

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель руководителя  
ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

В.С.Александров

« 25 » \_\_\_\_\_ 12 \_\_\_\_\_ 2005 г.

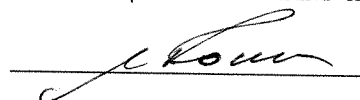
Хроматографы газовые промышленные  
**Analyzer** (модели 700, 771)

фирмы

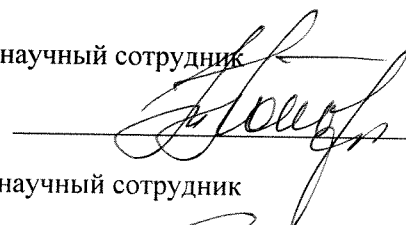
Emerson Process Management/ Daniel Measurement and Control Inc. /Daniel Europe Ltd./  
Rosemount Analytical Inc./Emerson Process Management Manufacturing GmbH&Co.OHG,  
США, Великобритания, Германия

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**  
МП-242-0304-2006

Руководитель  
отдела ГЦИ СИ «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»

 Л.А.Конопелько

Ст. научный сотрудник

 Т.А. Попова

Ст. научный сотрудник

 М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург

2005

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые промышленные **Analyzer (модели 700, 771)** и системы на их основе<sup>1</sup> фирмы Emerson Process Management/ Daniel Measurement and Control Inc. /Daniel Europe Ltd./ Rosemount Analytical Inc. /Emerson Process Management Manufacturing GmbH&Co.OHG, США, Великобритания, Германия и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Межповерочный интервал - 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

Операции поверки	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции	
		при ввозе в страну и после ремонта	в процессе эксплуатации
1. Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2. Опробование	6.2	Да	Да
3. Определение абсолютной погрешности хроматографа (системы)	6.3.	Да	Да

1.2. Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта методики поверки	Наименование основных и вспомогательных средств поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
6.3	ГСО-ИПГ регистр. №№ 8219- 8226-2003 (МСО №№2468÷2476), 8698-2005-имитаторы природного газа; ГСО ПГС №№ 6172-91, 8368-2003, 8369-2003 (H <sub>2</sub> S в азоте), ГСО ПГС №№ 8530÷8532-2004 (МСО №№3002÷3004)- (RSH в азоте); СО - ПГС, рег.№ 06.01.703 (H <sub>2</sub> +He в аргоне) по МИ 2590-2004 <sup>2</sup> .
4.1	Термометр лабораторный ТЛ4 №2 ГОСТ 27544-87 Диапазон измерения от 0 до +55 °С, цена деления 0,1 °С
4.1	Психрометр типа ПГ-1БМ по ГОСТ 6353-52 Диапазон измерений относительной влажности 10-100 %
	Барометр-анероид БАММ-1 ТУ 25-04-1618-72 Диапазон измеряемого давления от 80 до 110 кПа

<sup>1</sup> Конфигурации систем указаны в описании типа хроматографов.

<sup>2</sup> Каталог "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева. Эталонные материалы". СПб., 2004-2005 год.

2.2. Допускается применение средств поверки, не приведенных в таблице 2, но обеспечивающих определение характеристик с требуемой точностью.

2.3. Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а поверочная смесь - действующий паспорт.

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

3.2. При эксплуатации прибор должен быть надежно заземлен.

3.4. Проверка электрического сопротивления и электрической прочности изоляции проводится после ремонта силовых блоков комплекса сервис-инженером, авторизованным фирмой-изготовителем.

3.5. К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации хроматографа и имеющие навыки работы с прибором. К участию в поверке допускаются операторы, обслуживающие хроматограф.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
- атмосферное давление, кПа	84 ... 106,7
- относительная влажность воздуха, %	30 ... 80
- напряжение питания, переменное, В	220 ± 22
- или постоянное, в зависимости от комплектации хроматографа, В	24 ± 3
- частота сети, Гц	50 ± 1

Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля должны быть исключены.

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Выбор ГСО - имитатора природного газа (ИПГ).

