

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Системы газохроматографические AC Reformulyzer M4

Назначение средства измерений

Системы газохроматографические AC Reformulyzer M4 предназначены для измерений объемной (массовой) доли групп компонентов (насыщенных, олефиновых и ароматических углеводородов), бензола, кислородсодержащих веществ и общего содержания кислорода в бензине, его товарных смесях и других нефтепродуктах по стандартизированным методикам измерений.

Описание средства измерений

Системы газохроматографические AC Reformulyzer M4 выполнены на базе хроматографа газового 7890В (№ 55612-13 в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений) с дополнительным блоком Reformulyzer M4 Application Unit и представляют собой стационарную автоматизированную газохроматографическую систему, обеспечивающую ввод пробы, разделение ее на компоненты с использованием варианта многомерной газовой хроматографии с последующей регистрацией пламенно-ионизационным детектором, обработку полученных хроматограмм и вычисления массовой или объемной доли компонентов по ГОСТ Р ЕН ИСО 22854-2010 и ISO 22854:2016.

Общий вид систем AC Reformulyzer M4 представлен на рисунке 1. Знак поверки наносится на переднюю панель хроматографа (нижняя часть блока управления). Пломбирование систем AC Reformulyzer M4 не предусмотрено.



Рисунок 1 - Общий вид системы газохроматографической AC Reformulyzer M4

Система газохроматографическая AC Reformulyzer M4 состоит из газового хроматографа 7890В с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) и портом с делением потока, оборудованным модулем контроля давления с электронным управлением, автоинжектора и дополнительного блока.

В термостате хроматографа и в дополнительном блоке установлены:

- предколонка («ловушка для спиртов») предназначена для отделения спиртов от остальной части пробы);
- комбинированная полярная колонка OV-275 (предназначена для предварительного разделения образца на три фракции);
- «ловушка» для эфиров и спиртов (предназначена для частичного удерживания фракций, поступающих с колонки OV-275, и для отделения эфиров от углеводов);
- неполярная колонка (разделение по температурам кипения - предназначена для отделения низкокипящих ароматических соединений от высококипящих парафиновых и нефтяных углеводов);
- «олефиновая ловушка» (предназначена для отделения ненасыщенных углеводородов от насыщенных);
- платиновый катализатор (предназначен для гидрирования олефиновых углеводородов);
- «ловушка» с цеолитом 5A (предназначена для разделения нормальных и разветвлённых насыщенных углеводородов);
- колонка с цеолитом 13X (предназначена для отделения парафинов от нефтяных углеводородов с одинаковым числом углеродных атомов);
- переключающие краны.

Часть хроматографических колонок и ловушек выполнена в виде неразъемного картриджа с встроенным нагревателем и датчиком температуры.

В качестве газа-носителя применяют азот.

Принцип действия системы газохроматографической AC Reformulyzer M4 основан на методе многомерной газовой хроматографии, при котором введенная в инжектор проба последовательно проходит через несколько переключающихся колонок, при этом происходит ее разделение на группы компонентов в соответствии с химическими свойствами и числом атомов углерода. После разделения компоненты пробы поступают в пламенно-ионизационный детектор (ПИД), где происходят непрерывные измерения тока ионизации, зависящего от содержания горючих компонентов в газе-носителе, проходящем через детектор. Результаты измерений тока ионизации отображаются на экране монитора ПК в виде хроматограммы, которая вместе с информацией о пробе и результатами интегрирования может быть сохранена в памяти персонального компьютера.

Разделение, в зависимости от выбранного метода, может быть произведено на следующие классы:

- парафины C₄-C₁₁ (насыщенные углеводороды с линейной структурой);
- изопарафины C₄-C₁₁ (насыщенные углеводороды с разветвленной структурой);
- олефины C₄-C₁₁ (непредельные углеводороды);
- изоолефины C₄-C₁₁ (непредельные углеводороды с разветвленной структурой);
- циклоолефины C₄-C₁₁ (алициклические непредельные углеводороды);
- нафтены C₅-C₁₁ (алициклические насыщенные углеводороды);
- ароматические углеводороды C₆-C₁₀;
- кислородосодержащие соединения (оксигенаты) C₁-C₆, включая метанол, этанол, н-пропанол, изопропанол, трет-бутанол, изобутанол, 2-бутанол, трет-амиловый спирт, метил-*трет*-бутиловый эфир (МТБЭ), этил-*трет*-бутиловый эфир (ЭТБЭ), диизопропиловый эфир (ДИПЭ), *трет*-амил-метиловый эфир (ТАМЭ).

