

119361, Москва, ул.Озерная, 46

Тел.: (495) 437 5577

Факс:(495) 437 5666

E-mail: Office@vniims.ru

www.vniims.ru

07.10.2014 № 104-11-3432

На № _____



Директору ФГУП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"
Ханову Н.И.

В соответствии с ПР 50.2.011-94 в методику поверки хроматографов газовых промышленных "Хромат-900-7" (Госреестр № 46817-11) внесены изменения согласно представлению ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева"

Регистрационные номера Госреестра и свидетельства об утверждении типа средств измерений хроматографов газовых промышленных "Хромат-900-7" сохранены.

Заместитель директора

В.А. Сковородников

Исп. Пахоленко Ю.В.
(495) 781-28-78

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
РОССТАНДАРТ



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

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19
Тел.: (812) 251-76-01, факс: (812) 713-01-14
e-mail: info@vniim.ru, http://www.vniim.ru
ОКПО 02566450, ОГРН 1027810219007
ИНН/КПП 7809022120/783901001

02 СЕН 2014

№

203/2-1-8645

на №

от

00027515

Директору ФГУП
«ВНИИМС»
С.А.Кононогову

Москва, ул.Озерная, д.46

Ю.В.Тавришвили
Н.И.Ханов
11.09.2014

Извещение об изменении в методике поверки

Направляем Извещение об изменении №2 к методике поверки МП 242-1108-2010
«Хроматографы газовые промышленные ХРОМАТ-900-7. Методика поверки»,
утвержденной ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 14.05.2012 года.

Директор

Н.И.Ханов

исп. Тудоровская О.В. 323-96-03

бр. 3432 изм.
05.12.09 2014

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель

ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ

им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

12.09 2014 г.



Извещение

об изменении №2 к документу

«МП-242-1108-2010. Хроматографы газовые промышленные ХРОМАТ-900-7. Методика поверки»,
утвержденному ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 14.05.2012 года.

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"


Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"


М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург

2014 г.

Изменение №2 к документу

«МП-242-1108-2010. Хроматографы газовые промышленные ХРОМАТ-900-7. Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» 14.05.2012 года.

Раздел 2, пункт 2.1:

Таблица 2.2 Перечень требований к поверочным ГСО-ПГС.

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (X), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) ¹⁾ , %
ГСО-ПГС № 1 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	99,97	$-0,0093 \cdot X + 0,939$
Этан	0,0050 – 0,0013	$0,01 \cdot X + 0,00015$
Пропан	0,0050 – 0,0013	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Гексан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	0,0100 – 0,0065	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	0,0100 – 0,0065	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	0,0100 – 0,0065	$0,03 \cdot X + 0,0004$
¹⁾ Расширенная неопределенность $U_C(X)$, %, при коэффициенте охвата $k=2$ соответствует границе абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$.		

Продолжение таблицы 2.2 Перечень требований к поверочным ГСО-ПГС.

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (X), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) ¹⁾ , %
ГСО-ПГС № 2 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	69,35	$-0,0093 \cdot X + 0,939$
Этан	6,5 – 8,25	$0,01 \cdot X + 0,00015$
Пропан	2,7 – 3,3	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	1,8 – 2,2	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	1,8 – 2,2	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,022 – 0,028	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Гексан	0,45 – 0,55	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	4,5 – 5,5	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	6,5 – 8,25	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,0004$

Продолжение таблицы 2.2 Перечень требований к поверочным ГСО-ПГС.

ГСО-ПГС № 3 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	45,05 – 40,00	$-0,0093 \cdot X + 0,939$
Этан	13,5 – 15,0	$0,01 \cdot X + 0,00015$
Пропан	5,4 – 6,0	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	3,6 – 4,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	3,6 – 4,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,047 – 0,05	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Гексан	0,9 – 1,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	9 - 10	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	13,5 – 15,0	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,0004$
<p>¹⁾ Расширенная неопределенность $U_C(X)$, %, при коэффициенте охвата $k=2$ соответствует границе абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$.</p> <p>Примечание - Содержание метана в ГСО-ПГС, определяется как разность между 100 % и суммой молярных долей указанных компонентов.</p>		

Заменить на:

Таблица 2.2 Перечень требований к поверочным ГСО-ПГС.

