

**УТВЕРЖДАЮ**

Заместитель директора ФГУП «ВНИИМС»

В.Н.Яншин

" 24 " сентября 2015 г.



ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ ПОРТАТИВНЫЕ «S-ХРОМ»

Методика поверки

КС 50.440-000.МП.

Москва 2015 г.

Настоящая инструкция распространяется на хроматографы газовые портативные «S-Хром» ООО НТФ «БАКС», г. Самара (далее - хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методических указаний	Обязательное проведение операции при	
		выпуске и после ремонта	эксплуатации
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование:	6.2	да	да
– проверка идентификационных данных ПО.	6.2.1	да	да
– определение уровня флуктуационных шумов и предела детектирования	6.2.2	да	да <sup>1</sup>
Определение метрологических характеристик:	6.3	да	да
— определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	6.3.1	да	да
– определение относительного изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы;	6.3.2	да	да <sup>1</sup>
– определение показателей точности результатов измерений.	6.3.3	нет	да <sup>2</sup>

<sup>1)</sup> При отсутствии НД на методику измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563 - 2009.

<sup>2)</sup> При наличии НД на методику измерений.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

- ГСО № 9554-2010 состава газовой смеси 2-го разряда H<sub>2</sub>S, CH<sub>3</sub>SH, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SH, i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>SH, tret-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>SH, C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>SH, sec-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>SH, i-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>SH, C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>SH в метане. Объемная доля компонентов (10 – 200) млн<sup>-1</sup> (применяется при первичной поверке хроматографов в конфигурациях, предназначенных для анализа природного и сжиженного газа).

- ГСО № 8530-2004 состава газовой смеси 2-го разряда H<sub>2</sub>S, CH<sub>3</sub>SH и C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>SH в азоте, объемная доля компонентов (10 – 200) млн<sup>-1</sup> (применяется при периодической поверке и при первичной поверке хроматографов, предназначенных для анализа нефти).

- термометр лабораторный ТЛ4-Б2, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,1 °С;

- психрометр аспирационный МВ-4М, ГУ25.1607.054-85;

- барометр–анероид БАММ–1 по ТУ 25–11.1513–79;

Примечания:

1 Допускается применение других ГСО состава газовых смесей не ниже 2-го разряда, содержащих указанные компоненты в диапазоне объемной доли от 10 до 200 млн<sup>-1</sup> в метане, азоте, воздухе или гелии.

2 Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным.

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
– относительная влажность, %	от 30 до 80
– напряжение питания, В	220 ± 5
– частота напряжения питания, Гц	50 ± 1

3.2 Подготовительные работы выполняют в соответствии с Руководством по эксплуатации хроматографа.

3.3 1 Включают хроматограф в соответствии с Руководством по эксплуатации, задают следующие режимные параметры хроматографа.

Температура:

- испарителя 100 °С,
- колонки 60 °С,
- детектора 45 °С.

Расход газа-носителя:

- колонка 8 см<sup>3</sup>/мин,
- сброс 24 см<sup>3</sup>/мин,
- поддув в детекторе 8 см<sup>3</sup>/мин.

3.4 Баллоны с газовыми смесями выдерживают при комнатной температуре не менее 24 часов.

### 4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

4.1 Поверителем хроматографа может быть физическое лицо – сотрудник органа Государственной метрологической службы или юридического лица, аккредитованного на право поверки и прошедший аттестацию в порядке, установленном ПР 50.2.012-94.

4.2 Поверитель должен пройти специальную подготовку по поверке и калибровке хроматографических приборов и иметь соответствующее свидетельство.

4.3 Поверитель должен быть ознакомлен с эксплуатационными документами на поверяемый хроматограф.

### 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При поверке хроматографа соблюдают действующие «Правила устройства электроустановок» (ПУЭ), «Правила эксплуатации электроустановок потребителей» (ПЭЭП), «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок» (ПОТ РМ-016-2001), «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

5.2 Источниками опасности хроматографа являются:

- токоведущие части, находящиеся под напряжением;

- газовые магистрали высокого давления (0,4 МПа).

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

5.4 При проведении анализов горючих, вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться меры пожарной безопасности и правила техники безопасности, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем в соответствии со спецификой применяемых веществ.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

### 6.2 Опробование

#### 6.2.1 Проверка идентификационных данных ПО «Анализатор».

Сведения о программном обеспечении проверяют, выбирая в меню: «Справка»: «О программе».

Результат проверки считают положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют указанным данным:

- наименование ПО: «Анализатор»
- версия ПО: 02.03 релиз 9 (и выше)
- цифровой идентификатор ПО: 0x1BFE

6.2.2 Проверку уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и предела детектирования проводят с применением ГСО состава газовых смесей в соответствии с разд. 2.

