ пределы измерений от 0 до 100 %, класс точности 1,5;
- колонка газохроматографическая металлическая:
размеры: \varnothing н – 4 мм, \varnothing вн - 3 мм, L - 1м;
сорбент: силихром S-80 зернением 0,25-0,315.

Примечания:

- 1 Допускается проведение поверки с использованием рабочих колонок при рабочих условиях анализа.
- 2 Допускается применять другие средства поверки, обеспечивающие определение и контроль метрологических и технических характеристик хроматографов с требуемой точностью.

4.3 Требования безопасности

При проведении поверки соблюдают требования безопасности, оговоренные следующими документами:

- правилами, указанными в Государственных стандартах ГОСТ 12.2.003-91, ГОСТ 12.2.007-0-75, ГОСТ 22782.7-81;
- руководством по эксплуатации для газоанализаторов хроматографического типа PGC 90.50;
- правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утверждёнными Госгортехнадзором России;
- правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утверждёнными Госэнергонадзором России.

Лица, которым поручено проведение поверки, должны подробно изучить " Хроматографы промышленные газовые PGC 90.50. Руководство по эксплуатации", а также настоящую рекомендацию.

4.4 Условия и место проведения поверки

Поверка может проводиться как в лаборатории, так и непосредственно на объекте (в месте установки) хроматографа.

Условия анализа:

- температура термостата 70°C;
- ток детектора 230 мА;
- расход газа-носителя 20 мл/мин.

При проведении поверки соблюдаются нормальные условия по ГОСТ 12997:

- температура окружающего воздуха, °С 20±5
- относительная влажность окружающего воздуха, % от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,7

Изменение давления в процессе поверки не должно превышать ±5 кПа;

Напряжение питания, В 220⁽⁺¹⁵⁾₍₋₁₀₎

Частота переменного тока, Гц 50±1

Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, кроме земного, влияющие на работу хроматографа должны отсутствовать.

4.5 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки выполняются следующие подготовительные работ:

4.5.1 Газовые смеси в баллонах выдерживают в помещении, в котором проводится поверка, в течение 24 часов.

4.5.2 Хроматограф подготавливают к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

4.5.3 Проверку герметичности газовых линий хроматографа производят в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

Внимание! Проверку герметичности газовых линий проводят при отключённом питании моста детектора по теплопроводности ($J_d=0$).

4.5.4 Поверку хроматографа начинают через 3 часа после включения электрического питания и подачи газа-носителя и вспомогательных газов.

4.6 Проведение поверки

4.6.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре устанавливают соответствие поверяемого хроматографа следующим требованиям:

- соответствие комплектности моделей хроматографа паспортным данным;
- отсутствие внешних повреждений блоков, качество покрытий, отсутствие внешних повреждений, царапин на взрывозащищённых узлах и элементах;
- чёткость маркировки;
- соответствие элементов взрывозащиты руководству по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

4.6.2 Опробование.

4.6.2.1 Определение сопротивления изоляции силовых и контрольно-измерительных цепей производят в соответствии с Руководством по эксплуатации на хроматографы промышленные газовые PGC 90.50.

4.6.2.2 Определение уровня шумов и дрейфа нулевого сигнала.

С помощью программы "Анализатор" устанавливают режим отображения измерительной информации, позволяющий фиксировать значения уровня шумов и дрейфа нулевого сигнала. Нулевую линию регистрируют в течение 1 часа при максимальном значении чувствительности хроматографа.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд.

Дрейф нулевого сигнала принимают равным наибольшему смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.

Дрейф нулевого сигнала не должен превышать 15 мкВ/ч, а уровень флуктуационных шумов не должен быть выше 1,5 мкВ.

4.6.2.3 Для определения предела детектирования в хроматограф в автоматическом режиме 10 раз вводят ГСО. После автоматической обработки хроматограммы из протокола анализа считывают значения площадей хроматографических пиков.