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (X), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) ¹⁾ , молярная доля, %
ГСО-ПГС № 1 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	99,9450 – 99,9175	$-0,0093 \cdot X + 0,939$ ²⁾
Этан	0,0050 – 0,0075	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Пропан	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
C ₆₊ высшие	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	0,0050 – 0,0075	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,0004$
<p>¹⁾ Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) при доверительной вероятности $P = 0,95$ соответствуют расширенной неопределенности $U_C(X)$, %, при коэффициенте охвата $k = 2$.</p> <p>²⁾ Формула применяется при определении молярной доли метана по разности. X – значение молярной доли компонента в ГСО-ПГС.</p>		

Продолжение таблицы 2.2 Перечень требований к поверочным ГСО-ПГС.

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (X), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) ¹⁾ , молярная доля, %
ГСО-ПГС № 2 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	73,03 – 66,42	$-0,0093 \cdot X + 0,939$ ²⁾
Этан	6,50 – 8,25	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Пропан	2,7 – 3,3	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	1,8 – 2,2	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	1,8 – 2,2	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,022 – 0,028	$0,03 \cdot X + 0,00008$
C ₆₊ высшие	0,45 – 0,55	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	4,5 – 5,5	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	6,5 – 8,25	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,0004$
ГСО-ПГС № 3 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	45,05 – 40,00	$-0,0093 \cdot X + 0,939$ ²⁾
Этан	13,5 – 15,0	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Пропан	5,4 – 6,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	3,6 – 4,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	3,6 – 4,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,047 – 0,05	$0,03 \cdot X + 0,00008$
C ₆₊ высшие	0,9 – 1,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	9 - 10	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	13,5 – 15,0	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,0004$
<p>¹⁾ Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) при доверительной вероятности P = 0,95 соответствуют расширенной неопределенности U_C(X), %, при коэффициенте охвата k = 2.</p> <p>²⁾ Формула применяется при определении молярной доли метана по разности. X – значение молярной доли компонента в ГСО-ПГС.</p>		

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.И. Ханов
2012 г.

ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ ПРОМЫШЛЕННЫЙ
«ХРОМАТ-900-7»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП-242-1108-2010

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


Л.А. Конопелько

Старший научный сотрудник
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


М.А. Мешалкин

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые промышленные «ХРОМАТ-900-7», изготавливаемые ФГУП СПО "Аналитприбор", г. Смоленск и устанавливает методику первичной поверки (при выпуске из производства и после ремонта) и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Межповерочный интервал - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.1 Операции по проведению поверки.

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование	6.2		
- проверка расхождения двух последовательных результатов измерений	6.2.1	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик	6.3		
- определение абсолютной погрешности хроматографа;	6.3.1	Да	Да
- проверка времени непрерывной работы хроматографа без корректировки показаний	6.3.2	Да	Да

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении той или иной операции, поверка хроматографа прекращается.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2.1 Средства поверки.

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
4.1; 6	Термометр лабораторный ТЛ-2М, диапазон измерений (0 – 100)°С, цена деления 1 °С; ТУ 22-2021.003-88
4.1; 6	Барометр-анероид М-67. Диапазон измерения от 610 до 790 мм рт. ст. ТУ25-04-1797-75
4.1; 6	Психрометр аспирационный электрический МВ-4М, ТУ25-1607.054-85
4.1; 6	Секундомер СДСпр-26-2 ТУ25-1894.003-90, 60/60, кл.2
6.2; 6.3	Трубка 1/8" Silcosteel Restek C/N 20596
6.2; 6.3	Трубка 1/8" Stainless Steel Restek C/N 21512
6.2; 6.3	Редуктор давления Restek C/N 21667 (из состава ИБЯЛ.413534.004) РД №3

Продолжение таблицы 2.1 Средства поверки.

