

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии  
Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»  
(ФГУП «УНИИМ»)

УТВЕРЖДАЮ  
Директор ФГУП «УНИИМ»  
  
С.В. Медведевских  
« 17 » 02 2017 г.



ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

**ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ ПРОМЫШЛЕННЫЕ**  
**PGC5009**

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ**

**МП 140 -223-2016**

Екатеринбург  
2017

Предисловие

1 РАЗРАБОТАНА

ФГУП “Уральский научно-исследовательский институт метрологии”  
(ФГУП “УНИИМ”)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ

Терентьев Г.И.

3 УТВЕРЖДЕНА

ФГУП “УНИИМ”

2017 г.

4 ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ

## Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Операции поверки.....	2
4 Средства поверки.....	2
5 Требования безопасности .....	2
6 Условия поверки и подготовка к ней.....	3
7 Проведение поверки .....	3
8 Оформление результатов поверки .....	7
Приложение А (рекомендуемое) Форма протокола поверки.....	8

<b>Государственная система обеспечения единства измерений</b> <b>ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ ПРОМЫШЛЕННЫЕ PGC5009</b> <b>Методика поверки</b>	МП 140-223-2016
--	-----------------

Дата введения 2017 -...-...

## 1 Область применения

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые промышленные PGC5009 (далее – хроматографы), производимые фирмой “ABB Inc.”, США. и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Хроматографы оснащены пламенно-ионизационным детектором (ПИД) и предназначены для измерения содержания (массовой, объемной или молярной доли) органических и неорганических веществ в различных технологических средах. Методика поверки разработана с учетом требований ГОСТ Р 8.771-2011.

Интервал между поверками – 1 год.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 14710-78 «Толуол нефтяной. Технические условия»

ГОСТ 8.395-80 ГСИ. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования

ГОСТ 8.485-2013 ГСИ. Хроматографы аналитические газовые лабораторные. Методика поверки

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ Р 51330.16-99 (МЭК 60079-17-96) Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 17. Проверка и техническое обслуживание электроустановок во взрывоопасных зонах (кроме подземных выработок)

ГОСТ Р 51673-2000 Водород газообразный чистый. Технические условия

Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 N 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

### 3 Операции поверки

3.1 При проведении поверки хроматографа PGC5009 выполняют операции, указанные в таблице 1.

3.2 При получении отрицательных результатов при проведении любой операции поверку прекращают, хроматограф признают непригодными к применению.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта НД по поверке	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Опробование: - определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	7.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик:	7.3		
- определение предела детектирования;	7.3.1	Да	Да
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала: времени удерживания $t$ , с, высоты $h$ , мВ, площади пика $S$ , мВ·с;	7.3.2	Да	Да
- определение относительного изменения параметров выходного сигнала: времени удерживания $t$ , с, высоты $h$ , мВ, площади пика $S$ , мВ·с за 48 ч непрерывной работы хроматографа.	7.3.3	Да	Да

### 4 Средства поверки

Стандартный образец состава толуола (А3.1.0-112-ЦСО) - ГСО 7333-96. Молярная (массовая) доля толуола 99,96 %. Границы абсолютной погрешности аттестованного значения СО составляют  $\pm 0,01$  % при  $P=0,95$ .

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других СО состава, не приведенных в перечне, но обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого СИ с требуемой точностью.

### 5 Требования безопасности

При проведении поверки соблюдают требования безопасности, изложенные в «Руководстве по эксплуатации» хроматографа PGC5009, ГОСТ Р 51330.16-99 (МЭК 60079-17-96), требования безопасности и санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.007-76.

## 6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки хроматографа соблюдают нормальные условия измерений по ГОСТ 8.395:

- |                                       |                   |
|---------------------------------------|-------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | 23 ± 5;           |
| - давление, кПа                       | от 84,0 до 106,7; |
| - относительная влажность воздуха, %  | от 30 до 80.      |

6.2 Перед проведением поверки проводят подготовку хроматографа к работе в соответствии с «Руководством по эксплуатации».

## 7 Проведение поверки

### 7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности поверяемого хроматографа требованиям, установленным в эксплуатационной документации (ЭД);
- отсутствие повреждений и дефектов;
- исправность органов управления.

### 7.2 Опробование

7.2.1 При опробовании необходимо проверить действия органов управления и регулирования, работоспособность хроматографа в соответствии с ЭД на хроматограф.

#### 7.2.2 Проверка программного обеспечения

Программное обеспечение с идентификационным наименованием Firmware проверке не подлежит.

#### 7.2.3 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Хроматограф включают и после стабилизации режима работы определяют уровень шумов нулевого сигнала без ввода пробы.

При поверке хроматографа с ПИД детектором используют газ - носитель водород первого или высшего сорта по ГОСТ Р 51673.

Значения параметров режима хроматографа приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Значения параметров режима хроматографа

Детектор	Наименование параметра	Значение параметра
ПИД	Температура термостатов, °С:	
	- детектора	250 ± 50
	- испарителя	200 ÷ 450

За уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала,  $\Delta_x$ , мВ, принимают максимальную амплитуду повторяющихся колебаний нулевого (без ввода пробы) сигнала с периодом не более 20 с, измеренную по хроматограмме.

