1. Градуировка хроматографа.

Для расчета массы компонента, введенного в хроматограф при градуировке, согласно п.5.5 ГОСТ 50802, концентрация этого компонента должна быть в мг/м3.

Если в паспорте на ПГС, концентрация серосодержащих соединений (далее ССС) указана в ррм, то необходимо пересчитать в мг/м3. В паспорте на ПГС есть раздел «указания по хранению и эксплуатации», где в п.4 указано как перевести концентрацию компонентов из ррм в мг/м3. В таблице 1 показан пример пересчета согласно п.4 паспорта на ПГС.

Таблица 1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Компонент** | **Концентрация, ррм** | **Концентрация, мг/м3** |
| Сероводород | 100 | 143 |
| Метилмеркаптан | 100 | 204,6 |
| Этилмеркаптан | 100 | 268,4 |
|  |  |  |

Формула, по которой ведется расчет массы (в нанограммах) введенного при градуировке вещества:

mcт = Сст ∙ Vст ∙ 106 , где

Сст – концентрация ССС в ПГС, **мг/м3**

Vст – объем пробы, ввседенной с помощью газоплотного шприца в испаритель, **м3**

106 – коэффициент пересчета миллиграммов в нанограммы

**Пример расчета:**

Вводим 0,5мл пробы с ССС, концентрации которых в таб.1. Получаем:

Концентрация сероводорода = 143мг/м3 ∙ 0,5 мл ∙ 106 = 143 мг/м3 ∙ 0,5∙10-6 м3 ∙106 = 143 ∙ 0,5 = 71,5 (нг)

Т.к. 10-6 и 106 сокращаются, то при расчете количества введенного компонента, можно просто умножать концентрацию этого компонента на объем введенной пробы в мл.

Таким образом,

Концентрация метилмеркаптана = 204,6 ∙ 0,5 = 102,3 (нг)

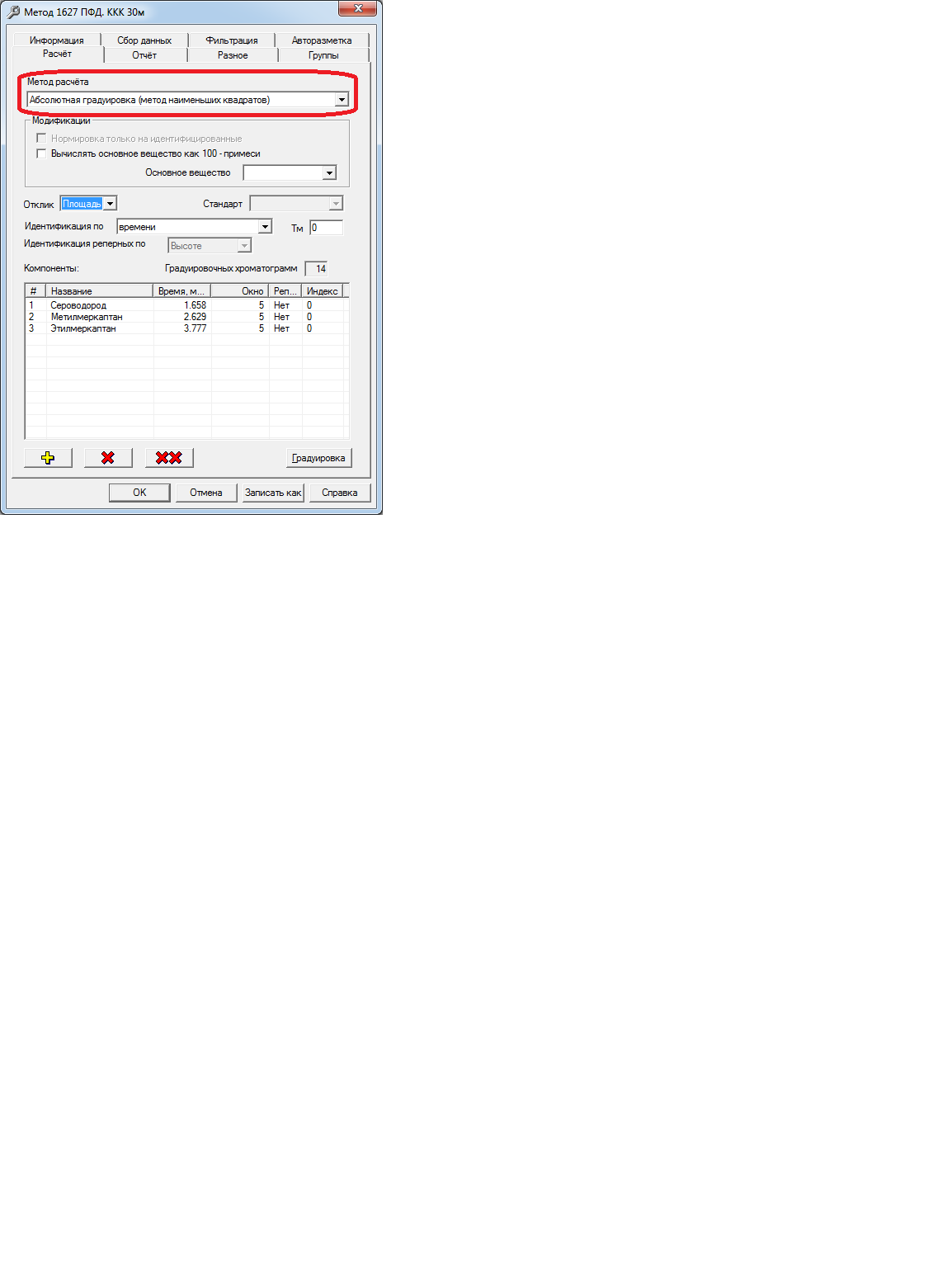
Концентрация этилмеркаптана = 268,4∙ 0,5 = 134,2 (нг)

