

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ  
«ГАЗПРОМ ПЕРЕРАБОТКА»



УТВЕРЖДАЮ

Главный инженер  
филиала Оренбургский гелиевый завод  
ООО «Газпром переработка»

С.Н. Михалев

2022 г.

ЖИДКИЙ КИСЛОРОД  
ЖИДКИЙ ВОЗДУХ

Методика измерений массовой концентрации  
углеводородов (в пересчете на углерод)  
хроматографическим методом

МИ ОГЗ-16-2022

Регистрационный номер  
в Федеральном информационном  
фонде по обеспечению  
единства измерений  
№ ФР. 1.31.2023.45141

г. Оренбург  
2022

## Предисловие

- 1 РАЗРАБОТАНА Центральной заводской лабораторией филиала Оренбургский гелиевый завод Общества с ограниченной ответственностью «Газпром переработка» ЦЗЛ ОГЗ ООО «Газпром переработка»
- 2 ПЕРЕРАБОТАНА
- 3 АТТЕСТОВАНА Центром метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ» АХУ Уральского отделения Российской академии наук (запись в реестре аккредитованных лиц № RA.RU.310657) Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 88-16207-~~057~~RA.RU.310657-2022
- 4 ВВЕДЕНА  
В ДЕЙСТВИЕ Распоряжением главного инженера Оренбургского гелиевого завода ООО «Газпром переработка» от «31» 01 2023 г. № 212-02
- 5 РАЗРАБОТАНА  
ВЗАМЕН СТО 36–38–2016 «Обеспечение единства измерений. Жидкий кислород и жидкий воздух. Методика измерений массовой концентрации углеводородов (в пересчете на углерод) хроматографическим методом»



## Содержание

1	Назначение и область применения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	4
3	Сокращения.....	6
4	Показатели точности измерений.....	6
5	Требования к средствам измерений, стандартным образцам, вспомогательным устройствам, реактивам и материалам.....	7
6	Метод измерений.....	9
7	Требования безопасности, охраны окружающей среды.....	9
8	Требования к квалификации операторов.....	10
9	Требования к условиям измерений.....	10
10	Подготовка к выполнению измерений.....	11
11	Выполнение измерений.....	16
12	Обработка результатов измерений.....	17
13	Оформление результатов измерений.....	17
14	Контроль точности результатов измерений.....	18
	Приложение А.....	20
	Приложение Б.....	21
	Приложение В.....	22
	Лист согласования.....	24



## 1 Назначение и область применения

1.1 Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации углеводородов (метана, этилена, этана, пропана, изо-бутана, н-бутана, изо-пентана, н-пентана, сумму  $C_6$  и выше) в пересчете на углерод в жидком кислороде и в жидком воздухе хроматографическим методом.

1.2 Методика является собственностью ООО «Газпром переработка» и используется в Центральной заводской лаборатории (далее по тексту - ЦЗЛ) филиала Оренбургский гелиевый завод (далее по тексту - ОГЗ) и может также использоваться другими подразделениями ООО «Газпром переработка» при условии выполнения всех требований, изложенных в ней.

1.3 Диапазон измерений массовых концентраций углеводородов (в пересчете на углерод) от 0,0001 до 500 мгС/дм<sup>3</sup> включительно.

1.4 Методика измерений предназначена для аналитического контроля промежуточных потоков.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящей методике измерений использованы нормативные ссылки на следующие стандарты и нормативные документы:

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Общие санитарно – гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.2.008-75 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Оборудование и аппаратура для газопламенной обработки металлов и термического напыления покрытий. Требования безопасности

ГОСТ 12.4.011-89 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 949-73 Баллоны стальные малого и среднего объема для газов на  $P(p) \leq 19,6$  МПа (200 кгс/см<sup>2</sup>). Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022-80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 6331-78 Кислород жидкий технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ТУ 2422-075-05766801-2006 Триэтиленгликоль. Технические условия



ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые.  
Технические условия

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 17433-80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы  
загрязненности

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1.  
Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878-2013 Спирт этиловый технический гидролизный  
ректификованный. Технические условия

ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого  
сырья. Технические условия

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность)  
методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности  
на практике

ТУ 25-7550.0039-89 Счетчик газа барабанный с жидкостным затвором  
типа РГ 7000

ТУ 25-1894.003-90 Секундомеры механические. Технические условия

ТУ 25-04-1797-75 Барометр-анероид контрольный М67. Технические  
условия

ТУ 26-05-105-88 Регулятор расхода газа с указателем расхода

ТУ 0271-135-31323949-2005 Гелий газообразный (сжатый).  
Технические условия

ПТЭЭП-2012 Правила технической эксплуатации электроустановок  
потребителей

ФНП в области промышленной безопасности «Правила промышленной  
безопасности при использовании оборудования, работающего под  
избыточным давлением» (утв. приказом Ростехнадзора от 15 декабря 2020  
N 536)

Инструкция по охране труда неэлектротехнического персонала по  
безопасному обслуживанию и содержанию электрооборудования

Инструкция по охране труда при работе с жидким воздухом, азотом и  
кислородом в центральной заводской лаборатории

Инструкция по режиму работы и безопасному обслуживанию сосудов,  
работающих под давлением, в Центральной заводской лаборатории

Инструкция по охране труда для лаборанта ЦЗЛ

Инструкция по охране труда для прибориста ЦЗЛ

Инструкция по эксплуатации комплекса аппаратно-программного на  
базе хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000»



Программа «Анализатор». Краткое руководство оператора

Программное обеспечение «Хроматэк Аналитик 2.5/1.5» Руководство пользователя

РЭ 214.2.840.039 Руководство по эксплуатации. Комплекс аппаратно-программный для медицинских исследований на базе хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000»

Единый тарифно-квалификационный справочник работ и профессий рабочих

**П р и м е ч а н и е** – При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных документов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год или в управляющих подразделениях организации. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Сокращения

В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

АПК – аппаратно-программный комплекс;

ПИД – пламенно-ионизационный детектор.

### 4 Показатели точности измерений

4.1 Методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений определяемых характеристик, значения показателя точности измерений.

Диапазон измерений (массовая концентрация углеводородов в пересчете на углерод), мгС/дм <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta_r, \%$
От 0,0001 до 0,01 включ.	50
Св. 0,01 до 0,1 включ.	40
Св. 0,1 до 5 включ.	20
Св. 5 до 500 включ.	14



4.2 Показатели неопределенности измерений приведены в приложении А.

## 5 Требования к средствам измерений, стандартным образцам, вспомогательным устройствам, реактивам и материалам

При выполнении измерений применяют средства измерений (СИ), стандартные образцы (СО), вспомогательные устройства (ВУ), реактивы и материалы:

### 5.1 Средства измерений

Аппаратно-программный комплекс на базе хроматографа «Хроматэк-Кристал 5000» с двумя пламенно-ионизационными детекторами;

Счетчик газа барабанный с жидкостным затвором типа РГ 7000, с ценой деления  $0,02 \text{ дм}^3$  по ТУ 25-7550.0039;

Секундомер класс точности 3 по ТУ 25-1894.003;

Цилиндр мерный класса точности 1-100 или 3-100 по ГОСТ 1770;

Весы лабораторные ME 235 S Sartorius 1-го класса точности по ГОСТ Р 53228;

Набор сит с сетками проволочными № 0,25 мм и № 0,5 мм по ГОСТ 6613.

Гигрометр психрометрический с диапазоном измерений относительной влажности от 20 % до 90 %, диапазоном измерения температуры «сухим» и «влажным» термометром от  $15 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Барометр-анероид контрольный М67 по ТУ 25-04-1797.

### 5.2 Вспомогательные устройства

Пробоотборник стеклянный по ГОСТ 6331, чертеж 7;

Сосуд Дьюара стеклянный, непосеребренный вместимостью  $0,5 \text{ дм}^3$  по ГОСТ 6331, чертеж 8;

Футляр для охлаждения концентратора по ГОСТ 6331, чертеж 9;

Колонка хроматографическая насадочная, материал – нержавеющая сталь, внутренний диаметр 3 мм, длина 3 м;

Колонка хроматографическая насадочная, материал – нержавеющая сталь, внутренний диаметр 3 мм, длина 2 м;

Концентратор – U-образная трубка из нержавеющей стали, внутренний диаметр 4 мм, длина  $0,5 \text{ м}$ ;

Регулятор расхода Г-70-2 по ГОСТ 12.2.008 или ТУ 26-05-105

Баллон стальной типа 150У или 150 Л, емкостью  $10 \text{ дм}^3$  по ГОСТ 949

Баллон стальной типа 150У или 150 Л, емкостью  $40 \text{ дм}^3$  по ГОСТ 949

Ступка фарфоровая № 5 с пестиком № 3 по ГОСТ 9147;

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147;



Электрошкаф СНОЛ-3,5.3,5.3,5/3,5-И4М, максимальная температура 350 °С;

Генератор водорода.

### 5.3 Реактивы и материалы

Гелий газообразный очищенный марка «А» по ТУ 0271-135-31323949;

Водород газообразный марка «А» по ГОСТ 3022;

Воздух сжатый по ГОСТ 17433;

Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293;

Сферохром-1, фракция от 0,25 до 0,50 мм или другой аналогичный твердый носитель;

Триэтиленгликоль ТУ 2422-075-05766801-2006;

Силохром С-80, фракция от 0,2 до 0,315 мм;

Naueser R, фракция от 80 до 100 меш.;

Ацетон, ч.д.а. по ГОСТ 2603;

Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144;

Спирт этиловый по ГОСТ Р 55878 или по ГОСТ 5962.

### 5.4 Градуировочная газовая смесь

Градуировочная газовая смесь, аттестованная ФГУП «ВНИИМ». Состав градуировочной газовой смеси приведен в таблице 2.

Таблица 2 – Состав градуировочной и контрольной газовых смесей

Наименование градуировочной смеси	Компонентный состав	Номинальное значение объемной доли компонента, %	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
Градуировочная смесь ГСО 10541-2014	CH <sub>4</sub>	0,5	4
	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	0,05	5
	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	0,5	4
	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	0,5	4
	изо-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,05	5
	н-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,05	5
	ИЗО-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,01	5
	н-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,01	5
	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	0,01	5
	гелий	остальное	
Контрольная смесь ГСО 11053-2018	CH <sub>4</sub>	0,5	от 1,5 до 0,6
	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	0,05	от 4 до 2,5
	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	0,5	от 2,5 до 1,5
	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	0,5	от 1,5 до 0,6
	изо-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,05	от 4 до 2,5
	н-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,05	от 4 до 2,5
	ИЗО-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,01	от 4 до 2,5
	н-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,01	от 4 до 2,5
	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	0,01	от 4 до 2,5



	гелий	остальное	
--	-------	-----------	--

### Примечания

1 Допускается использование других средств измерений, стандартных образцов утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Средства измерений должны быть поверены. Информация о поверке средств измерений должна быть внесена во ФГИС Росстандарта.

3 Допускается использование другого оборудования, стандартных образцов, материалов с метрологическими и техническими характеристиками, не хуже, чем приведенных выше.

### 6 Метод измерений

Метод измерений основан на испарении пробы жидкого кислорода (воздуха), низкотемпературном концентрировании углеводородных примесей в концентраторе с последующей термодесорбцией, хроматографическом разделении примесей на насадочных колонках и детектировании с помощью пламенно-ионизационных детекторов.

### 7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1 В помещении, где проводятся испытания (измерения), должны соблюдаться требования пожарной безопасности и промышленной санитарии по ГОСТ 12.1.004.

7.2 Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей нормы санитарной гигиены по ГОСТ 12.1.005.

7.3 Все работающие должны быть обеспечены спецодеждой и защитными средствами по ГОСТ 12.4.011 и проходить периодические медосмотры.

7.4 При работе на аппаратуре должны выполняться требования «Правил технической эксплуатации электроустановок потребителей».

7.5 При работе с чистыми газами и газовыми смесями должны выполняться Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденные приказом Ростехнадзора от 15 декабря 2020 N 536, и соблюдаться все требования безопасности при работе с горючими, взрывоопасными и токсичными газами.