Предел детектирования детектора в $г/см^3$ рассчитывают по формуле:

$$C_{\min} = \frac{2\Delta X \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{гн}},$$

где ΔX – экспериментально полученное значение уровня флуктуационных шумов, В;

G – масса контрольного компонента (пропана), г;

$V_{гн}$ – расход газа-носителя, $см^3/с$;

\bar{S} – среднеарифметическое значение площади пика пропана, В·с.

Значение G определяют по формуле:

$$G = C \cdot V_г$$

где C – концентрация контрольного вещества в жидкой пробе, $г/см^3$;

$V_г$ – объём введённой в хроматограф смеси, $см^3$.

Полученное значение предела детектирования не должно превышать $1 \cdot 10^{-8} г/см^3$.

4.6.3 Определение метрологических характеристик.

4.6.3.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика контрольного вещества).

ГСО вводят в хроматограф в автоматическом режиме не менее 10 раз. После автоматической обработки хроматограммы считывают значения выходного сигнала (площади пика) и рассчитывают их среднеарифметическое значение (\bar{X}).

Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений σ оценивают по формуле:

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}},$$

где X_i – значение i -го измерения выходного сигнала (площади пика пропана), % об.;

n – число результатов измерений.

Полученное значение среднеквадратического отклонения результатов измерения выходного сигнала (площади пика пропана) не должно превышать 1%.

4.6.3.2. Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика пропана) за 24 часа непрерывной работы.

Условия измерения и контрольная смесь аналогичны, описанным в п.2.6.3.1. Проводят операции, описанные в п.2.6.3.1. Через 24 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.2.6.3.1.

Относительное изменение выходного сигнала (площади пика пропана) за 24 часа работы хроматографа рассчитывают по формуле:

$$\delta_t = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100,$$

где \bar{X} , \bar{X}_t – значения результатов измерения выходного сигнала (площади пика пропана) в начальный момент и через 24 часа, соответственно.

Значение относительного изменения выходного сигнала (площади пика пропана) за 24 часа непрерывной работы не должно превышать 3%.

4.7 Оформление результатов поверки

Результаты поверки хроматографа общепромышленного назначения с жидкостным краном-дозатором и детектором по теплопроводности заносят в протокол, форма которого приведена в Приложении 4.

Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, к применению не допускают и на них выдают извещение о непригодности с указанием причин.

На хроматографы, удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, оформляют Свидетельство о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



Ш.Р. Фаткудинова

Инженер ФГУП «ВНИИМС»



Д.А. Пчелин

Протокол № _____ от « _____ » _____ 20 ____ г.

Поверки хроматографа _____

Принадлежащего _____

Тип (модель) хроматографа _____

Изготовитель _____

Год изготовления _____ Серийный номер _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____

Атмосферное давление _____

Относительная влажность _____

Напряжение питания _____

Режим работы хроматографа:

Объем пробы _____

Концентрация контрольной смеси _____

Температура колонок _____

Расход газа-носителя _____

Ток детектора _____

1. Определение дрейфа нуля и уровня флуктуационных шумов

Наименование параметра	Значение параметра	
	допустимое	действительное
Дрейф нулевой линии мкВ/ч		
Уровень флуктуационных шумов мкВ		

2. Определение предела детектирования

Значение выходного сигнала, В·сек	Среднеарифметическое значение выходного сигнала, В·сек	Температура в месте установки дозатора, °С	Расход газа-носителя, см ³ /с	Атмосферное давление, МПа	Масса введенного контрольного вещества, г	Предел детектирования С _{min} , г/см ³	Нормируемое значение С _{min} , г/см ³

3. Определение среднеквадратического отклонения результатов измерений теплоты сгорания.

Номер измерения	Теплота сгорания (низшая), кДж/м ³	Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений σ , %	Нормируемое значение σ , %
1.			
2.			
...			
Среднее арифметическое значение			

4. Определение относительного изменения результатов измерений теплоты сгорания за 24 часа.