### 7.3 Определение метрологических характеристик

#### 7.3.1 Определение предела детектирования

Для определения предела детектирования в хроматограф с детекторами ПИД пять раз вводят стандартный образец (СО) состава толуола - ГСО 7333-96.

СО состава толуола вводят с помощью автоматического крана-дозатора объемом  $0,125 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$  (0,125 мкл) или другим объемом (0,150 или 0,250 мкл), в зависимости от типа штока крана дозатора, в колонку хроматографа.

Автоматический кран-дозатор объемом  $0,125 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$  (0,125 мкл) (или другим объемом) полностью заполняют СО состава толуола. В колонку хроматографа вводят 1/11 часть (или другую часть) СО состава толуола от находящегося в автоматическом кране-дозаторе.

**П р и м е ч а н и е:** введение малого объема СО состава толуола в колонку хроматографа обусловлено высокой чувствительностью ПИД детектора.

Предел детектирования  $C_{\min}$ , г/с, рассчитывают по формуле

$$C_{\min} = (2\Delta_x \cdot G) / S_{\text{ср}}, \quad (1)$$

где  $\Delta_x$  – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала в милливольтгах с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора (по хроматограмме), мВ;

$S_{\text{ср}}$  – среднее арифметическое значение площади пика на хроматограмме, мВ·с;

$G$  – масса контрольного вещества в виде жидкой пробы СО состава толуола, г, определяют по формуле

$$G = (V_{\text{ж}} \cdot \rho_{\text{ж}}), \quad (2)$$

где  $V_T$  – объем жидкой пробы СО состава толуола, вводимой в хроматограф,  $\text{см}^3$ ;

$\rho_{\text{ж}}$  – плотность жидкой пробы толуола ( $0,86709 \text{ г/см}^3$  при  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ),  $\text{г/см}^3$ . Плотность толуола, определяемую ареометром, при  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ , в соответствии с ГОСТ 14710, вычисляют по формуле

$$\rho(20 \text{ }^\circ\text{C}) = \rho(t) + \gamma \cdot (t - 20), \quad (3)$$

где  $\rho(t)$  – плотность толуола при температуре  $t$ ,  $\text{г/см}^3$ ;

$\gamma$  – температурная поправка к плотности, которая для толуола равна  $0,00093 \text{ г/см}^3$ ;

$t$  – температура толуола,  $^\circ\text{C}$ .

Полученное значение предела детектирования должно быть не более  $3,0 \cdot 10^{-11} \text{ г/с}$  (по толуолу).

### 7.3.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала: времени удерживания $t$ , с, высоты $h$ , мВ, площади пика $S$ , мВ·с

Определение относительного СКО выходного сигнала на хроматографе PGC5009 проводят при условиях, указанных в таблице 2, одновременно допускается выполнять определение предела детектирования. Режимы измерений и газ-носитель в соответствии с таблицей 2.

Относительное СКО выходного сигнала определяют для всех нормируемых информативных параметров выходного сигнала: времени удерживания  $t$ , с, высоте  $h$ , мВ, площади пика  $S$ , мВ·с.

Автоматический кран-дозатор объемом  $0,125 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$  ( $0,125 \text{ мкл}$ ) (или другим объемом) полностью заполняют СО состава толуола. В колонку хроматографа вводят 1/11 часть СО состава толуола от находящегося в автоматическом кране-дозаторе. Пробу СО состава толуола вводят в колонку хроматографа 5 раз.

По полученным пяти хроматограммам, с помощью программного обеспечения, определяют значения выходного сигнала по времени удерживания  $t$ , с, высоте  $h$ , мВ, площади пика  $S$ , мВ·с ( $t_i$ ,  $h_i$ ,  $S_i$ ), находят их средние значения  $t_{\text{ср}}$ , с,  $h_{\text{ср}}$ , мВ,  $S_{\text{ср}}$ , мВ·с и рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерений выходного сигнала по времени удерживания  $S_t$ , %, высоте пика  $S_h$ , %, и площади пика  $S_s$ , %, по формулам:

$$S_t = \frac{100}{t_{\text{ср}}} \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (t_i - t_{\text{ср}})^2}, \quad (4)$$

где



$$t_{cp} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n t_i, \quad (5)$$

$$S_h = \frac{100}{h_{cp}} \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (h_i - h_{cp})^2}, \quad (6)$$

где

$$h_{cp} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n h_i, \quad (7)$$

$$S_s = \frac{100}{S_{cp}} \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (S_i - S_{cp})^2}, \quad (8)$$

где

$$S_{cp} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n S_i. \quad (9)$$

Полученные значения относительного СКО для всех нормируемых информативных параметров: времени удерживания  $t$ , с, высоте  $h$ , мВ, площади пика  $S$ , мВ·с, должны быть не более 1 %.