7.6 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования инструкций по охране труда и промышленной безопасности: «Инструкция по охране труда неэлектротехнического персонала по безопасному



обслуживанию и содержанию электрооборудования», «Инструкция по охране труда при работе с жидким воздухом, азотом и кислородом в центральной заводской лаборатории», «Инструкция по режиму работы и безопасному обслуживанию сосудов, работающих под давлением, в Центральной заводской лаборатории», «Инструкция по охране труда для лаборанта ЦЗЛ», «Инструкция по охране труда для прибориста ЦЗЛ».

## **8 Требования к квалификации операторов**

8.1 Градуировку хроматографа по настоящей методике проводит лаборант химического анализа, имеющий квалификационный разряд не ниже 5 в соответствии с требованиями «Единого тарифно-квалификационного справочника работ и профессий рабочих».

8.2 Выполнение измерений и обработку результатов по настоящей методике проводит лаборант химического анализа, имеющий квалификационный разряд не ниже 4 в соответствии с требованиями «Единого тарифно-квалификационного справочника работ и профессий рабочих».

8.3 Техническое обслуживание хроматографа проводит приборист, имеющий квалификационный разряд не ниже 5 в соответствии с требованиями «Единого тарифно-квалификационного справочника работ и профессий рабочих», согласно Плану-графику профилактики и ремонта средств измерений, испытательного оборудования, утвержденному главным инженером.

8.4 Контроль точности результатов измерений по настоящей методике проводит лаборант химического анализа, имеющий квалификационный разряд не ниже 4 в соответствии с требованиями «Единого тарифно-квалификационного справочника работ и профессий рабочих».

8.5 Лаборанты химического анализа, выполняющие измерения и обработку их результатов по настоящей методике, и прибористы, выполняющие техническое обслуживание хроматографа, должны быть ознакомлены с эксплуатационной документацией на АПК на базе хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000».

## **9 Требования к условиям измерений**

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 10 °С до 35 °С;
- относительная влажность воздуха не более 80%;
- давление от 84 до 107 кПа;
- напряжение переменного тока для питания аппаратуры (220 ± 22) В;



- частота переменного тока ( $50 \pm 1$ ) Гц.

При выполнении измерений соблюдают условия, изложенные в соответствующих инструкциях по эксплуатации средств измерений.

### 10 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

#### 10.1 Монтаж электрических и газовых соединений

Монтаж осуществляют в соответствии со схемами, приведенными в «Руководстве по эксплуатации» на хроматограф.

#### 10.2 Приготовление сорбента для концентратора

Объем инертного носителя ( $V$ ) см<sup>3</sup>, требуемый для приготовления концентратора вычисляют по формуле

$$V = \frac{\pi d^2 L K}{4} \quad (10.1)$$

где  $d$  – внутренний диаметр концентратора, см;

$L$  – длина концентратора, см;

$K = 1,2$  – коэффициент потерь при приготовлении и заполнении.

В мерный цилиндр отбирают требуемое количество носителя (сферохром-1 или сферохром-2) с размером зерен 0,25 – 0,50 мм, высыпают в фарфоровую чашку и сушат в электрошкафу при 150 °С в течение 3-х часов, охлажденный носитель взвешивают на лабораторных весах.

Рассчитывают требуемое количество триэтиленгликоля, необходимое для пропитки (30 % от массы носителя), и также взвешивают. Растворяют триэтиленгликоль в ацетоне (соотношение объемов 1:1).

В полученный раствор всыпают носитель, перемешивают и испаряют растворитель при 35 – 50 °С в течение 2 – 3 часов.

Полученный сорбент используют для заполнения концентратора.

#### 10.3 Заполнение концентратора

Перед заполнением концентратор промывают ацетоном, дистиллированной водой, этиловым спиртом и высушивают в токе инертного газа.

Перед заполнением сорбентом один конец концентратора заглушают стекловолокном. К свободному концу концентратора подсоединяют воронку, в которую засыпают сорбент. После заполнения концы концентратора уплотняют на 2 – 3 мм слоем стекловолокна.

Концентратор продувают при комнатной температуре азотом с



расходом не более 100 см<sup>3</sup>/мин в течение 5 – 8 часов.

#### 10.4 Включение АПК

10.4.1 Включение АПК на базе хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000» и дальнейшая обработка хроматограмм проводится согласно:

- краткого руководства пользователя на программу «Анализатор»;
- руководства пользователя на программное обеспечение «Хроматэк Аналитик».

#### 10.4.2 Режим хроматографического анализа

10.4.2.1 Выполнение измерений массовой концентрации углеводов в жидком кислороде

Насадочная колонка:

- длина для ПИД 1, м	3
- длина для ПИД 2, м	2
- внутренний диаметр, мм	3

Сорбент в насадочной колонке:

- для ПИД 1	HayeSep R, фракция 80 – 100 меш.
- для ПИД 2	силохром С-80, фракция 0,2 – 0,315 мм
Газ-носитель	гелий

Расход, см<sup>3</sup>/мин:

Газа-носителя 1	25
Газа-носителя 2 (гелий)	30
Газа-носителя 4 (гелий)	60
Газа-носителя 5 (водород ПИД)	50
Газа-носителя 6 (воздух ПИД)	500

Детектор ПИД 1, ПИД 2

Температура, °С:

- термостата колонок	От 50 до 200
- термостата детектора 1	250
- термостата детектора 2	250

Колонка концентратора:

- длина, м	0,5
- внутренний диаметр, мм	4
- сорбент	30 % триэтиленгликоля на сферохроме фракции 0,25 – 0,50 мм

Температура колонки-концентратора при накоплении – минус 183 °С,  
при десорбции – комнатная

Примечание – Допускается варьировать параметры режима работы с последующей оценкой результата хроматографирования.

10.4.2.2 При выполнении измерений массовой концентрации



углеводородов в жидком воздухе режим хроматографического анализа аналогичен указанному в п. 10.4.2.1 за исключением следующего параметра:

температура колонки-концентратора – минус 192 °С – при накоплении; комнатная – при десорбции.