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические (МХ) и основные технические характеристики средства поверки
6.2; 6.3	Редуктор давления Restek C/N 20662 (из состава ИБЯЛ.413534.004) РД №1, 2
6.2; 6.3	Тройник 1/8" Restek C/N 21927
6.2; 6.3	Кабель ввода электропитания (шнур ПВС 3×0,75)
6.2; 6.3	ПЭВМ с программным обеспечением управления и обработки хроматографической информации (ПО - ИБЯЛ.431214.311)
6.2; 6.3	Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74 (вспомогательный газ)
6.2; 6.3	Гелий газообразный; ТУ 51-940-80 (газ-носитель)
6.2; 6.3	Поверочные газовые смеси номер (ГСО-ПГС) по Госреестру 9299-2009 (ИПГ-13), согласно таблице 2.2

Таблица 2.2 Перечень требований к поверочным ГСО-ПГС.

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (X), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) ¹⁾ , молярная доля, %
ГСО-ПГС № 1 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	99,97	$-0,0093 \cdot X + 0,939$ ²⁾
Этан	0,0050 – 0,0013	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Пропан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,0050 – 0,0075	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Гексан	0,0050 – 0,0013	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	0,0100 – 0,0065	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	0,0100 – 0,0065	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	0,0100 – 0,0065	$0,03 \cdot X + 0,0004$
¹⁾ Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) при доверительной вероятности $P=0,95$ соответствуют расширенной неопределенность $U_C(X)$, %, при коэффициенте охвата $k=2$. ²⁾ Формула применяется при определении молярной доли метана по разности.		

Продолжение таблицы 2.2 Перечень требований к поверочным ГСО-ПГС.

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (X), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) ¹⁾ , молярная доля, %
ГСО-ПГС № 2 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	69,35	$-0,0093 \cdot X + 0,939$
Этан	6,5 – 8,25	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Пропан	2,7 – 3,3	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	1,8 – 2,2	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	1,8 – 2,2	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,022 – 0,028	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Гексан	0,45 – 0,55	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	4,5 – 5,5	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	6,5 – 8,25	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	0,9 – 1,1	$0,03 \cdot X + 0,0004$
ГСО-ПГС № 3 (ИПГ-13) (Номер по Госреестру 9299-2009)		
Метан	45,05 – 40,00	$-0,0093 \cdot X + 0,939$
Этан	13,5 – 15,0	$0,02 \cdot X + 0,00008$
Пропан	5,4 – 6,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Бутан	3,6 – 4,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Бутан	3,6 – 4,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Изо-Пентан	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Пентан	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Нео-Пентан	0,047 – 0,05	$0,03 \cdot X + 0,00008$
н-Гексан	0,9 – 1,0	$0,03 \cdot X + 0,00008$
Диоксид углерода	9 - 10	$0,03 \cdot X + 0,0004$
Азот	13,5 – 15,0	$0,02 \cdot X + 0,0004$
Кислород	1,8 – 2,0	$0,03 \cdot X + 0,0004$
<p>¹⁾ Пределы допускаемой абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) при доверительной вероятности $P=0,95$ соответствуют расширенной неопределенности $U_C(X)$, %, при коэффициенте охвата $k=2$.</p> <p>²⁾ Формула применяется при определении молярной доли метана по разности.</p>		

2.2 Все средства измерения должны иметь действующие свидетельства о поверке, поверочные газовые смеси в баллонах под давлением – действующие паспорта.

2.3 Допускается применение других средств поверки, метрологические характеристики которых не хуже указанных.

2.4 Допускается проведение периодической поверки по поверочной газовой смеси, с содержанием молярной доли компонентов близким к содержанию молярной доли компонентов в анализируемом ГГП.

3 Требования безопасности

3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

- требования техники безопасности при эксплуатации баллонов со сжатыми газами должны соответствовать «Правилам устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (ПБ03-576-03), утвержденным постановлением № 91 Госгортехнадзора России от 11.06.2003 г.;

- сброс газа при проверке хроматографа по ГСО-ПГС должен осуществляться за пределы помещения согласно «Правилам безопасности систем газораспределения и газопотребления» (ПБ12-529-03), утвержденным постановлением № 9 ГТН РФ от 18.03.2003 г. и «Правилам безопасности для объектов, использующих сжиженные углеводородные газы» (ПБ12-609-03), утвержденным постановлением № 40 ГТН РФ от 27.05.2003 г.;

- помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией;

- в помещении запрещается пользоваться открытым огнем и курить;

- к поверке допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки, эксплуатационную документацию, знающие правила эксплуатации электроустановок, в том числе во взрывоопасных зонах (главы 3.4 и 7.3 ПУЭ), правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением и имеющие квалификационную группу по электробезопасности не ниже III.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды

(20 ± 5) °С;

- относительная влажность

(60 ± 10) %;

- атмосферное давление

от 84 до 106,7 кПа

(от 630 до 795 мм рт. ст.).