5.1.1 ГСО-ИПГ, применяемый для поверки, должен быть выбран таким образом, чтобы содержание компонентов в нем было близко к содержанию компонентов в анализируемом природном/попутном газе.

5.2. Поверка по  $H_2S$ ,  $RSH$  и  $H_2$  проводится с помощью бинарных ГСО-ПГС на основе азота/гелия.

5.3. Подготовка хроматографа к работе.

5.3.1. Подготовить хроматограф к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации.

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1. При внешнем осмотре должно быть установлено отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа.

6.1.2. Должны быть установлены:

- а) соответствие комплектности хроматографа спецификации;
- б) четкость маркировки;

в) исправность органов управления, настройки и коррекции

Прибор считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует всем перечисленным выше требованиям.

## 6.2. Опробование.

Хроматограф (система) считается прошедшим опробование, если после включения питания на дисплее компьютера появляется главное окно программы.

## 6.3. Определение метрологических характеристик.

Для конкретного экземпляра хроматографа (системы) абсолютная погрешность определяется в диапазоне измерений, приведенном в протоколе градуировки.

6.3.1. Подключить баллон с поверочной смесью к дозирующему устройству хроматографа (системы). Используя программу управления комплексом провести 6 измерений объемной доли компонентов ИПГ. Отключить баллон.

6.3.2. Используя полученные данные, рассчитать систематическую составляющую погрешности хроматографа (системы) при измерении объемной доли  $j$ -го компонента ( $\hat{\Delta}_{os}$ ) по формуле (1):

$$\hat{\Delta}_{osj} = \frac{\sum_{i=1}^n \Delta_{ji}}{n} \quad (1)$$

где  $\Delta_{ji} = C_{ji} - C_{oj}$  - единичное отклонение;

$C_{ji}$ ,  $C_{oj}$  - результаты единичного  $i$ -го измерения для  $j$ -го компонента, выполненное с помощью хроматографа (системы) и паспортное значение содержания компонента в поверочной смеси, соответственно.

$n$  - число измерений в  $j$ -й точке ( $i = 1, 2, \dots, n$ ).

6.3.3. Используя полученные данные рассчитать СКО случайной составляющей погрешности хроматографа (системы) при измерении объемной доли  $j$ -го компонента по формуле (2)

$$\hat{\sigma}(\Delta_{\circ})_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta_{ji} - \Delta_{osj})^2}{n-1}} \quad (2)$$

6.3.4. Рассчитать значение погрешности хроматографа (системы) при измерении объемной доли  $j$ -го компонента  $\hat{\Delta}_{oj}$  по формуле (3)

$$\hat{\Delta}_{oj} = 2 \cdot \sqrt{\frac{\theta_j^2}{3} + \hat{\sigma}^2(\Delta_{\circ})_j} \quad (3)$$

где  $\theta_j$  - неисключенная систематическая составляющая погрешности =  $\hat{\Delta}_{osj}$

Хроматограф (система) считается прошедшим поверку по п. 6.3, если погрешность не превышает значений, указанных в таблице 1 приложения А.

## 6.4 Определение изменения выходного сигнала за 24 ч. непрерывной работы хроматографа.

6.4.1. Определение проводится по одному компоненту (преобладающему в смеси, используемой для поверки). Два раза измерить значения площади пика, соответствующего выбранному компоненту газовой смеси и вычислить среднее арифметическое значение.

6.4.2. Через 24 ч. непрерывной работы хроматографа повторно провести измерения по п.6.4.1.

6.4.3. Изменение выходного сигнала  $\delta_t$  (в процентах) определить по формуле:

$$\delta_t = \frac{S_t - S}{S} \cdot 100 \quad (4)$$

где:  $S$  - среднее арифметическое площади пика в начальный момент времени.

$S_t$  - среднее арифметическое значение объемной доли компонента через 24 часа.