#### 10.5 Градуировка хроматографа

Для градуировки хроматографа используют многокомпонентную градуировочную газовую смесь. Состав смеси приведен в таблице 2.

Ввод градуировочного газа в хроматограф производят в режиме концентрирования, аналогичном режиму, установленному для проведения анализа.

Для ввода градуировочного газа в колонку-концентратор используют дополнительный кран-дозатор с пробоотборной петлей известного объема.

Градуировку хроматографа проводят при внедрении методики и периодически не реже 1 раз в месяц.

Внеочередную градуировку проводят после ремонта или технического обслуживания хроматографа, при смене баллона с газом-носителем (гелий, водород) и при отрицательных результатах измерений с оценкой погрешности по п. 14.1.

Газовая схема хроматографа приведена на рисунке Б.1 (приложение Б).

В схему входят два крана-дозатора:

- кран-дозатор хроматографа с установленной вместо пробоотборной петли колонкой-концентратором (кран Кр2);
- дополнительный кран-дозатор с пробоотборной петлей известного объема для ввода в хроматограф градуировочного газа (кран Кр1).

10.5.2 При проведении градуировки выполняют следующие операции.

10.5.2.1 Установка и продувка концентратора перед градуировкой.

10.5.2.1.1 Устанавливают краны Кр1 и Кр2 в положение «ОТБОР»

10.5.2.1.2 Охлаждают кожух в сосуде с соответствующим хладагентом в течении 5 – 7 минут.

10.5.2.1.3 Погружают концентратор в кожух на 5 – 7 минут.

10.5.2.1.4 Баллон с градуировочным газом, оснащенный регулятором расхода и капилляром, подсоединяют к штуцеру «Вход град. газа» на хроматографе.

10.5.2.1.5 Включают поток градуировочного газа для продувки пробоотборной петли крана Кр1.

10.5.2.1.6 Продувку ведут не менее 2-х минут со скоростью 2 пузырька в секунду (определяют по барботеру, наполненному на треть объема дистиллированной водой и подсоединенному к выходу пробы из хроматографа).



10.5.2.1.7 Закрывают редуктор на баллоне.

10.5.2.2 Ввод градуировочного газа в хроматограф через концентратор.

10.5.2.2.1 Переводят кран Кр1 в положение «АНАЛИЗ» на 20 – 25 сек.

10.5.2.2.2 Кран Кр2 переводят в положение «НАГРЕВ».

10.5.2.2.3 Кран Кр1 переводят в положение «ОТБОР».

10.5.2.2.4 Концентратор погружают в стакан с водой комнатной температуры.

10.5.2.2.5 Через 2 минуты кран Кр2 переводят в положение «АНАЛИЗ».

10.5.2.2.6 Нажимают кнопку «СТАРТ» на передней панели хроматографа.

10.5.3 Проведение 2-го цикла градуировки.

Повторяют операции по п. 10.5.2.1 – 10.5.2.2.

10.5.4 При проведении градуировки выполняют серию из трех измерений площадей пиков компонентов градуировочной смеси.

Для каждого компонента градуировочной смеси проверяют выполнение следующего условия:

- для программного обеспечения «Анализатор»

$$\frac{S_{i_{\max}} - S_{i_{\min}}}{\bar{S}_i} 100\% \leq 13\%, \quad (10.2)$$

где  $S_{i_{\max}}$  – максимальная площадь хроматографического пика, мВ;

$S_{i_{\min}}$  – минимальная площадь хроматографического пика, мВ;

$\bar{S}_i$  – среднее арифметическое площадей пиков.  $\bar{S}_i$  рассчитывают по формуле

$$\bar{S}_i = \frac{S_{i_1} + S_{i_2} + S_{i_3}}{3}, \quad (10.3)$$

- для программного обеспечения «Хроматэк Аналитик»

$$\sigma_s = \frac{1}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum (S_i - \bar{S})^2}{n(n-1)}} \cdot 100\% \leq 4\%, \quad (10.4)$$

где  $S_i$  – результат единичного измерения площади пика, мВ;

$\bar{S}$  – среднее значение площадей пиков, мВ.

При невыполнении условия (10.2) или (10.4) анализ градуировочной смеси повторяют. При повторном невыполнении условия (10.2) или (10.4) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению этого



условия.

#### 10.5.5 Определение значений градуировочных коэффициентов.

Значение градуировочного коэффициента ( $K_i$ , мгС/мВ) для каждого компонента смеси рассчитывают по формуле

$$K_i = \frac{C_i \cdot V_d \cdot \rho_i}{\bar{S}_i \cdot 100} \cdot K_{ci} \cdot f, \quad (10.5)$$

где  $C_i$  – объемная доля компонента в градуировочной смеси, %;

$\bar{S}_i$  – среднее арифметическое площадей пиков, рассчитываемое по формуле (10.3), мВ;

$V_d$  – объем дозы крана-дозатора, см<sup>3</sup>;

$\rho_i$  – плотность компонента при нормальных условиях, г/дм<sup>3</sup> (кг/м<sup>3</sup>);

$K_{ci}$  – доля углерода в молекуле компонента;

$f$  – коэффициент для приведения объема дозы к нормальным условиям, рассчитываемый по формуле

$$f = \frac{273 \cdot P}{101,325 \cdot (273 + t)}, \quad (10.6)$$

(где  $P$  и  $t$  – значения давления и температуры при градуировке, в кПа и °С, соответственно).

В процессе проведения градуировки полученные данные автоматически обрабатываются и представляются в виде аналитического отчета с использованием программного обеспечения «Анализатор» или «Хроматэк Аналитик».

### 10.6 Отбор пробы

10.6.1 При отборе пробы жидкого кислорода для охлаждения пробоотборника и концентратора используют жидкий кислород, при отборе пробы жидкого воздуха – жидкий воздух.

10.6.2 Перед проведением отбора пробы собирают установку по схеме, представленной на рисунке В.1 (приложение В), установив вместо пробоотборника (4) с сосудом Дьюара (5) соединительную трубку между зажимами (3) и (6).