Примечание – Изменение давления в процессе проведения поверки должно быть не более ± 5 кПа;

- давление ГСО-ПГС на входе канала «ПРОБА» блока подготовки газа (БПГ), МПа

от 0,02 до 0,4;

- расход ГСО-ПГС на входе канала «ПРОБА» блока аналитического (БА), мл/мин

от 25 до 50;

- параметры электропитания:

а) напряжение питания переменного тока, В

(230 ± 10);

б) частота переменного тока, Гц

(50 ± 1);

- механические воздействия, наличие пыли, агрессивных примесей, внешние электрические и магнитные поля, кроме земного, должны быть исключены;

- газ-носитель – гелий марки А по ТУ 51-940-80;

- расход газа носителя, мл/мин

($10,0 \pm 0,1$)

- температура термостата колонок, °С

(60 ± 1);

- ток через чувствительные элементы ДТП, мА

(200 ± 5);

- температура термостатов ДТП, °С

(100 ± 1);

- ГСО-ПГС – согласно таблице 2.2;

- вспомогательный газ – азот особой чистоты по ГОСТ 9293-74;

- давление вспомогательного газа на входе

БПГ, МПа

0,6;

БА, МПа

0,45;

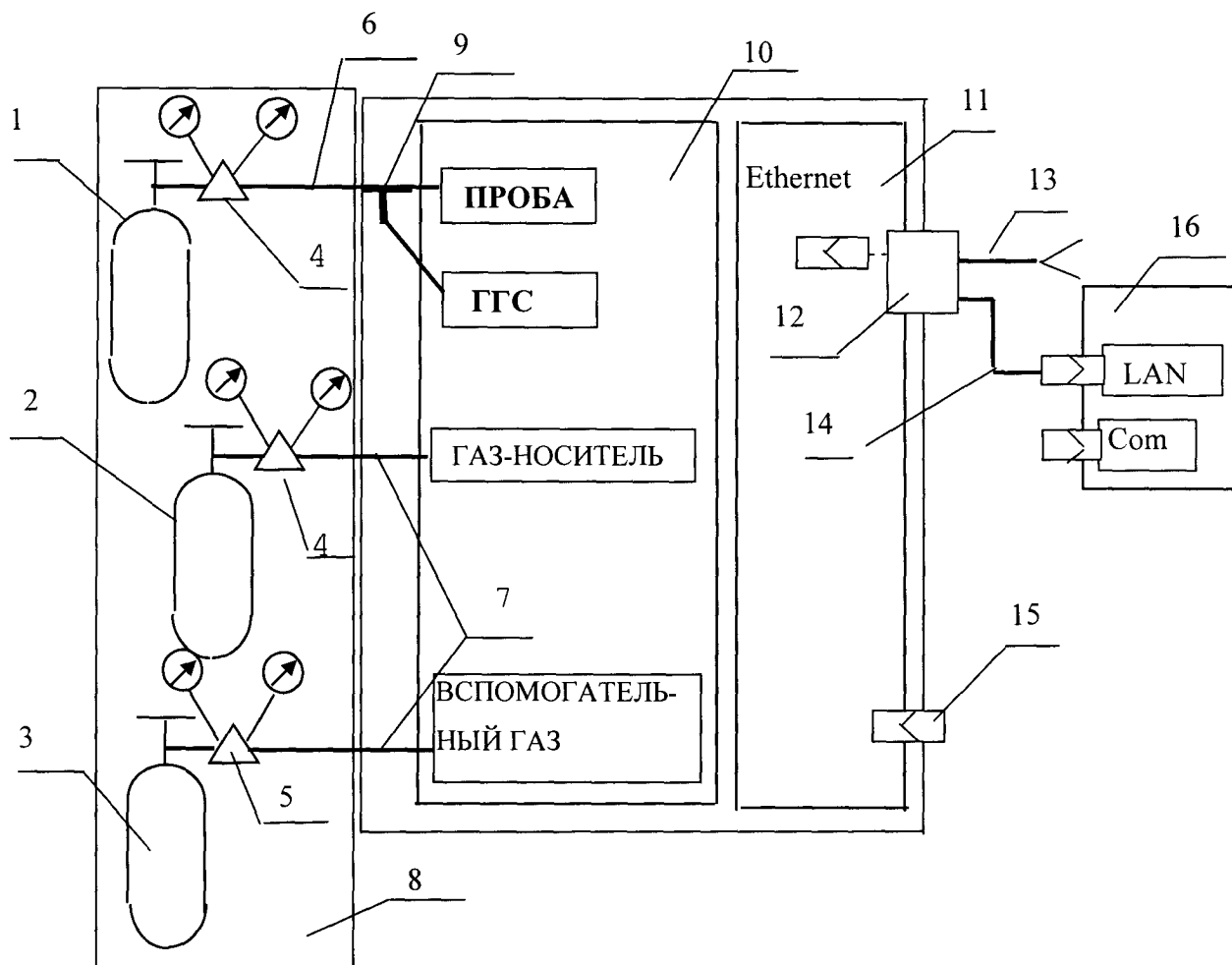
- длительность цикла измерения, мин

15.

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки необходимо выполнить следующие подготовительные работы:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- выдержать хроматограф и баллоны с ГСО-ПГС при температуре поверки в течение не менее 24 ч;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;
- ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф и настоящей методикой поверки;
- подготовить хроматограф к работе согласно разделу 2 руководства по эксплуатации ИБЯЛ.413538.002 РЭ;
- собрать схему проверки хроматографа по ГСО-ПГС согласно рисунку 1;
- обеспечить условия проведения поверки согласно разделу 4 настоящей методики;