Управление системой и методом анализа и отображение результатов измерений обеспечивают с помощью комплекса сбора и обработки информации, включающего программное обеспечение хроматографа 7890B OpenLAB (OpenLAB CDS ChemStation Edition OpenLAB CDS EZChrom Edition) и программное обеспечение «Reformulyzer Plugin» на базе ПО «Enterprise Workbench».

Предусмотрена также возможность проведения экспресс-определения состава (метод Fast Group Type), определения без пробоподготовки состава бензинов с содержанием этанола

до 85%, (метод E85) и развернутого анализа состава товарных автомобильных бензинов с определением содержания насыщенных и ненасыщенных углеводородов нормального, разветвленного и циклического строения, а также ароматических углеводородов и оксигенатов (метод OPIONA (ОПИОНА)).

Программное обеспечение

Программное обеспечение хроматографа 7890В обеспечивает управление параметрами хроматографа (потоками газов, температурой инжектора, детектора и термостата хроматографа), получение, обработку и хранение хроматограмм.

Программное обеспечение «Reformulyzer Plugin» на базе ПО «Enterprise Workbench» предназначено для управления температурой колонок и ловушек, установленных в дополнительном блоке Reformulyzer M4 Application Unit, а также обработки результатов измерений с определением массовой (объемной) доли компонентов (групп компонентов) по ГОСТ Р ЕН ИСО 22854-2010.

В ПО предустановлены следующие методы анализа, включающие в себя параметры хроматографического разделения, обработки хроматограмм, и алгоритм обработки результатов:

- PNA (ПНА) или OPNA (ОПНА). Предназначен для определения содержания парафинов, нафтенов и ароматических углеводородов, как с кислородсодержащими соединениями, так и без. Общее время анализа 25 или 30 минут.

- PIPNA (ПИПНА) или PIANO (ПИАНО). Определение содержания нормальных парафинов, изопарафинов, нафтенов и ароматических углеводородов за 30 или 40 минут. Эти режимы подходят для прямогонного бензина, сырья и продуктов риформинга. Режим ПИАНО также позволяет определить содержание олефинов.

- PONA (ПОНА) и PIONA (ПИОНА). Применяется для образцов с относительно высоким содержанием олефинов, например, бензина каталитического крекинга.

- Gasoline (бензин). Метод для анализа бензина. Определение содержания ароматических углеводородов, олефинов и бензола в автомобильных бензинах за 39 минут.

Идентификационные данные программного обеспечения ПО OpenLAB приведены в таблицах 1 - 2. Цифровые идентификаторы приведены для указанных версий ПО. Алгоритм вычисления цифровых идентификаторов MD5.

Таблица 1 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OpenLAB CDS ChemStation Edition
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже C.01.03
Цифровой идентификатор ПО	OpenLabServerUtility.exe: 36fldlced07cd6b68271ee5069556be2

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OpenLAB CDS EZChrom Edition
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже A.04.02
Цифровой идентификатор ПО	EZChromAutomation.exe: 816c87078e182bbbd94f8d37ab6a6fc2

Идентификационные данные программного обеспечения «Reformulyzer Plugin» на базе ПО «Enterprise Workbench» приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Reformulyzer Plugin на базе ПО Enterprise Workbench
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 1.2.1.509
Цифровой идентификатор ПО	-

Метрологически значимая часть ПО «Reformulyzer Plugin» на базе ПО «Enterprise Workbench» недоступна пользователю.

Уровень защиты программного обеспечения систем газохроматографических АС Reformulyzer M4 – «высокий» по Р 50.2.077-2014 (метрологически значимая часть ПО СИ и измеренные данные достаточно защищены с помощью специальных средств защиты от преднамеренных изменений).

Влияние встроенного программного обеспечения учтено при нормировании метрологических характеристик.

Метрологические и технические характеристики

Диапазоны измерений и пределы допускаемого среднеквадратического отклонения результатов измерений и пределы повторяемости для двух последовательно выполненных измерений (методы Gasoline Mode, ПНА, ОПНА, ПИПНА, ПИАНО, ПОНА, ПИОНА - см. раздел Программное обеспечение) представлены в таблице 4.