10.6.3 Открывают зажимы (3), (6) и (9).

10.6.4 Продувают концентратор, один выход которого подсоединен к газовому счетчику, десятикратным по объему количеством азота (или гелия) с расходом не более 100 см<sup>3</sup>/мин.

10.6.5 Закрывают зажимы (3), (6) и (9).



10.6.6 Охлаждают концентратор (8) в течение 5-7 минут с помощью футляра (11), погружая его в сосуд (7) с жидким кислородом.

10.6.7 Пробу жидкого кислорода (воздуха) отбирают в пробоотборник, предварительно охлажденный жидким кислородом в сосуде Дьюара. При этом жидкость поступает в пробоотборник через центральную трубку. Отбирают ориентировочно  $2,4 \text{ см}^3$  жидкого кислорода ( $2,7 \text{ см}^3$  жидкого воздуха). Затем, не вынимая пробоотборник из жидкого кислорода, присоединяют к нему второй выход охлажденного концентратора.

Центральную трубку пробоотборника закрывают резиновой трубкой с зажимом.

10.6.8 Пробоотборник вынимают из сосуда Дьюара и помещают его в сосуд со стекловолокном, охлажденным жидким кислородом для испарения пробы.

10.6.9 Открывают зажимы (6) и (9).

Наблюдают за показаниями газового счетчика (10).

10.6.10 Закончив испарение пробы вынимают пробоотборник (4) из сосуда со стекловолокном (5). Пробоотборник (4) отогревают до комнатной температуры и записывают показания газового счетчика (10).

10.6.11 Открывают зажим (3) и продувают пробоотборник и концентратор потоком азота в течение 5 минут с расходом, не превышающим  $100 \text{ см}^3/\text{мин}$ .

10.6.12 Закрывают зажимы (3), (6) и (9).

10.6.13 Отсоединяют пробоотборник (4) и газовый счетчик (10) от концентратора.

10.6.14 Присоединяют концентратор, погруженный в сосуд (7) с хладоагентом, к штуцерам «Вход конц.» и «Выход конц.» хроматографа (рис.Б.1, приложение Б). Кран Кр2 должен находиться в положении «ОТБОР».

## 11 Выполнение измерений

11.1 При выполнении измерений на хроматографе устанавливают режим анализа в соответствии с п. 10.4.2 и выполняют следующие операции.

11.1.1 Кран Кр2 переводят в положение «НАГРЕВ»

11.1.2 Заменяют сосуд с хладоагентом сосудом с водой комнатной температуры, выдерживают в нем концентратор 2 минуты.

11.1.3 Переводят кран Кр2 в положение «АНАЛИЗ», нажимают кнопку «СТАРТ» на хроматографе.



## 12 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию углеводородов в пересчете на углерод ( $X_i$ , мгС/дм<sup>3</sup>), рассчитывают по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i}{V \cdot f} R, \quad (12.1)$$

где  $K_i$  – градуировочный коэффициент для  $i$ -го компонента, мгС/мВ;

$S_i$  – площадь пика  $i$ -го компонента при анализе, мВ;

$V$  – объем газообразного кислорода или воздуха, пропущенный через концентратор, дм<sup>3</sup>;

$f$  – коэффициент для приведения объема газа к нормальным условиям, рассчитываемый по формуле

$$f = \frac{273 \cdot P}{101,325 \cdot (273 + t)}, \quad (12.2)$$

(где  $P$  и  $t$  – значения давления и температуры при измерении объема газа, в кПа и °С соответственно);

$R$  – коэффициент для перевода объема газообразного кислорода (воздуха) при нормальных условиях в объем жидкого кислорода (воздуха).

Значения коэффициента  $R$  принимают равными 860 и 729 для кислорода и воздуха, соответственно.

В процессе проведения измерений полученные данные автоматически обрабатываются и представляются в виде аналитического отчета с использованием программного обеспечения «Анализатор» или «Хроматэк Аналитик».

## 13 Оформление результатов измерений

### 13.1 Результат измерений представляют в следующем виде

$$(X \pm \Delta_{\text{л}}) \text{ мгС/дм}^3, P = 0,95, \quad (13.1)$$

или

$$(X \pm U_{\text{л}}) \text{ мгС/дм}^3, k=2, p = 0,95 ;$$

где  $X$  – значение результата измерений, полученное в соответствии с прописью методики, мгС/дм<sup>3</sup>;

$\pm \Delta_{\text{л}}$  – значение характеристики абсолютной погрешности результатов измерений, мгС/дм<sup>3</sup>.



$$\Delta_{\text{л}} = 0,01 \cdot \delta_{\text{л}} \cdot X \quad (13.2)$$

где 0,01 – переводной коэффициент единиц относительной доли (из процентов) в безразмерные единицы;

$\delta_{\text{л}}$  – относительное значение характеристики погрешности для соответствующего значения  $X$  (показатель точности, приведенный в таблице 1).

$U_{\text{л}}$  – абсолютная расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата  $k=2$ , соответствующем уровню доверия  $p=0,95$ , мгС/дм<sup>3</sup>, вычисляемая по формуле:

$$U_{\text{л}} = 0,01 \cdot X \cdot U_{\text{лотн}} \quad (5)$$

где  $U_{\text{лотн}}$  – относительная расширенная неопределенность измерений по приложению А, %.

13.2 Результат измерений массовой концентрации углеводородов для диапазона измерений от 0,0001 до 5 мгС/дм<sup>3</sup> включительно округляют до значащей цифры.

Округление до значащей цифры проводят следующим образом.

Сначала проводят округление вычисленного значения абсолютной погрешности до значащей цифры, при этом сохраняют:

- две цифры, если первая значащая цифра равна 1 или 2;
- одну цифру, если первая значащая цифра равна 3 и более.

Затем проводят округление результата. Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение абсолютной погрешности.

Результат округления массовой концентрации углеводородов для диапазона измерений от 5 до 500 мгС/дм<sup>3</sup> включительно округляют до десятых долей.

## 14 Контроль точности результатов измерений

14.1 Контроль точности результатов измерений предусматривает контроль процедуры измерений с оценкой погрешности.