- проверить время проведения последней градуировки хроматографа, выполненной согласно ГОСТ 31371.7-2008 (используемые градуировочные смеси должны содержать молярные доли компонентов близкие к содержанию молярной доли компонентов в поверочной смеси, а время, прошедшее после последней градуировки не должно превышать 24 ч).



- 1 – баллон с ГСО-ПГС;
- 2 – баллон с газом-носителем;
- 3 – баллон с вспомогательным газом;
- 4 – редукторы давления РД №1, РД №2;
- 5 – редуктор давления РД №3;
- 6 – трубка 1/8" с покрытием (Silcosteel Restek C/N 20596);
- 7 – трубка 1/8" нержавеющая сталь (Stainless Steel Restek C/N 21512);
- 8 – блок баллонный ИБЯЛ.413534.004;
- 9 – тройник 1/8";
- 10 – БПГ;
- 11 – БА;
- 12 – коробка соединительная;
- 13 – кабель ввода электропитания;
- 14 – жгут ИБЯЛ.685622.207;
- 15 – разъем подключения интерфейса RS485;
- 16 – ПК с установленным ПО.

Рисунок 1 – Схема проверки хроматографа по ГСО-ПГС

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра хроматографа должно быть установлено:

- 1) отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на метрологические характеристики хроматографа;
- 2) наличие маркировки хроматографа, согласно разделу 1 руководства по эксплуатации ИБЯЛ.413538.002 РЭ;
- 3) комплектность хроматографа, согласно разделу 1 руководства по эксплуатации ИБЯЛ.413538.002 РЭ;
- 4) наличие всех видов крепежа.

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

6.1.2 Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует указанным выше требованиям.

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка расхождения двух последовательных результатов измерений

6.2.1.1 Проверку расхождения двух последовательных результатов измерений проводить:

- при первичной проверке с использованием ГСО-ПГС №№ 1, 2, 3;
- при периодической проверке допускается использование поверочной газовой смеси с содержанием молярной доли компонентов, близким к содержанию молярной доли компонентов в анализируемом ГПП.