Номер измерения выборки	Теплота сгорания (низшая), кДж/м ³		Относительное изменение результатов измерений δ_t , %	Нормируемое значение δ_t , %
	в начале цикла	в конце цикла		
1.				
2.				
...				
Среднее арифметическое значение				

Заключение по результатам поверки

Следующую поверку проводить не позднее

« _____ » _____ 20__ г.

Поверку проводил _____ (_____)

« _____ » _____ 20__ г.

Протокол № _____ от « _____ » _____ 20 _____ г.

Поверки хроматографа _____

Принадлежащего _____

Тип (модель) хроматографа _____

Изготовитель _____

Год изготовления _____ Серийный номер _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____

Атмосферное давление _____

Относительная влажность _____

Напряжение питания _____

Режим работы хроматографа:

Объем пробы _____

Концентрация контрольной смеси _____

Температура колонок _____

Расход газа-носителя _____

Ток детектора _____

1. Определение дрейфа нуля и уровня флуктуационных шумов

Наименование параметра	Значение параметра	
	допустимое	действительное
Дрейф нулевой линии мкВ/ч		
Уровень флуктуационных шумов мкВ		

2. Определение предела детектирования

Значение выходного сигнала, В·сек	Среднеарифметическое значение выходного сигнала, В·сек	Температура в месте установки дозатора, °С	Расход газа-носителя, см ³ /с	Атмосферное давление, МПа	Масса введенного контрольного вещества, г	Предел детектирования С _{min} , г/см ³	Нормируемое значение С _{min} , г/см ³

3. Определение среднеквадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала (площади пика пропана).

Номер измерения	Площадь пика пропана, В·с	Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений σ , %	Нормируемое значение σ , %
1.			
2.			
...			
Среднее арифметическое значение			

4. Определение относительного изменения результатов измерений выходного сигнала (площади пика пропана) за 24 часа.

Номер измерения выборки	Площадь пика пропана, В·с		Относительное изменение результатов измерений δ_t , %	Нормируемое значение δ_t , %
	в начале цикла	в конце цикла		
1.				
2.				
...				
Среднее арифметическое значение				

Заключение по результатам поверки

Следующую поверку проводить не позднее

« _____ » _____ 20__ г.

Поверку проводил _____ (_____)

« _____ » _____ 20__ г.

Протокол № _____ от « _____ » _____ 20 _____ г.

Поверки хроматографа _____

Принадлежащего _____

Тип (модель) хроматографа _____

Изготовитель _____

Год изготовления _____ Серийный номер _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____

Атмосферное давление _____

Относительная влажность _____

Напряжение питания _____

Режим работы хроматографа:

Объем пробы _____

Концентрация контрольной смеси _____

Температура колонок _____

Расход газа-носителя _____

1. Определение дрейфа нуля и уровня флуктуационных шумов

Наименование параметра	Значение параметра	
	допустимое	действительное
Дрейф нулевой линии мкВ/ч		
Уровень флуктуационных шумов мкВ		

2. Определение предела детектирования

Значение выходного сигнала, В-сек	Среднеарифметическое значение выходного сигнала, В-сек	Температура в месте установки дозатора, °С	Расход газа-носителя, см ³ /с	Атмосферное давление, МПа	Масса введенного контрольного вещества, г	Предел детектирования С _{min,3} г/см ³	Нормируемое значение С _{min,3} г/см ³

3. Определение среднеквадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана).

Номер измерения	Площадь пика сероводорода (метилмеркаптана), В·с	Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений σ , %	Нормируемое значение σ , %
1.			
2.			
...			
Среднее арифметическое значение			

4. Определение относительного изменения результатов измерений выходного сигнала (площади пика сероводорода или метилмеркаптана) за 24 часа.