Контроль точности результатов измерений проводят, выполняя измерения массовой концентрации углеводородов в контрольной смеси, требования к составу которой приведены в таблице 2.

Контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_{\text{к}}$  с нормативом контроля  $K_{\text{н}}$ .

Результат контрольной процедуры рассчитывают по формуле

$$K_{\text{к}} = |X - C_{\text{ам}}|, \quad (14.1)$$



где  $X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм<sup>3</sup>;

$C_{ат}$  – аттестованное значение массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм<sup>3</sup> в образце для контроля.

Значение норматива контроля  $K_n$  :

$$K_n = \Delta_n, \quad (14.2)$$

где  $\Delta_n$  – показатель точности результата измерений (границы абсолютной погрешности измерений при вероятности  $P = 0,95$ ), мгС/дм<sup>3</sup>.

$$\Delta_n = 0,01 \cdot \delta_n \cdot C_{ат}. \quad (14.3)$$

Значение  $\delta_n$  приведено в таблице 1.

При невыполнении условия  $K_K < K_n$  контрольную процедуру повторяют.

При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам. И принимают меры по их устранению.

14.2 Результаты контроля точности результатов измерений могут регистрироваться на контрольных картах согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 или в журналах регистрации результатов внутрилабораторного контроля.

14.3 Периодичность контроля точности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.



Приложение А  
(обязательное)

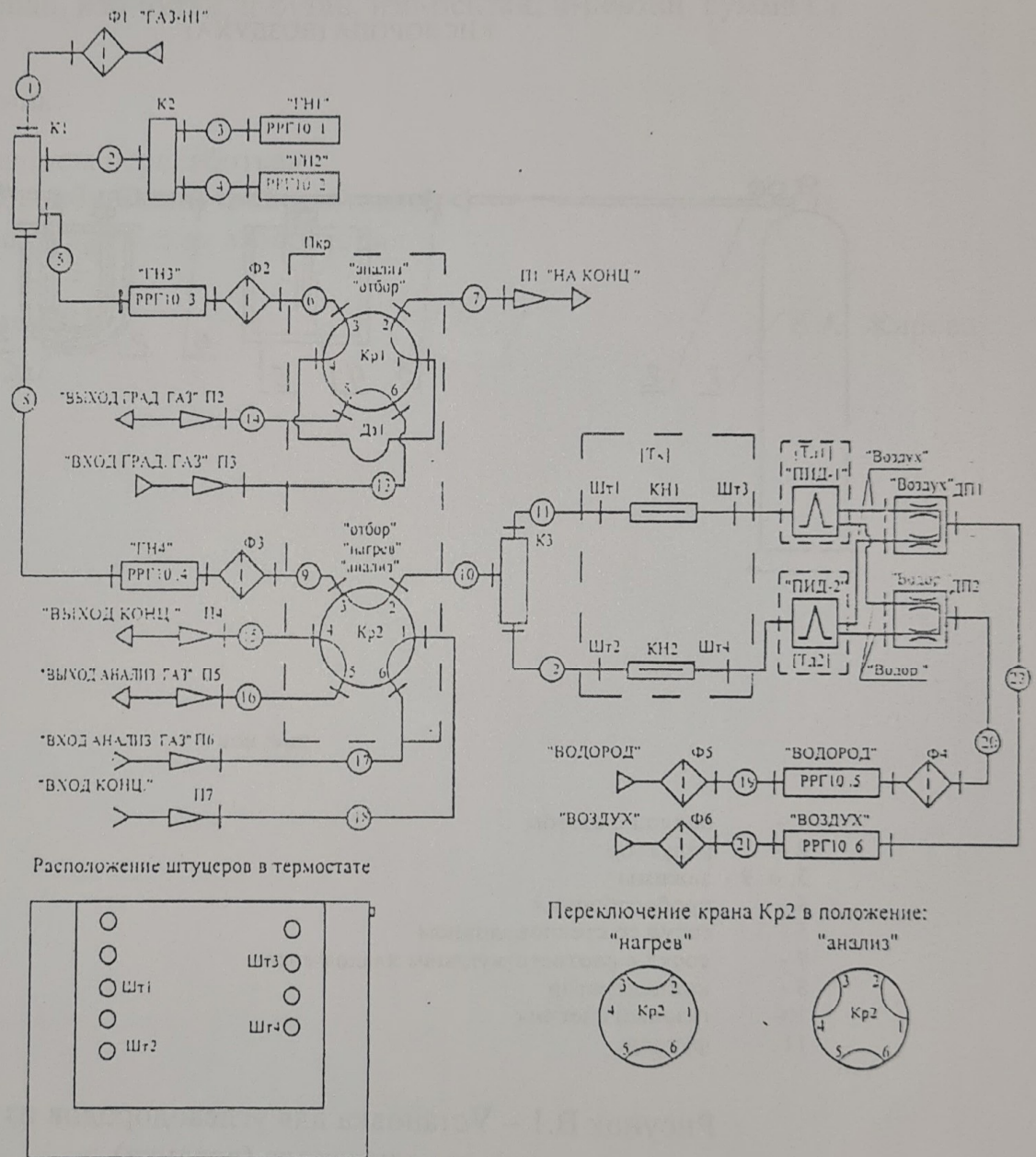
Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений

Источник неопределенности	Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность			
		Диапазон измерений, мгС/дм <sup>3</sup>			
		От 0,0001 до 0,01 включ.	Св.0,01 до 0,1 включ.	Св.0,1 до 5 включ.	Св.5 до 500 включ.
Содержание компонента в баллоне, $u_B$ , %	В	2,9	2,9	2,9	2,9
Установление град. коэффициента (стандартная неопределенность установления град. коэффициента), $u_K$ , %	А	4	4	4	4
Дозирование газообразной пробы при анализе, $u_{\text{доз}}$ , %	В	0,6	0,6	0,6	0,6
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности, $u_{Rл} (\sigma_{Rл})$ , %	А	24	19	8,5	5
Стандартная неопределенность смещения, $u(\theta)_л$ , %	А/В	5	5	5	5
Относительная суммарная стандартная неопределенность, $u_c$ , %		25	20	10	7
Расширенная относительная неопределенность, ( $U_{\text{Лотт.}}$ ) при $k = 2$ , $p = 0,95$ , %		50	40	20	14
Примечания					
1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.					
2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.					