### 7.3.3 Определение относительного изменения параметров выходного сигнала: времени удерживания $t$ , с, высоты $h$ , мВ, площади пика $S$ , мВ·с за 48 ч непрерывной работы

Определение относительного изменения параметров выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы проводят одновременно с определением относительного СКО по п. 7.3.2.

Проводят операции по 7.3.2 и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала –  $X_{cp}(t_{cp}, h_{cp}, S_{cp})$ . Через 48 ч непрерывной работы снова проводят измерения по 7.3.2 и определяют средние арифметические значения параметров  $X_{cрт}(t_{cрт}, h_{cрт}, S_{cрт})$ .

Относительное изменение параметров выходного сигнала (высоты, площади пика и времени удерживания),  $\delta_t$ , %, за 48 ч непрерывной работы определяют по формуле

$$\delta_t = (X_{cрт} - X_{cp}) \cdot 100 / X_{cp}. \quad (10)$$

Полученные значения изменения параметров выходного сигнала (высоты или площади пика и времени удерживания),  $\delta_t$ , %, должны быть в интервале  $\pm 2$  %.

## 8 Оформление результатов поверки

8.1 Результаты поверки заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А. Протокол поверки хранят до следующей поверки.

8.2 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 N 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

8.3 В случае отрицательных результатов поверки хроматограф признают непригодным к применению, свидетельство о предыдущей поверке аннулируют и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Приказом Минпромторга России от 02.07.2015 N 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Ведущий научный сотрудник  
лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ»



Г.И. Терентьев

ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(рекомендуемое)

**ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № \_\_\_\_\_  
от « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Наименование и тип хроматографа и детектора

Принадлежит \_\_\_\_\_

Дата выпуска, зав. № \_\_\_\_\_

Изготовитель \_\_\_\_\_

Средства поверки:

- стандартный образец состава толуола (А3.1.0-112-ЦСО) - ГСО 7333-96. Молярная (массовая) доля толуола 99,96 %. Границы погрешности аттестованного значения СО состава  $\pm 0,01$  % при  $P=0,95$ ;

- водород газообразный чистый первого или высшего сорта по ГОСТ Р 51673;

- азот особой чистоты по ГОСТ 9293.

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха, °С

- давление, кПа

- относительная влажность воздуха, %

Методика поверки: МП 140-223-2016 Государственная система обеспечения единства измерений. Хроматографы газовые промышленные PGC5009. Методика поверки.

**РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

А.1 Внешний осмотр \_\_\_\_\_

А.2 Опробование

А.2.1 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Детектор	Значение уровня шумов	
	по руководству по эксплуатации (РЭ)	действительное
ПВД		

## А.3 Определение метрологических характеристик

## А.3.1 Определение предела детектирования

Детектор	Среднее значение выходного сигнала, В	Значение предела детектирования, г/с	
		по РЭ	действительное
ПИД		$3,0 \cdot 10^{-11}$	

Полученное значение предела детектирования не более (более) нормированного в РЭ (по толуолу).

А.3.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала по времени удерживания  $t$ , с, высоте  $h$ , мВ, площади пика  $S$ , мВ·с

№ п/п	Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала		
	$t_i$ , с	$h_i$ , мВ	$S_i$ , мВ·с	$t_{cp}$ , с	$h_{cp}$ , мВ	$S_{cp}$ , мВ·с	$S_t$ , %	$S_h$ , %	$S_s$ , %
1									
2									
3									
4									
5									

Полученные значения относительного СКО для всех нормируемых информативных параметров выходного сигнала: времени удерживания  $t$ , с, высоты  $h$ , мВ, площади пика  $S$ , мВ·с, не более (более) 1 %.

## 3.3 Определение относительного изменения параметров выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы

№ п/п	Среднее арифметическое значение выходного сигнала в первый час работы хроматографа			Среднее арифметическое значение выходного сигнала через 48 часов непрерывной работы			Относительное изменение параметров выходного сигнала через 48 часов непрерывной работы, $\delta_i$ , %			Значение $\delta_i$ , %, по РЭ		
	$t_{cp}$ , с	$h_{cp}$ , мм	$S_{cp}$ , мм <sup>2</sup>	$t_{cpt}$ , с	$h_{cpt}$ , мм	$S_{cpt}$ , мм <sup>2</sup>	$\delta_t(t)$	$\delta_t(h)$	$\delta_t(s)$	$\delta_t(t)$	$\delta_t(h)$	$\delta_t(s)$
1										2	2	2

Полученные значения изменения параметров выходного сигнала (высоты, площади пика и времени удерживания),  $\delta_i$ , %, не более (более)  $\pm 2$  %.

Выводы: полученные значения предела детектирования, относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала  $h_i$ ,  $t_i$ ,  $S_i$  и относительного изменения параметров выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы не превышают (превышают) величин, указанных в РЭ и настоящей методики поверки.

Заключение:

Хроматограф газовый промышленный PGC5009, заводской номер ..... годен (не годен) к применению.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности)

№ \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ .

Срок действия свидетельства до \_\_\_\_\_ .

Поверитель

\_\_\_\_\_  
(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку