

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

УТВЕРЖДАЮ
И. о. директора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

З А М Е С Т И Т Е Л
Е. П. [подпись]
Д О В Е Р Е Н Н Ъ
О Т 03 О К Т Я
А. Н. Пронин
17 ноября 2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений


Хроматографы газовые промышленные специализированные МикроСАМ РУС


Методика поверки

МП-242-1855-2015

с Изменением № 1

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»


Ю.А. Кустиков

Разработал
Руководитель сектора
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Т.А. Попова

г. Санкт-Петербург
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые промышленные специализированные МикроСАМ РУС (хроматограф), предназначенные для непрерывных автоматических измерений молярной доли компонентов газа горючего природного в соответствии с ГОСТ 31371.7-2008 с последующим расчетом значений физико-химических показателей проб газа горючего природного по ГОСТ 31369-2008, изготовленные ООО «НПО «ЭКОХИМПРИБОР», г. Москва, как находящиеся в эксплуатации, так и вновь выпущенные.

Настоящая методика поверки устанавливает методы и средства первичной поверки хроматографов перед вводом в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Примечание – При работе по настоящей методике поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 – Перечень обязательных операций поверки

№ п/п	Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций		
			первичная поверка		периодическая поверка
			перед вводом в эксплуатацию	после ремонта	
1	Внешний осмотр	6.1	Да	Да	Да
2	Опробование	6.2	Да	Да	Да
	- определение разрешения двух соседних хроматографических пиков компонентов горючего газа природного (ГПП)				
3	Определение соответствия программного обеспечения (ПО)	6.3	Да	Да	Да
4	Определение абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений	6.4	Да	Да	Да
5	Определение изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа.	6.5	Да	Да	Да

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2 При отрицательных результатах поверки по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшую поверку хроматографа прекращают и его признают прошедшим поверку с отрицательным результатом.

1.3 Допускается при проведении периодической поверки поверять отдельные автономные блоки хроматографа в соответствии с письменным заявлением владельца средства измерений (СИ), с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

1.4 Допускается при проведении периодической поверки поверять меньшее число компонентов, используемых для измерений в соответствии с письменным заявлением владельца

хроматографа с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

1.5 Допускается изменять порядок проведения операций поверки, например, сначала провести операции поверки с поверочной смесью ГСО-ПГС №1, а затем с ГСО-ПГС №2.
(Измененная редакция, Изм. № 1)

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
6	Термометр ТЛ-2-4-Б2 по ГОСТ 28498-90. Диапазон измерений 0 – 50°C, цена деления 0,1°C
6	Барометр-анероид М-110 ТУ 25.04-1799-75 (№ 3745-73 регистрационный номер в Федеральном информационном фонде)
6	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М по ТУ 25-1607.054-85 (№ 10069-01 регистрационный номер в Федеральном информационном фонде)
6	Поверочные газовые смеси (ПГС) – Стандартные образцы ГСО 9299-2009 (ИПГ-13) и/или ГСО 10540-2014. Метрологические характеристики стандартных образцов состава природного газа приведены в таблицах 3 и 4.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Выбор поверочной газовой смеси определяется комплектацией хроматографа газового промышленного специализированного МикроСАМ РУС.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Таблица 3 – Стандартный образец ГСО 9299-2009