Приложение Б

Схема газовая ПИД/ПИД 44-57



Положение кранов: Кр1-"анализ".Кр2-"отбор".

Рисунок Б.1 – Схема газовая ПИД/ПИД 44-57



## Приложение В

УСТАНОВКА ДЛЯ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ УГЛЕВОДОРОДОВ ИЗ ПРОБЫ ЖИДКОГО  
КИСЛОРОДА (ВОЗДУХА)

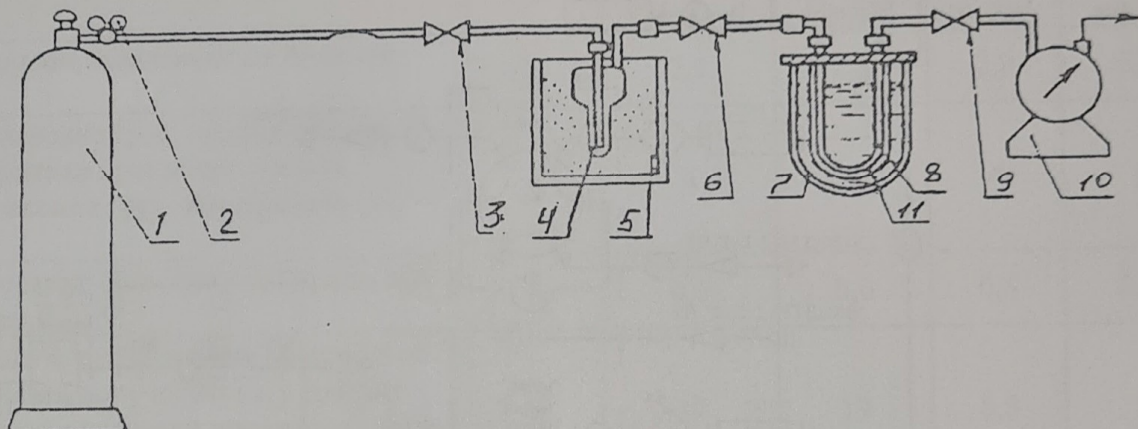


рисунок 2

- 1 – баллон с азотом
- 2 – редуктор
- 3, 6, 9 – зажимы
- 4 – пробоотборник
- 5 – сосуд со стекловолокном
- 7 – сосуд с соответствующим хладагентом
- 8 – концентратор
- 10 – газовый счетчик
- 11 – футляр

Рисунок В.1 – Установка для углеводородов из пробы  
жидкого кислорода (воздуха)



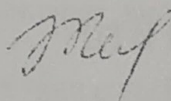
УДК \_\_\_\_\_

Ключевые слова: жидкий кислород, жидкий воздух, методика измерений, массовые концентрации углеводородов  $C_1$ - $C_6$ , хроматография, метан, этилен, этан, пропан, изо-бутан, н-бутан, изо-пентан, н-пентан, сумма  $C_6$

Разработчик:

ООО «Газпром переработка»  
Филиал Оренбургский гелиевый завод  
Центральная заводская лаборатория

Начальник ЦЗЛ



Е.А. Жирова



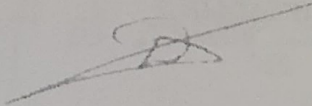
Лист согласования

Методики измерения массовой концентрации примесей углеводородов в жидком кислороде и в жидком воздухе хроматографическим методом

Главный метролог  
филиала Оренбургский гелиевый  
завод ООО «Газпром переработка»

А.В. Гришин

Начальник отдела ОХАИЭМ ИТЦ  
ООО «Газпром переработка»

  
О.Б. Джуфер



## **1 Назначение и область применения методики измерений**

На аттестацию был представлен проект методики измерений «Жидкий кислород и жидкий воздух. Методика измерений массовой концентрации углеводородов (в пересчете на углерод) хроматографическим методом», разработанной Центральной заводской лабораторией Оренбургского гелиевого завода ООО «Газпром переработка» (ЦЗЛ ОГЗ ООО «Газпром переработка»).

*Примечание* – Первоначально методика была аттестована в 2016 г АНО «Институт независимых экспертиз» (Кочергин Ю.В., Кочергина О.В., А.И.Авербух) для Общества с ограниченной ответственностью «Газпром добыча Оренбург» Гелиевого завода Центральной заводской лаборатории (ООО «Газпром добыча Оренбург» ГЗ ЦЗЛ), свидетельство об аттестации выдано Центром метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН № 88-16207-062-RA.RU.310657-2016.

Методика представлена на повторную (новую) аттестацию, пересмотр осуществляется в рамках интеграции нормативных документов ОГЗ с нормативными документами ООО «Газпром переработка». Кардинальные изменения вносить в методику не планируется, за исключением следующих правок

1. Редактирование текста документа в соответствии с требованиями, действующих стандартов
2. Актуализация текста МИ
3. Актуализация раздела «Нормативные документы»
4. Актуализация раздела «Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы»
5. Расчет бюджета неопределенности.

Методика измерений предназначена для применения в Центральной заводской лаборатории Оренбургского гелиевого завода ООО «Газпром переработка» (ЦЗЛ ОГЗ ООО «Газпром переработка») для аналитического контроля промежуточных потоков.

## **2 Метод измерений**

Метод измерений основан на испарении пробы жидкого кислорода (воздуха), низкотемпературном концентрировании углеводородных примесей в концентраторе с последующей термодесорбцией, хроматографическом разделении примесей на насадочных колонках и детектировании с помощью пламенно-ионизационных детекторов.

## **3 Цель работы**

Разработчик методики предоставил проект методики измерений и экспериментальные данные с целью подтверждения, установленных ранее, показателей точности методики (в таблице 1 методики приведены значения относительного показателя точности  $\pm\delta_n$ ).