Номер измерения выборки	Площадь пика сероводорода (метилмеркаптана), В·с		Относительное изменение результатов измерений δ_t , %	Нормируемое значение δ_t , %
	в начале цикла	в конце цикла		
1.				
2.				
...				
Среднее арифметическое значение				

Заключение по результатам поверки

Следующую поверку проводить не позднее

« _____ » _____ 20__ г.

Поверку проводил _____ (_____)

« _____ » _____ 20__ г.

Протокол № _____ от « _____ » _____ 20 _____ г.

Поверки хроматографа _____

Принадлежащего _____

Тип (модель) хроматографа _____

Изготовитель _____

Год изготовления _____ Серийный номер _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____

Атмосферное давление _____

Относительная влажность _____

Напряжение питания _____

Режим работы хроматографа:

Объем пробы _____

Концентрация контрольной смеси _____

Температура колонок _____

Расход газа-носителя _____

Ток детектора _____

1. Определение дрейфа нуля и уровня флуктуационных шумов

Наименование параметра	Значение параметра	
	допустимое	действительное
Дрейф нулевой линии мкВ/ч		
Уровень флуктуационных шумов мкВ		

2. Определение предела детектирования

Значение выходного сигнала, В·сек	Среднеарифметическое значение выходного сигнала, В·сек	Температура в месте установки дозатора, °С	Расход газа-носителя, см ³ /с	Атмосферное давление, МПа	Масса введенного контрольного вещества, г	Предел детектирования С _{min} , г/см ³	Нормируемое значение С _{min} , г/см ³

3. Определение среднеквадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала (площади пика контрольного вещества).

Номер измерения	Площадь пика, В·с	Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений σ , %	Нормируемое значение σ , %
1.			
2.			
...			
Среднее арифметическое значение			

4. Определение относительного изменения результатов измерений выходного сигнала (площади пика контрольного вещества) за 24 часа.

Номер измерения выборки	Площадь пика, В·с		Относительное изменение результатов измерений δ_t , %	Нормируемое значение δ_t , %
	в начале цикла	в конце цикла		
1.				
2.				
...				
Среднее арифметическое значение				

Заключение по результатам поверки

Следующую поверку проводить не позднее

« _____ » _____ 20__ г.

Поверку проводил _____ (_____)

« _____ » _____ 20__ г.

Контрольная смесь (далее смесь) октана в декане применяется для поверки хроматографа PGC 90.50 при анализе жидких проб. Смесь готовится непосредственно перед проведением поверки. Концентрация октана в декане 20 мг/см³.

1. Для приготовления смеси применяют следующие средства:

- октан, квалификации "хч" (или "ч") по ТУ 6-09-661 (или по ТУ 6-09-3748);
- декан, квалификации "хч" (или "ч") по ТУ 6-09-659 (или по ТУ 6-09-3614);
- весы лабораторные рычажные с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг, 2-го класса точности по ГОСТ 7328;
- гири накладные, 2-го класса точности по ГОСТ 7328;
- колбы мерные с одной отметкой и пришлифованной пробкой, наливные, вместимостью 100 мл, 2-го класса точности по ГОСТ 1770;
- пипетка с делениями, прямая, исполнения 4-7, 2-го класса точности, вместимостью 5 мл по ГОСТ 29227;
- термометр лабораторный 4А с ценой деления 0,1°С и диапазоном измерения 0-50°С.

2. При приготовлении смеси соблюдаются следующие условия:

- температура окружающего воздуха - (20±2) °С;
- относительная влажность окружающего воздуха - в пределах от 30 до 80%;
- атмосферное давление не должно меняться во время приготовления смеси более чем на ±680 Па.

3. Перед приготовлением смеси выполняются следующие операции:

- высушивают в сушильном шкафу чисто вымытую мерную колбу до постоянного веса (перед взвешиванием колбу охлаждают до температуры окружающего воздуха в эксикаторе над хлористым кальцием);
- используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживают в помещении где готовится контрольная смесь, не менее 2 часов;
- проверяется "нуль" весов и, в случае необходимости, весы регулируются.