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (x), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm \Delta (x)^1$, %
Смесь № 1 ГСО 9299-2009 (ИПГ-13)		
Метан (СН ₄)	не более 99,97	- 0,0093·x + 0,939
Этан (С ₂ Н ₆)	0,020 – 0,08	0,02·x + 0,00008
Пропан (С ₃ Н ₈)	0,010 – 0,04	0,03·x + 0,00008
Изобутан (и-С ₄ Н ₁₀)	0,005 – 0,015	0,03·x + 0,00008
н-Бутан (н-С ₄ Н ₁₀)	0,005 – 0,015	0,03·x + 0,00008
Изопентан (и-С ₅ Н ₁₂)	0,005 – 0,015	0,03·x + 0,00008
н-Пентан (н-С ₅ Н ₁₂)	0,005 – 0,015	0,03·x + 0,00008
2,2-Диметилпропан (нео-С ₅ Н ₁₂) ²⁾	0,005 – 0,015	0,03·x + 0,00008
н-Гексан (С ₆ Н ₁₄)	0,005 – 0,015	0,03·x + 0,00008
Диоксид углерода (СО ₂)	0,005 – 0,015	0,03·x + 0,0004
Азот (N ₂)	0,25 – 0,75	0,02·x + 0,0004
Гелий (He) ³⁾	0,0010 – 0,003	0,03·x + 0,00008
Водород (H ₂) ³⁾	0,0010 – 0,003	0,03·x + 0,00008

Окончание таблицы 3

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (x), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm \Delta (x)^1$, %
Смесь № 2 ГСО 9299-2009 (ИПГ-13)		
Метан (CH ₄)	не менее 40	$-0,0093 \cdot x + 0,939$
Этан (C ₂ H ₆)	10 – 15	$0,02 \cdot x + 0,00008$
Пропан (C ₃ H ₈)	3 – 6	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Изобутан (и-C ₄ H ₁₀)	2,0 – 4	$0,03 \cdot x + 0,00008$
н-Бутан (н-C ₄ H ₁₀)	2,0 – 4	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Изопентан (и-C ₅ H ₁₂)	0,4 – 2,0	$0,03 \cdot x + 0,00008$
н-Пентан (н-C ₅ H ₁₂)	0,4 – 2,0	$0,03 \cdot x + 0,00008$
2,2-Диметилпропан (нео-C ₅ H ₁₂)	0,03 – 0,05	$0,03 \cdot x + 0,00008$
н-Гексан (C ₆ H ₁₄)	0,4 – 1,5	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Диоксид углерода (CO ₂)	2,0 – 4	$0,03 \cdot x + 0,0004$
Азот (N ₂)	5 – 10	$0,02 \cdot x + 0,0004$
Гелий (He) ³⁾	0,2 – 1,0	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Водород (H ₂) ³⁾	0,2 – 1,0	$0,03 \cdot x + 0,00008$
¹⁾ Соответствует абсолютной расширенной неопределенности $U(x)$, %, при коэффициенте охвата $k = 2$. ²⁾ Допускается не включать в состав поверочной смеси при периодической поверке по ГСО-ИПС-имитатору природного газа. ³⁾ Допускается не включать в состав поверочной смеси при поверке, в случае отсутствия в комплектации хроматографа аналитического модуля по измерению молярной доли гелия и водорода в ГП.		

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 4 – Стандартный образец ГСО 10540-2014

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (x), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm \Delta (x)^1$, %
Стандартный образец № 3, ГСО 10540-2014		
Сероводород (H ₂ S) ²⁾	0,005 – 0,0075	$0,10 \cdot x$
Карбонилсульфид (COS) ²⁾	0,005 – 0,0075	$0,10 \cdot x$
Этан (C ₂ H ₆)	0,020 – 0,08	$0,02 \cdot x + 0,00008$
Пропан (C ₃ H ₈) ³⁾	0,010 – 0,04	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Изобутан (и-C ₄ H ₁₀) ³⁾	0,005 – 0,015	$0,03 \cdot x + 0,00008$
н-Бутан (н-C ₄ H ₁₀) ³⁾	0,005 – 0,015	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Изопентан (и-C ₅ H ₁₂) ³⁾	0,005 – 0,015	$0,03 \cdot x + 0,00008$
н-Пентан (н-C ₅ H ₁₂) ³⁾	0,005 – 0,015	$0,03 \cdot x + 0,00008$
2,2-Диметилпропан (нео-C ₅ H ₁₂) ^{3) и 4)}	0,005 – 0,015	$0,03 \cdot x + 0,00008$
н-Гексан (C ₆ H ₁₄) ³⁾	0,005 – 0,015	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Диоксид углерода (CO ₂) ³⁾	0,005 – 0,015	$0,03 \cdot x + 0,0004$
Азот (N ₂) ³⁾	0,25 – 0,75	$0,02 \cdot x + 0,0004$
Гелий (He) ^{3) и 5)}	0,0010 – 0,003	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Водород (H ₂) ^{3) и 5)}	0,0010 – 0,003	$0,03 \cdot x + 0,00008$
Метан (CH ₄)	не более 99,97	$-0,0093 \cdot x + 0,939$