6.2.1.2 Подать на вход «ПРОБА» и «ГГС» ГСО-ПГС. Редуктором (4) установить давление на входе БПГ равным 0,3 МПа. Открыть кран подачи пробы на панели БПГ. Установить и проконтролировать по ротаметру расход пробы 25 – 30 мл/мин. Продуть ГСО-ПГС в течение 20 мин.

Примечание – При очередном включении хроматографа выполнить действия п.6.2.1.2 за 20 мин до завершения времени выхода на режим.

6.2.1.3 Следуя указаниям РО на ПО зарегистрировать две последовательные хроматограммы поверочной смеси.

6.2.1.4 Зафиксировать результаты измерения молярной доли каждого j -го компонента градуировочной смеси по первой и второй хроматограмме (x_{j1} , x_{j2} соответственно).

6.2.1.5 Рассчитать расхождения результатов измерений (r_j) для каждого j -го компонента градуировочной смеси по формуле

$$r_j = |x_{j1} - x_{j2}|, \quad (1)$$

6.2.1.6 Хроматограф считается выдержавшим проверку, если для каждого j -го компонента поверочной смеси полученные значения расхождения результатов измерений не превышают значений, указанных в таблице 6.1.

Таблица 6.1 Предельные значения расхождения результатов измерений.

Наименование компонента	r
Этан (C_2H_6)	$1,4 \cdot \sqrt{(0,04 \cdot X + 0,00026)^2 - 2 \cdot (0,02 \cdot X + 0,00008)^2}$
Пропан (C_3H_8)	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,00024)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,00008)^2}$
Изобутан (и- C_4H_{10})	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,00024)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,00008)^2}$
н-Бутан (н- C_4H_{10})	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,00024)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,00008)^2}$
Изопентан (и- C_5H_{12})	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,00024)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,00008)^2}$
н-Пентан (н- C_5H_{12})	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,00024)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,00008)^2}$
Неопентан (нео- C_5H_{12})	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,00024)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,00008)^2}$

Продолжение таблицы 6.1 Предельные значения расхождения результатов измерений.

Наименование компонента	r
$C_{6+высш.}$	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,00024)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,00008)^2}$
Диоксид углерода (CO_2)	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,0012)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,0004)^2}$
Кислород (O_2)	$1,4 \cdot \sqrt{(0,06 \cdot X + 0,0012)^2 - 2 \cdot (0,03 \cdot X + 0,0004)^2}$
Азот (N_2)	$1,4 \cdot \sqrt{(0,04 \cdot X + 0,0013)^2 - 2 \cdot (0,02 \cdot X + 0,0004)^2}$

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение абсолютной погрешности хроматографа

6.3.1.1 Определение абсолютной погрешности хроматографа проводить:

- при первичной поверке с использованием ГСО-ПГС №№ 1, 2, 3;
- при периодической поверке допускается использование поверочной газовой смеси с содержанием молярной доли компонентов, близким к содержанию молярной доли компонентов в анализируемом ГПП.

6.3.1.2 Подключить баллон с ГСО-ПГС одновременно на входы хроматографа «ПРОБА» и «ГГС». Редуктором (4) установить давление на входе БПГ равным 0,3 МПа. Открыть кран подачи пробы на панели БПГ. Установить и проконтролировать по ротаметру расход пробы 25 – 30 мл/мин. Продуть ГСО-ПГС в течение 20 мин.

6.3.1.3 Следуя указаниям РО на ПО зарегистрировать две последовательные хроматограммы градуировочной смеси.

6.3.1.4 Зафиксировать результаты измерения молярной доли каждого j -го компонента градуировочной смеси по первой и второй хроматограмме (x_{j1} , x_{j2} соответственно).

6.3.1.5 Рассчитать значение абсолютной погрешности хроматографа по формуле

$$\Delta_{ji} = x_d - x_{ji}, \quad (3)$$

где x_d – действительное значение молярной доли j -го компонента, указанное в паспорте на ГСО-ПГС, %.

6.3.1.6 За абсолютную погрешность хроматографа принимается максимальное по модулю значение Δ_{ji} , рассчитанное по формуле (3) для каждого из двух результатов измерений.