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

Запись шумов производят в течение 10 мин (снимают хроматограмму без ввода пробы). Определяют амплитуду шумов  $\Delta_x$ , мкВ.

Уровень флуктуационных шумов не должен превышать значения 1,5 мкВ.

6.2.2.2 Для определения предела детектирования вводят в хроматограф пять раз контрольную газовую смесь. Находят средние значения площади пика компонентов по формуле (1)

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^5 S_i}{5} \quad (1)$$

где  $S_i$  – результат  $i$ -того измерения площади пика компонента, мкВ·с

6.2.2.3 Предел детектирования для электрохимического детектора,  $C_{\min, \text{ЭХД}}$ , г/см<sup>3</sup>, определяют по формуле (2).

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

где  $G$  – масса контрольного компонента, г;  
 $V_{\text{гн}}$  – скорость газа-носителя, см<sup>3</sup>/мин.

При использовании газовой пробы массу контрольного компонента  $G$ , г, определяют по формуле (3)

$$G_i = \frac{P \cdot M \cdot C \cdot V_z}{R \cdot (t + 273,15)} \cdot 10^{-3} = \frac{P \cdot T_0 \cdot X \cdot V_z}{(t + 273,15) \cdot P_0} \cdot 10^{-9}, \quad (3)$$

где  $V_z$  - объем газовой пробы, см<sup>3</sup>;  
 $P$  - давление газовой пробы (атмосферное), кПа;  
 $M$  - молярная масса определяемого компонента, г/моль;  
 $C$  - объемная доля контрольного компонента в газовой смеси (по паспорту), млн<sup>-1</sup>;  
 $R$  - газовая постоянная,  $R = 8,3 \cdot 10^6$  (Па см<sup>3</sup>)/(моль град);  
 $t$  - температура окружающей среды, °С,  
 $X$  - массовая концентрация определяемого компонента, мг/м<sup>3</sup>,  
 $P_0$  - атмосферное давление (н.у.),  $P_0 = 101,3$  кПа,  
 $T_0$  - температура (н.у.),  $T_0 = 293,15$  К.

Пределы детектирования, определенные для всех компонентов, должны быть не более:

сероводород H <sub>2</sub> S	2,0·10 <sup>-11</sup>
метантиол (метилмеркаптан) CH <sub>3</sub> SH	3,0·10 <sup>-11</sup>
этантиол (этилмеркаптан) C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SH	4,5·10 <sup>-11</sup>
1-пропантиол (пропилмеркаптан) C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH	5,5·10 <sup>-11</sup>
2-пропантиол (изопропилмеркаптан) C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH	7,0·10 <sup>-11</sup>
2-бутантиол (втор-бутилмеркаптан) C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH	7,0·10 <sup>-11</sup>
2-метил-2-пропантиол (трет-бутилмеркаптан) C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH	7,0·10 <sup>-11</sup>
2-метил-1-пропантиол (изобутилмеркаптан) C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH	9,0·10 <sup>-11</sup>
1-бутантиол (бутилмеркаптан) C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH	9,5·10 <sup>-11</sup>

### 6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала.

ГСО газовой смеси вводят в хроматограф не менее 5 раз, измеряют значения выходного сигнала (времени удерживания  $t_i$ , высоты  $h_i$  и площади пика  $S_i$ ) и вычисляют их средние арифметические значения.

Значения относительных СКО выходных сигналов, % определяют по формулам (4 – 6)

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{(t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

$$\sigma_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{(h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{(S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где  $\bar{t}, \bar{h}, \bar{S}$  - средние значения выходных сигналов (времени удерживания, высоты и площади пика  $i$ -того компонента).

$n$  - число измерений,  $n=5$ .

СКО выходных сигналов не должно превышать 3 % для высоты и площади пика, и 0,5 % для времени удерживания.

6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы.

Условия измерения – в соответствии с п. 3.1. Проводят операции, описанные в п.6.2.2.2. Через 24 часа непрерывной работы повторяют измерения.

Относительное изменение выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (8)

$$\delta_i = \frac{X - X_t}{X_t} \cdot 100 \quad (7)$$

где  $X$  и  $X_t$  – средние значения выходного сигнала вначале работы и через 24 часа непрерывной работы соответственно.

Значение относительного изменения выходных сигналов не должно превышать 10 %.

6.3.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол.

7.2 Положительные результаты поверки хроматографа оформляют выдачей свидетельства.

7.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей Методики поверки, к эксплуатации не допускают. Хроматографы изымают из обращения, свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

7.4 После ремонта хроматографы подвергают поверке.

Н.с. ФГУП "ВНИИМС"



Е.Г. Оленина