Окончание таблицы 4

Определяемый компонент	Диапазон молярной доли компонентов (x), %	Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm \Delta(x)^1$, %
Стандартный образец № 4, ГСО 10540-2014		
Сероводород (H ₂ S) ²⁾	4 – 5	0,025·x
Карбонилсульфид (COS) ²⁾	4 – 5	0,025·x
Этан (C ₂ H ₆)	10 – 15	0,02·x + 0,00008
Пропан (C ₃ H ₈) ³⁾	3 – 6	0,03·x + 0,00008
Изобутан (и-C ₄ H ₁₀) ³⁾	2,0 – 4	0,03·x + 0,00008
н-Бутан (н-C ₄ H ₁₀) ³⁾	2,0 – 4	0,03·x + 0,00008
Изопентан (и-C ₅ H ₁₂) ³⁾	0,4 – 2,0	0,03·x + 0,00008
н-Пентан (н-C ₅ H ₁₂) ³⁾	0,4 – 2,0	0,03·x + 0,00008
2,2-Диметилпропан (нео-C ₅ H ₁₂) ³⁾	0,03 – 0,05	0,03·x + 0,00008
н-Гексан (C ₆ H ₁₄) ³⁾	0,4 – 1,5	0,03·x + 0,00008
Диоксид углерода (CO ₂) ³⁾	2,0 – 4	0,03·x + 0,0004
Азот (N ₂) ³⁾	5 – 10	0,02·x + 0,0004
Гелий (He) ^{3) и 5)}	0,2 – 1,0	0,03·x + 0,00008
Водород (H ₂) ^{3) и 5)}	0,2 – 1,0	0,03·x + 0,00008
Метан (CH ₄)	не менее 40	- 0,0093·x + 0,939

¹⁾ Соответствует абсолютной расширенной неопределенности $U(x)$, %, при коэффициенте охвата $k = 2$.
²⁾ Допускается не включать в состав поверочной смеси при отсутствии в комплектации хроматографа опции по измерению молярной доли сероводорода и карбонилсульфида в ГТП.
³⁾ Допускается не включать в состав поверочной смеси, если данный компонент дублируется в поверочной смеси ГСО 9299-2009 (ИПГ-13).
⁴⁾ Допускается не включать в состав поверочной смеси при периодической поверке по ГСО 10540-2014.
⁵⁾ Допускается не включать в состав поверочной смеси при поверке, в случае отсутствия в комплектации хроматографа аналитического модуля для измерения молярной доли гелия и водорода в ГТП.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.6 Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в установленном порядке и имеющих характеристики не хуже указанных.

2.7 Допускается проведение периодической поверки по одной (или нескольким) ГСО 9307-2009 (ПГМ-6) с молярной долей компонентов, близкой к значению молярной доли компонентов в анализируемом ГТП.

2.8 Все средства должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы – действующие паспорта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от 15 до 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
- относительная влажность не более 80 %.

Примечание – Если нормальные условия обеспечить невозможно или нецелесообразно, допускается проводить поверку в рабочих условиях, если они удовлетворяют условиям эксплуатации поверяемого хроматографа и всех средств поверки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

4.1 Поверка хроматографа осуществляется физическим лицом, аттестованным в качестве поверителя органом ГМС.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

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

4.3 Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.4 В помещении запрещается пользоваться открытым огнем и курить.

4.5 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением необходимо соблюдать Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25.03.2014 г. № 116.

4.6 К поверке допускаются лица (поверитель, оператор) изучившие настоящую методику поверки, эксплуатационную документацию на хроматографы, ознакомленные с ГОСТ Р 52931-2008 и ГОСТ 8.578-2014, знающие правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением и имеющие квалификационную группу по электробезопасности не ниже III.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

При подготовке к поверке необходимо провести следующее:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- выдержать хроматограф и баллоны с поверочными газовыми смесями при температуре поверки не менее 24 ч;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;
- обеспечить условия проведения поверки согласно пункту 3 настоящей методики поверки;
- ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф, описанием программного обеспечения и настоящей методикой поверки;
- проверить, что хроматограф подготовлен к работе согласно указаниям руководства по эксплуатации;
- проверить дату проведения последней градуировки хроматографа, выполненной согласно ГОСТ 31371.7-2008 (используемая градуировочная смесь должна иметь значения молярной доли компонентов близкие к значению молярной доли компонентов в поверочной смеси, а время, прошедшее после последней градуировки, не должно превышать 24 ч).

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При внешнем осмотре проверяют:

- отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность хроматографа;
- правильность установки прибора;
- соответствие комплектации хроматографа, согласно технической документации на него;

- правильность подключения технологических газов и соответствие их характеристик требованиям по чистоте;
- четкость маркировки хроматографа, согласно технической документации на него;
- исправность средств управления, настройки и коррекции.

Примечание – Проверку комплектации хроматографа проводят только при первичной проверке.

Считают, что хроматограф выдержал внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

6.2 Опробование. Определение разрешения двух соседних хроматографических пиков компонентов ГПП

6.2.1 Определение разрешения двух соседних хроматографических пиков компонентов ГПП проводят после выхода хроматографа на режим. Условия измерений должны соответствовать п. 3 данной методики.

Определение проводят с использованием поверочных газовых смесей № 2 и/или № 4.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Примечание – Допускается периодическую поверку проводить с использованием поверочной газовой смеси с значением молярной доли компонентов, близким к значению молярной доли компонентов в анализируемом газе. Отличие значений молярной доли компонентов в анализируемом газе и поверочной смеси не должно превышать значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 – Отличие значений молярной доли компонентов в анализируемом газе и поверочной смеси.

Значение молярной доли компонента в анализируемом газе, %	Относительное отклонение значений молярной доли компонента в анализируемом газе и поверочной смеси, %, не более
От 0,001 до 0,1 включ.	±100
Св. 0,1 до 1 включ.	±50
Св. 1 до 10 включ.	±10
Св. 10 до 50 включ.	±5
Св. 50 до 100 включ.	±3

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Проверку степени газохроматографического разделения проводят для следующих пар компонентов:

- азот – метан;
- метан – диоксид углерода;
- и-бутан – н-бутан;
- гелий – водород;
- этан – сероводород.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Примечания

1 Проверку степени газохроматографического разделения для пары компонентов этан – сероводород, проводят только при наличии в комплектации хроматографа опции по измерению молярной доли сероводорода и карбонилсульфида в ГПП.

2 Проверку степени газохроматографического разделения для пары компонентов гелий – водород, проводят только при наличии в комплектации хроматографа аналитического модуля для измерения молярной доли гелия и водорода в ГПП.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.2.2 На вход хроматографа подают ПГС № 2 и/или №4, продувают линию подачи газа, проводят измерение и регистрируют хроматограмму.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Разрешение двух соседних пиков компонентов вычисляют по формуле

$$R_{AB} = \frac{|t_y^A - t_y^B|}{\lambda_{0.5A} + \lambda_{0.5B}}, \quad (1)$$

где t_y^A, t_y^B – времена удерживания компонентов A и B , разрешение R_{AB} которых определяется, с;

$\lambda_{0.5A}, \lambda_{0.5B}$ – значения ширины пиков A и B на половине высоты, с.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Считают, что хроматограф выдержал проверку по п. 6.2, если вычисленное значение разрешения R_{AB} двух соседних хроматографических пиков компонентов ГГП не менее:

- азот – метан	0,1;
- метан – диоксид углерода	1,0;
- и-бутан – н-бутан	1,0;
- гелий – водород	1,0;
- этан – сероводород	1,0.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.3 Определение соответствия программного обеспечения

Определение соответствия программного обеспечения SITRANS CV (ПО SITRANS CV) версия 3.10.00 проводят по номеру версии (идентификационного номера) и контрольной сумме расчетного модуля (CRC-коды) встроенного программного обеспечения SICV и сервисного (внешнего) ПО CVControl.

