



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП «ВНИИМС»

_____ В.Н.Яншин

" 24 "

сентября

_____ 2015 г.

ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ ПОРТАТИВНЫЕ «S-ХРОМ»

Методика поверки

КС 50.440-000.МП.

и.р. 62848-15

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 ¹
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 ¹
– определение показателей точности результатов измерений.	6.3.3	нет	да ²

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

²⁾ При наличии НД на методику измерений.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

- ГСО № 9554-2010 состава газовой смеси 2-го разряда H₂S, CH₃SH, C₂H₅SH, i-C₃H₇SH, tret-C₄H₉SH, C₃H₇SH, sec-C₄H₉SH, i-C₄H₉SH, C₄H₉SH в метане. Объемная доля компонентов (10 – 200) млн⁻¹ (применяется при первичной поверке хроматографов в конфигурациях, предназначенных для анализа природного и сжиженного газа).

- ГСО № 8530-2004 состава газовой смеси 2-го разряда H₂S, CH₃SH и C₂H₅SH в азоте, объемная доля компонентов (10 – 200) млн⁻¹ (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, ТУ25.1607.054-85;

- 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⁻¹ 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 см³/мин,
- сброс 24 см³/мин,
- поддув в детекторе 8 см³/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 Δ_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/см³, 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, см³/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, см³;

P - давление газовой пробы (атмосферное), кПа;

M - молярная масса определяемого компонента, г/моль;

C - объемная доля контрольного компонента в газовой смеси (по паспорту), млн⁻¹;

R - газовая постоянная, $R = 8,3 \cdot 10^6$ (Па см³)/(моль град);

t - температура окружающей среды, °С,

X - массовая концентрация определяемого компонента, мг/м³,

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

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