**Именно эти числа вносим в таблицу компонентов при градуировке, если вводим 0,5 мл пробы ПГС.**

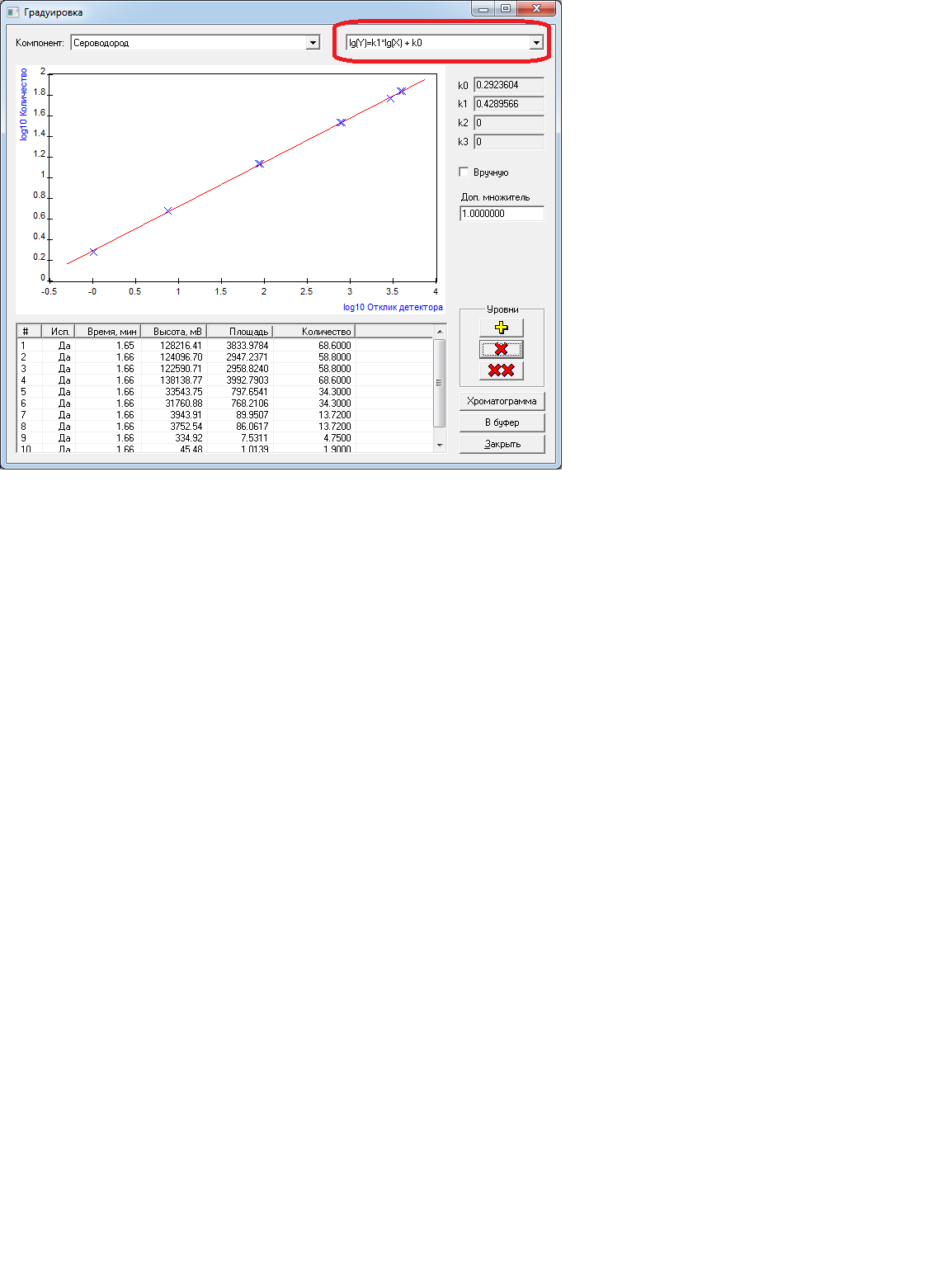
Аналогично рассчитываем массу введенных ССС при дозировании, например 0,2мл пробы, 0,7мл, 1 мл.

В таблице компонентов в столбце «Ед. измерения» единицы измерения **нг** ставить не надо. Можно поставить ррм, или вообще ничего не ставить, т.к. в ПО «Хромос» какие единицы измерения установите в градуировочной хроматограмме, такие единицы измерения будут в таблице компонентов хроматограммы анализа. А по ГОСТ 50802, в градуировку мы должны вводить нг, а результат получаем в ррм.

При градуировке в ПО «Хромос» необходимо выбрать метод расчета «Абсолютная градуировка (метод наименьших квадратов)»



Также необходимо выбрать для каждого ССС функцию для построения градуировочной зависимости. Выбираем логарифмическую функцию lg(Y)=k1∙lg(X) + k0.



Эту функцию выбираем **для каждого ССС**, т.е в окне «Градуировка» выбираем Метилмеркаптан и устанавливаем для него ту же самую функцию. Повторяем действие для этилмеркаптана.