Изменение выходного сигнала  $\delta_t$  не должно превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Объемная доля компонента, %	Относительное изменение площади пика ( $S$ ) в зависимости от объемной доли компонента ( $Y$ ), %, не более
От 0,00010 до 0,0010	$21 - 10000 \cdot Y$
Свыше 0,0010 до 0,010	$10 - 5 \cdot Y$
Свыше 0,010 до 0,10	$5 - 25 \cdot Y$
Свыше 0,10 до 1,0	$2,5 - 1,5 \cdot Y$
Свыше 1,0 до 10	$1,0 - 0,05 \cdot Y$
Свыше 10 до 50	$0,6 - 0,010 \cdot Y$

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Хроматограф (система), удовлетворяющий требованиям настоящей методики, признается годным к применению.

7.2. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке установленной формы.

7.3. При отрицательных результатах поверки применение хроматографа (системы) запрещается и выдается извещение о непригодности.

## 1.1 Постоянные и углеводородные газы - компоненты природного (попутного) газа

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений объемной доли (Y) компонента, %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, $\pm \Delta Y$ , %
CH <sub>4</sub>	50 – 99,9	$0,025 \cdot Y + 2,53$
O <sub>2</sub>	0,0030 – 2,0	$0,04 \cdot Y + 0,0014$
N <sub>2</sub>	0,05 – 20	$0,024 \cdot Y$
He	0,0003 – 6	$0,05 \cdot Y + 0,0002$
H <sub>2</sub>	0,00010 – 2,0	$0,05 \cdot Y + 0,0002$
CO <sub>2</sub>	от 0,001 до 0,010 св. 0,010 до 20	$0,17 \cdot Y + 0,0003$ $0,035 \cdot Y + 0,0016$
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	0,005 – 20	$0,024 \cdot Y + 0,0011$
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	0,0030 – 10	$0,035 \cdot Y + 0,0007$
и-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,0020 – 6	$0,05 \cdot Y + 0,0005$
н-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,0020 – 6	$0,05 \cdot Y + 0,0005$
нео-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,0010 – 0,5	$0,05 \cdot Y + 0,0003$
и-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,0010 – 2,5	$0,05 \cdot Y + 0,0003$
н-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,0010 – 2,5	$0,05 \cdot Y + 0,0003$
C <sub>6+</sub> , C <sub>6+</sub> высшие	от 0,0010 до 0,010 св. 0,010 до 1,0	$0,04 \cdot Y + 0,0014$ $0,05 \cdot Y + 0,0015$
C <sub>7+</sub>	от 0,0010 до 0,010 свыше 0,010 до 0,10	$0,04 \cdot Y + 0,0014$ $0,05 \cdot Y + 0,0015$
C <sub>8+</sub>	от 0,0010 до 0,010 св. 0,010 до 0,05	$0,04 \cdot Y + 0,0014$ $0,05 \cdot Y + 0,0015$
C <sub>9+</sub> высшие	от 0,0010 до 0,010 св. 0,010 до 0,025	$0,04 \cdot Y + 0,0014$ $0,05 \cdot Y + 0,0015$

## 1.2 Серосодержащие компоненты природного (попутного) газа

H <sub>2</sub> S	От 0,00010 до 0,0010 св. 0,0010 до 0,10 св. 0,10 до 20	$0,25 \cdot Y + 0,00002$ $0,14 \cdot Y + 0,0011$ $0,03 \cdot Y + 0,012$
COS	От 0,00010 до 0,0010 св. 0,0010 до 0,10	$0,25 \cdot Y + 0,00002$ $0,14 \cdot Y + 0,0011$
CH <sub>3</sub> SH	От 0,00010 до 0,0010 св. 0,0010 до 0,05	$0,25 \cdot Y + 0,00002$ $0,14 \cdot Y + 0,0011$
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SH	От 0,00010 до 0,0010 св. 0,0010 до 0,05	$0,25 \cdot Y + 0,00002$ $0,14 \cdot Y + 0,0011$
C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH	От 0,00010 до 0,0010 св. 0,0010 до 0,05	$0,25 \cdot Y + 0,00002$ $0,14 \cdot Y + 0,0011$