При каждом запуске сервисного программного обеспечения CVControl открывается диалоговое окно (рисунок 1). В поле «Хроматограф» диалогового окна отображаются:

- в графе «Версия программного обеспечения» («Software Version») версия встроенного ПО SICV – 3.10.03;

- в графе «Сигнатура программного обеспечения» («Software Signature») контрольная сумма ПО SICV – 909D.

В поле «Пользовательский интерфейс» («User Interface») отображаются:

- в графе «Версия программного обеспечения» («Software Version») версия сервисного (внешнего) ПО CVControl – 2.8.2.0;

- в графе «Сигнатура программного обеспечения» («Software Signature») контрольная сумма внешнего ПО CVControl – BC80959F.

Считают, что хроматограф выдержал проверку по п. 6.3, если данные диалогового окна соответствуют данным (номера версий встроенного и сервисного ПО и контрольная сумма расчетного модуля), приведенным выше и на рисунке 1.

Рисунок 1 – Вид диалогового окна сервисного (внешнего) ПО «CVControl»

В случае обновления ПО SITRANS CV номера версии и CRC-коды встроенного программного обеспечения SICV и сервисного (внешнего) ПО CVControl указанные в диалоговом окне (см. рис. 1), сравнивают с номерами версий и контрольными суммами, приведенными в документации на новое программное обеспечение.

6.4 Определение абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений

6.4.1 Определение абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений проводят после выхода хроматографа на режим. Условия измерений должны соответствовать п. 3 данной методики. Определение абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений проводят с использованием стандартных образцов №№1,2 ГСО 9299-2009 (ИПГ-13) и /или №№ 3, 4 ГСО 10540-2014. Диапазоны молярной доли компонентов ГПП приведены в таблицах 3 и 4.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Примечание – Допускается периодическую поверку проводить с использованием одной поверочной газовой смеси с молярной долей компонентов, близкой к значению молярной доли компонентов в анализируемом ГПП. Отличие значений молярной доли компонентов в анализируемом газе и поверочной смеси не должно превышать значений, приведенных в таблице 5. При этом определение абсолютной погрешности хроматографа проводят только в отношении компонентов с молярной долей более 0,005 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.4.2 На вход хроматографа подают поверочную газовую смесь, продувают линию подачи газа и проводят измерения в соответствии с методикой измерения ГОСТ 31371-2008. Смесь вводят в хроматограф не менее 2 раз.

6.4.3 Операцию по п. 6.4.2 повторяют для другой ПГС.

6.4.4 По отчетам программного обеспечения о результатах измерения молярной доли компонентов для каждой поверочной смеси рассчитывают значение абсолютной погрешности по формуле

$$\Delta_{ji} = x_{jd} - x_{ji}, \quad (2)$$

где x_{jd} – действительное значение молярной доли j -го компонента, указанное в паспорте на ГСО-ПГС, %

x_{ji} – измеренное значение молярной доли j -го компонента, %.

За абсолютную погрешность хроматографа принимают максимальное по модулю значение Δ_{ji} , рассчитанное по формуле (2).

Считают, что хроматограф выдержал проверку по п. 6.4, если полученное значение абсолютной погрешности не превышает пределов, вычисляемых по формулам таблицы 6.