1. **Выполнение измерений**

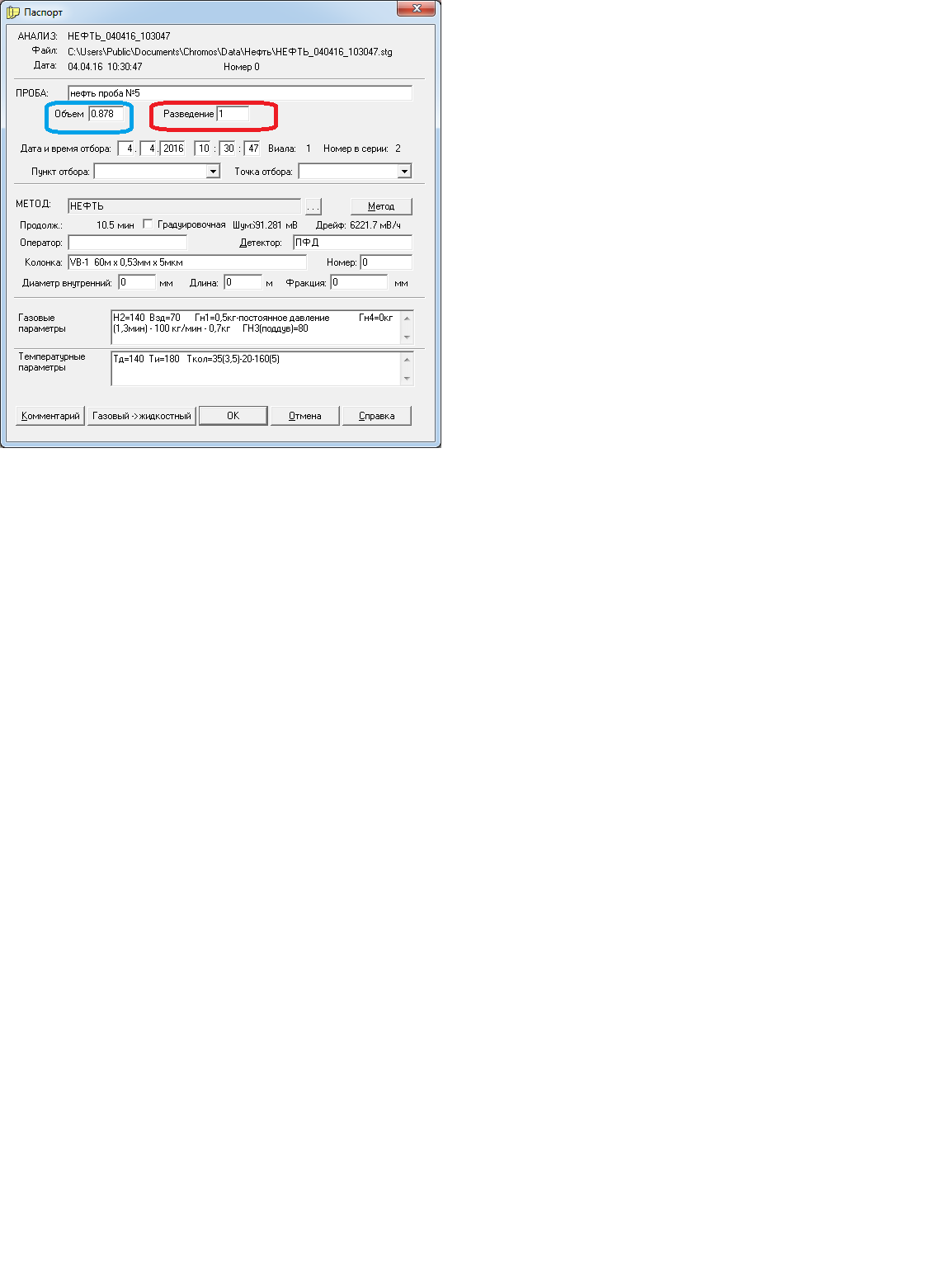
Ввести в испаритель пробу нефти.

В паспорт расчётных (не градуировочных) хроматограмм необходимо занести следующие данные:

**в графу «объем»** занести плотность нефти в г/мл (число вводим, используя вместо запятой точку)

**в графу «разведение»**

* 1 если объём пробы 1 мкл
* 0.5 если объём вводимой пробы 2 мкл.



Внимание! при градуировке хроматографа **в градуировочных хроматограммах** в поля «Объём» и «Разведение» впечатываем по единице.

После завершения записи хроматограммы и разметки определяемых ССС, в таблице компонентов будет указана концентрация ССС в ррм.