4. Смесь приготавливают следующим образом:

- взвешивают пустую мерную колбу;
- взвешивают в мерной колбе (2±0,2) г октана
- доводят уровень жидкости (декана) в мерной колбе до кольцевой отметки - 100 смз (положение уровня по нижнему мениску);
- перемешивают содержимое мерной колбы, осторожно переворачивая ее вверх и вниз (до 30 раз).

Концентрация октана в растворе, приготовленном весо-объемным методом, определяют по уравнению:

$$C_0 = \frac{m_i}{V}$$

где C_0 - концентрация октана в поверочной смеси, мг/см³;

m_i - масса растворяемого контрольного компонента, мг;

V - объем приготовленного раствора, см³.

Суммарная погрешность концентрации октана в поверочной смеси не превышает ±2,5% для определения минимального значения амплитуды выходного сигнала (в поверочной смеси используется октан "хч") и ±5% при прочих метрологических определениях (используется октан "ч").

Проведение поверки хроматографа PGC 90.50 при работе с ПО "Анализатор" (операционная система WINDOWS).

Проведение поверки предусматривает измерение и расчёт:

- значения дрейфа нулевого сигнала;
- уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала;
- значений относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала (площади пика пропана, сероводорода или метилмеркаптана) или результатов измерений теплоты сгорания ГСО;
- значения предела детектирования.

В комплект поставки программы "Анализатор" включена настроенная методика поверки для промышленного хроматографа. Описание настроек типовой методики поверки приведено в [1].

1. Запись нулевого сигнала детектора.

Запись нулевого сигнала используется для одновременного определения дрейфа и уровня флуктуационных шумов детектора. Последняя величина используется для косвенного определения предела детектирования.

1.1 Поверяемый хроматограф выведите на режим, соответствующий типу поверяемого хроматографа.

1.2. С помощью команды меню "Сбор\Выбор методик сбора" вызовите диалоговое окно "Выбор методик сбора" (см. Раздел 3.1 [1]) и выполните следующие операции:

- на панели "Хроматографы комплекса" выберите поверяемый хроматограф (если в составе комплекса, обслуживаемого программой "Анализатор", входят несколько хроматографов);
- на панели "Детекторы" выберите для поверяемого детектора методику с названием «Поверка №», где № - номер поверяемого хроматографа;
- с помощью кнопки "Применить" подтвердите текущий выбор режима сбора информации.

1.3. Для проведения записи нулевого сигнала с детектора выполните следующие операции:

- с помощью команды меню "Сбор\Настройка сбора" вызовите диалоговое окно "Настройка событийных параметров сбора" и в раскрывающейся строке выбрать режим сбора «Запись нулевого сигнала»;
- с помощью команды меню "Команды сбора\Старт" запустите запись нулевого сигнала;
- после окончания сбора программа "Анализатор" автоматически проведет расчет дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала в заданных в методике временных границах "Зоны дрейфа" и "Зоны шума" хроматограммы;
- если в настройках методики выбран полуавтоматический режим проведения сбора, информация о нулевом сигнале автоматически будет записана в первую пробу нового анализа методики;
- для ручного режима сбора результаты необходимо сохранить в новом анализе с помощью команды меню "Команды сбора\Сохранить" (см. Раздел 3.8 [1]). При этом можно заранее заполнить необходимый для проведения поверки перечень затребованных полей паспорта анализа.

1.4. Результаты поверки для нулевого сигнала детектора можно просмотреть и распечатать в режиме сбора при выборе команды меню "Данные сбора\Обзор

протоколов", либо в режиме анализа, активизировав последний анализ текущей методики поверки. Полученные величины уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала должны соответствовать предельным допустимым значениям, приведенным в НД на хроматографы.

2. Запись параметров паспорта анализа.

Для определения предела детектирования, в паспорт анализа поверки необходимо ввести некоторые дополнительные числовые данные, описанные в настройках методики поверки (атмосферное давление, температуру окружающей среды, объём вводимой пробы, концентрация пропана (сероводорода, метилмеркаптана) в ГСО и расход газа-носителя).