6.3.1.7 Хроматограф считается выдержавшим проверку, если полученное значение основной абсолютной погрешности не превышает пределов, указанных в таблице 6.2.

Таблица 6.2 Пределы допускаемой абсолютной погрешности.

Наименование компонента	Диапазон измерений молярной доли компонента ГПП, молярная доля, %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\Delta(X)^*$, молярная доля, %
Метан	40,0 – 99,97	$-0,0187 \cdot x + 1,88$
Этан	0,005 – 15,0	$0,04 \cdot x + 0,00026$
Пропан	0,005 – 6,0	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Изобутан	0,005 – 4,0	$0,06 \cdot x + 0,00024$
н-Бутан	0,005 – 4,0	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Изопентан	0,005 – 2,0	$0,06 \cdot x + 0,00024$
н-Пентан	0,005 – 2,0	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Неопентан	0,005 – 0,05	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Гексаны (C _{6+высшие}) ^{**}	0,005 – 1,0	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Диоксид углерода	0,005 – 10,00	$0,06 \cdot x + 0,0012$
Азот	0,005 – 15,0	$0,04 \cdot x + 0,0013$
Кислород	0,005 – 2,0	$0,06 \cdot x + 0,0012$

Примечания
 1 – ^{*} – Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\Delta(X)$ при доверительной вероятности $P=0,95$ соответствуют расширенной неопределенности $U(X)$ при коэффициенте охвата $k=2$;
 2 – ^{**} – углеводороды, более тяжелые, чем н-пентан, рассматриваемые как единый «псевдокомпонент» C_{6+высшие}, измеряют как один компонент со свойствами н-гексана;
 x – значение молярной доли компонента в пробе ГПП, %.

6.3.2 Проверка времени непрерывной работы хроматографа без корректировки показаний

6.3.2.1 Проверку времени непрерывной работы хроматографа без корректировки показаний проводить:

- при первичной поверке на ГСО-ПГС №2;
- при периодической поверке допускается использование поверочной газовой смеси с содержанием молярной доли компонентов, близким к содержанию молярной доли компонентов в анализируемом ГПП.

6.3.2.2 Следуя указаниям РО, в настройках параметров хроматографа выполнить действия, запрещающие автоматическую градуировку через заданный временной интервал - «запретить градуировку».

6.3.2.3 Зафиксировать время (час, дата) и выполнить проверку хроматографа согласно методикам пп. 6.2.1 и 6.3.1 (первая серия измерений). Через 24 ч с момента завершения первой серии измерений возобновить подачу ГСО-ПГС № 2, выдержать 20 мин и провести два очередных (вторая серия) цикла измерений молярной доли. Зафиксировать значения измерения молярной доли, рассчитать расхождение по формуле (1) и абсолютную погрешность по формуле (3) для двух измерений.

6.3.2.4 Хроматограф считается выдержавшим проверку, если для каждого j-го компонента градуировочной смеси полученные значения абсолютной погрешности результатов измерений не превышают пределов, указанных в п.6.3.1.7.

7 Оформление результатов поверки

7.1. При проведении поверки необходимо вести протокол поверки по форме, приведенной в приложении 1.

7.2 Хроматограф, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению и клеймят путем нанесения оттиска поверительного клейма на корпусе хроматографа или делают соответствующую отметку в техническую документацию или выдают свидетельство о поверке согласно ПР 50.2.006-94.

7.3 При отрицательных результатах поверки клеймо предыдущей поверки гасят и аннулируют свидетельство о поверке, эксплуатацию хроматографа запрещают и направляют в ремонт. В технической документации делают отметку о непригодности, выдают извещение установленной формы согласно ПР 50.2.006-94 с указанием причин непригодности.

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

**ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ ПРОМЫШЛЕННЫЙ
«ХРОМАТ-900-7»**

Зав.№ _____
 Принадлежит _____
 ИНН владельца _____
 Дата выпуска _____
 Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;
 атмосферное давление _____ кПа;
 относительная влажность _____ %.

Документ, по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования

3. Результаты определения абсолютной погрешности хроматографа

4. Результаты проверки времени непрерывной работы хроматографа без корректировки показаний.

Заключение _____

Поверитель _____
 (подпись)