Таблица 6 – Пределы допускаемой абсолютной погрешности

Наименование компонента	Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm \Delta(x)$, % ¹⁾
Метан	$-0,0187 \cdot x + 1,88$
Этан	$0,04 \cdot x + 0,00026$
Пропан	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Изобутан	$0,06 \cdot x + 0,00024$
н-Бутан	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Изопентан	$0,06 \cdot x + 0,00024$
н-Пентан	$0,06 \cdot x + 0,00024$
2,2-Диметилпропан	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Гексаны (C ₆₊ высшие)	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Диоксид углерода	$0,06 \cdot x + 0,0012$
Азот (N ₂) (суммарно с кислородом (O ₂) и аргоном (Ar))	$0,04 \cdot x + 0,0013$
Гелий (He)	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Водород (H ₂)	$0,06 \cdot x + 0,00024$
Сероводород (H ₂ S)	$0,1 \cdot x + 0,0005$
Карбонилсульфид (COS)	$0,1 \cdot x + 0,0005$

¹⁾соответствует абсолютной расширенной неопределенности результата измерения молярной доли компонента $U(x)$, %, при коэффициенте охвата $k=2$.
 x – измеренное значение молярной доли компонента ГСО-ПГС.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

6.5 Проверка стабильности работы хроматографа между градуировками в условиях непрерывной работы хроматографа

6.5.1 Проверку стабильности работы хроматографа проводят после градуировки по поверочной газовой смеси (смесь №1 и/или смесь №3), указанных в таблицах 3 и 4, отключив автоматическую градуировку.

6.5.2 В линию анализируемого газа хроматографа подают ПГС и проводят измерения молярной доли компонентов ГГП в соответствии с методикой измерения ГОСТ 31371.7-2008. Смесь вводят в хроматограф не менее 2 раз. Вычисляют среднеарифметическое значение результата измерения молярной доли компонентов, x_{j1} , поверочной смеси.

6.5.3 При необходимости операцию по п. 6.5.2 проводят для ПГС №3.

6.5.4 Через 24 ч непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по п. 6.5.2 и 6.5.3 данной методики. Вычисляют среднеарифметическое значение результата измерения молярной доли компонентов, x_{j24} , через 24 ч непрерывной работы хроматографа.

6.5.5 Проверяют приемлемость полученных результатов измерения. Проверку приемлемости двух измерений проводят по значению расхождения r

$$r_j = |x_{j1} - x_{j24}| \quad (3)$$

где x_{j1} – среднеарифметическое значение результата измерения молярной доли компонента полученное непосредственно после градуировки хроматографа по ГОСТ 31371.7-2008;

x_{j24} – среднеарифметическое значение результата измерения молярной доли компонента полученное через 23 ч непрерывной работы хроматографа.

П р и м е ч а н и е – Допускается периодическую поверку проводить с использованием одной поверочной газовой смеси с молярной долей компонентов, близкой к значению молярной доли компонентов в анализируемом ГГП. Отличие значений молярной доли компонентов в анализируемом газе и поверочной смеси не должно превышать значений, приведенных в таблице 5.

Считают, что хроматограф выдержал проверку по п. 6.5, если для каждого j -го компонента поверочной смеси полученные значения расхождения r_j не превышают пределов, вычисляемых по формулам таблицы 6.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 При проведении поверки составляют протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении А.

7.2 Хроматограф, прошедший с положительными результатами все проверки, признают годным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно Приказу Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (далее Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 №1815).

7.3 При отрицательных результатах поверки эксплуатацию хроматографа запрещают и выдают извещение установленной формы согласно Приказу Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 с указанием причин непригодности.

7.4 Знак поверки хроматографа газового промышленного специализированного МикроСАМ РУС наносится на свидетельство о поверке.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Приложение А

(обязательное)

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Хроматограф газовый промышленный специализированный МикроСАМ РУС

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 определения разрешения двух соседних хроматографических пиков компонентов горючего газа природного (ГГП) _____

3. Результаты определения соответствия ПО _____

4. Результаты определения абсолютной погрешности хроматографа _____

5. Результаты определение изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа _____

Заключение _____

Поверитель: должность, ФИО _____

(подпись)