2.1. С помощью команды меню "Анализ\Выбор анализа" вызовите диалоговое окно "Выбор анализа" (см. Раздел 4.1 [1]) и выберите анализ, в который ранее была записана хроматограмма нулевого сигнала текущей поверки.

2.2. С помощью команды меню "Данные расчета\Паспорт анализа" вызовите диалоговое окно "Редактор параметров анализа" и выполните следующие операции:

- заполните текстовые и числовые параметры паспорта анализа, которые затребованы методикой поверки текущего детектора;
- с помощью кнопки "Прием" сохраните введенные данные для анализа поверки.

3. Запись сигнала с детектора при вводе ГСО.

Хроматограммы сигнала с детектора при вводе ГСО используются для определения метрологических характеристик выходных сигналов. Полученное среднее значение площади пика пропана (сероводорода, метилмеркаптана) используется для косвенного определения предела детектирования по детектору.

3.1. С помощью команды меню "Сбор\Выбор методик сбора" вызовите диалоговое окно "Выбор методик сбора" (см. Раздел 3.1 [1]) и выполните следующие операции:

- на панели "Хроматографы комплекса" выберите поверяемый хроматограф (если в составе комплекса, обслуживаемого программой "Анализатор", входят несколько хроматографов);
- на панели "Детекторы" выберите для поверяемого детектора методику с названием «Поверка №», где № - номер поверяемого хроматографа;
- с помощью кнопки "Применить" подтвердите текущий выбор режима сбора по детектору;

3.2. С помощью команды меню "Сбор\Настройка сбора" вызовите диалоговое окно "Настройка событийных параметров сбора" (см. Раздел 3.5 [1]), выберите полуавтоматический режим сбора и укажите номер анализа, в который ранее был записан нулевой сигнал текущей поверки.

3.3. Для проведения записи сигнала с детектора при анализе ГСО выполните следующие операции:

- с помощью команды меню "Сбор\Настройка сбора" вызовите диалоговое окно "Настройка событийных параметров сбора" и в раскрывающейся строке выбрать режим сбора «Сбор анализов»;
- с помощью команды меню "Команды сбора\Старт" запустите сбор хроматограммы ГСО согласно заданному в методике поверки режиму сбора;
- после окончания сбора программа "Анализатор" автоматически проведет расчет параметров пиков ГСО (высоты, площади и времени удерживания) по заданным в методике алгоритмам выделения данных пиков; одновременно будет произведён расчёт следующих параметров ГСО (удельной теплоты сгорания, плотности и т.д.);
- если в настройках методики выбран полуавтоматический режим проведения сбора, хроматограмма с результатами расчета автоматически будет записана в

очередную пробу (от 1 до 10) указанного анализа методики и запустится сбор следующей пробы.

3.4. Перерасчет СКО выходных сигналов производится программой автоматически после расчета и сохранения параметров пика для каждой отдельной пробы. Одновременно рассчитывается предел детектирования. Результаты поверки для метрологических характеристик выходного сигнала детектора и предела детектирования можно просмотреть и распечатать в режиме сбора при выборе команды меню "Данные сбора\Обзор протоколов", либо в режиме анализа, активизировав последний анализ текущей методики поверки.

Полученные значения ОСКО по теплоте сгорания и ОСКО выходного сигнала должны соответствовать предельным допустимым значениям, приведенным в настоящей методике поверки.

Значения относительного изменения выходного сигнала и результатов измерений теплоты сгорания за 24 часа непрерывной работы должны соответствовать предельным допустимым значениям, приведенным в настоящей методике поверки.

Величина предела детектирования должна соответствовать значениям, приведенным в настоящей методике поверки.

4. Литература.

1. Программа сбора и обработки хроматографических данных "Анализатор" версия 02.03. Краткое руководство оператора. НТФ "БАКС".