Таблица 4 - Метрологические характеристики

Компонент	Диапазон измерений, объемная доля, %	Предел среднеквадратического отклонения, σ , объемная доля, %	Предел повторяемости ($n=2, P = 0,95$) r , объемная доля, %
Насыщенные углеводороды (алканы)	от 0,8 до 99,0	0,18	0,5
Ароматические углеводороды	от 0,3 до 65	$0,0034 \cdot X + 0,07$	$0,0095 \cdot X + 0,1952$
Олефины (алкены)	от 0,5 до 50	$0,0066 \cdot X + 0,051$	$0,0185 \cdot X + 0,1415$
Бензол	от 0,01 до 0,80 включ. св. 0,80 до 2,0	$0,0072$ $0,0053 \cdot X + 0,0011$	$0,02$ $0,0147 \cdot X + 0,0031$
Кислородсодержащие соединения	от 0,8 до 17,0	$0,0070 \cdot X + 0,0009$	$0,0193 \cdot X + 0,0024$
Примечание: X - измеренное значение объемной доли, %			

Масса (без принадлежностей), кг, не более

газовый хроматограф 53
модуль М4 19,5

Габаритные размеры (без принадлежностей), мм, не более

газовый хроматограф 540×500×580
модуль М4 320×500×580
автоинжектор (высота в дополнение к хроматографу) 420

Потребляемая мощность, Вт, не более

газовый хроматограф 2250
модуль М4 750

Условия эксплуатации:	
- температура окружающего воздуха, °С	от +15 до +35
- относительная влажность, %	от 5 до 80
- атмосферное давление, кПа	от 77,0 до 106,7
- электрическое питание	
напряжение питания переменного тока, В	
- газовый хроматограф	120±10 % и 230±10 %
- модуль М4	от 90 до 264
частота переменного тока, Гц	
- газовый хроматограф	от 48 до 63
- модуль М4	от 47,5 до 63

Знак утверждения типа

наносится на заднюю панель средства измерений методом наклейки и на титульный лист руководства по эксплуатации типографским способом.

Комплектность средства измерений

Система газохроматографическая AC Reformulyzer M4 в составе:

- хроматограф газовый Agilent 7890В,
- модуль М4,
- автоинжектор.

Программное обеспечение на диске и/или USB носителе.

Руководство по эксплуатации.

Методика поверки.

Поверка

осуществляется по документу МП 64079-16 «Системы газохроматографические AC Reformulyzer M4. Методика поверки», утвержденному ФГУП «ВНИИМС» 21.12.2015 г.

Основные средства поверки:

- стандартный образец состава и детонационной стойкости бензина (С4) ГСО № 8143-2002.

Сведения о методиках (методах) измерений

приведены в следующих документах:

- «Системы газохроматографические AC Reformulyzer M4. Руководство по эксплуатации».
- ГОСТ Р ЕН ИСО 22854-2010. «Нефтепродукты жидкие. Бензины автомобильные. Определение типов углеводородов и оксигенатов методом многомерной газовой хроматографии».
- ISO 22854:2016 «Нефтепродукты жидкие. Определение типов углеводородов и оксигенатов в автомобильном бензине и топливном этаноле (Е85). Метод многомерной газовой хроматографии».
- ASTM D6839-15 «Стандартный метод определения концентрации различных типов углеводородов, оксигенатов и бензола в топливах карбюраторных двигателей с помощью газовой хроматографии».
- ASTM D5443-14 «Стандартный метод структурно-группового анализа содержания парафинов, нафтенов и ароматических углеводородов с температурой кипения до 200°С с помощью многомерной газовой хроматографии»

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к системам газохроматографическим AC Reformulyzer M4

ГОСТ Р ЕН ИСО 22854-2010. «Нефтепродукты жидкие. Бензины автомобильные. Определение типов углеводородов и оксигенатов методом многомерной газовой хроматографии».

ISO 22854:2016 «Нефтепродукты жидкие. Определение типов углеводородов и оксигенатов в автомобильном бензине и топливном этаноле (E85). Метод многомерной газовой хроматографии».

Техническая документация фирмы «AC Analytical Controls B.V.», Нидерланды.

Изготовитель

Фирма «AC Analytical Controls BV», Нидерланды
подразделение фирмы PAC, США, 8824 Fallbrook Drive Houston, TX 77064
Адрес: Innsbruckweg 35, 3047 AG Rotterdam, the Netherlands /
P.O Box 10054, 3004 AB Rotterdam, the Netherlands
Тел.: +31 10 462 4811, факс: +31 10 462 6330
E-mail: Service.Netherlands@pacp.com, salesupport@pacp.com, sales.russia@pacp.com

Заявитель

ООО «Неолаб»
ИНН 7704642007
Юрид. адрес: 119034, г.Москва, Еропкинский пер., д. 16
Почтовый адрес: 119034, г.Москва, Еропкинский пер., д. 16
Тел. (495) 648-60-80
E-mail: sales@neolabllc.ru

Испытательный центр

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»)

Адрес: 119361, г. Москва, ул. Озерная, д. 46
Тел./факс: (495) 437-55-77/437-56-66
E-mail: office@vniims.ru, www.vniims.ru

Аттестат аккредитации ФГУП «ВНИИМС» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № 30004-13 от 26.07.2013 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

С.С. Голубев

М.п.

« ____ » _____ 2016 г.