Экспериментальные данные представлены в приложении А. В качестве экспериментальных данных были представлены данные контроля точности результатов измерений- контроль процедуры измерений с применением контрольной смеси (СО-CRM A7.1.12), содержащей компоненты- углеводороды с аттестованным значением объемной доли компонента в %. Значения объемной доли компонента в % были пересчитаны в мгС/дм<sup>3</sup>.

## **4 Проверка соответствия СИ условиям обеспечения прослеживаемости**

Комплектность используемых в методике средств измерений (СИ) соответствует эксплуатационным документам на СИ. На СИ отсутствуют внешние повреждения и дефекты. Все средства измерений поверены. Свидетельства о поверке были предоставлены, данные о поверке внесены во «ФГИС Аршин».



## 5 Результаты аттестации методики измерений

5.1 При рассмотрении, представленных разработчиком методики измерений материалов, были оценены правильность и обоснованность:

- выбора метода, средств измерений, стандартных образцов, вспомогательных и других технических средств;
- установления последовательности и содержания операций при отборе и подготовке проб, подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислений окончательных результатов измерений;
- принятой математической модели измерений;
- программы и объема экспериментальных исследований, включая стадии (методы) отбора и подготовки проб;
- выполненных теоретических исследований;
- выбора или оценки условий проведения измерений;
- выбора способов и средств обработки результатов измерений, включая программное обеспечение;
- выбора показателей точности измерений и установления их значений;
- выбора процедур обеспечения установленных показателей точности измерений (в том числе методов обеспечения прослеживаемости результата измерений к государственным первичным эталонам, иных возможных способов, а также способов контроля показателей точности) и, при необходимости, достоверности принимаемых решений.

### 5.2 Проверка диапазонов измерений методики

5.2.1 Для расчета диапазонов измерений методики нужно исходить из формул (12.1) и (10.5) методики:

$$K_i = \frac{C_i \cdot V_d \cdot \rho_i}{\bar{S}_i \cdot 100} \cdot K_{ci} \cdot f, \quad (10.5)$$

где  $C_i$  – объемная доля компонента в градуировочной смеси, %;

$\bar{S}_i$  – среднее арифметическое площадей пиков, рассчитываемое по формуле (10.3), мВ;

$V_d$  – объем дозы крана-дозатора, см<sup>3</sup>;

$\rho_i$  – плотность компонента при нормальных условиях, г/дм<sup>3</sup> (кг/м<sup>3</sup>);

$K_{ci}$  – доля углерода в молекуле компонента;

$f$  – коэффициент для приведения объема дозы к нормальным условиям, рассчитываемый по формуле

$$f = \frac{273 \cdot P}{101,325 \cdot (273 + t)}, \quad (10.6)$$

(где  $P$  и  $t$  – значения давления и температуры при градуировке, в кПа и °С, соответственно).

Массовую концентрацию углеводородов в пересчете на углерод ( $X_i$ , мгС/дм<sup>3</sup>), рассчитывают по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i}{V \cdot f} R, \quad (12.1)$$

где  $K_i$  – градуировочный коэффициент для  $i$ -го компонента, мгС/мВ;



$S_i$  – площадь пика  $i$ -го компонента при анализе, мВ;  
 $V$  – объем газообразного кислорода или воздуха, пропущенный через концентратор, дм<sup>3</sup>;  
 $f$  – коэффициент для приведения объема газа к нормальным условиям, рассчитываемый по формуле

$$f = \frac{273 \cdot P}{101,325 \cdot (273 + t)}, \quad (12.2)$$

(где  $P$  и  $t$  – значения давления и температуры при измерении объема газа, в кПа и °С соответственно).

Рассчитываем границы диапазона измерений методики (на примере метана):

$$X_{\text{нижн}} = X_i = \frac{K_i \cdot S_i}{V \cdot f} R = \frac{2,8 \cdot 10^{-8} \text{ мгС / мВ} \cdot 10 \text{ мВ}}{5,25 \text{ дм}^3 \cdot 0,9226} \cdot 860 = 1 \cdot 10^{-4} \text{ мгС / дм}^3 = 0,0001 \text{ мгС / дм}^3 = 0,0001 \text{ мгС / дм}^3$$

$$X_{\text{верхн}} = X_i = \frac{K_i \cdot S_i}{V \cdot f} R = \frac{2,8 \cdot 10^{-8} \text{ мгС / мВ} \cdot 50\,000\,000 \text{ мВ}}{2,61 \text{ дм}^3 \cdot 0,9226} \cdot 860 = 499,7 \text{ мгС / дм}^3 \approx 500 \text{ мгС / дм}^3$$

$$K_i = \frac{C_i \cdot V_d \cdot \rho_i}{S_i \cdot 100} \cdot K_{ci} \cdot f = \frac{0,5\% \cdot 1 \text{ см}^3 \cdot 0,717 \text{ г / дм}^3}{88634 \text{ мВ} \cdot 100} \cdot 0,75 \cdot 0,9226 = 2,8 \cdot 10^{-8} \text{ мгС / мВ}$$

*Вывод:* Установленные диапазоны методики измерений выбраны правильно.

5.3 Представленные разработчиком методики данные контроля указанные в п.3 настоящего отчета не превышают нормативов, установленных в методике:

– данные для контроля процедуры измерений по п.14.1 методики, представленные в приложении А отчета, показали, что при контроле не превышают установленные нормативы (п.14.1 методики):  $K_k \leq K_n$ .

$$K_k = |X - C_{ам}|,$$

где  $X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм<sup>3</sup>;

$C_{ам}$  – аттестованное значение массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм<sup>3</sup> в образце для контроля.

Значения норматива контроля  $K_n$  рассчитывают по формуле:

$$K_n = \Delta_n,$$

где  $\Delta_n$  – показатель точности результата измерений (границы абсолютной погрешности измерений при вероятности  $P = 0,95$ ), мгС/дм<sup>3</sup>.

$$\Delta_n = 0,01 \cdot \delta_n \cdot C_{ам}.$$

Значение  $\delta_n$  приведено в таблице 1.

*Вывод:* Представленные разработчиком методики данные указанные в п.3 настоящего отчета не превышают нормативов, установленных в методике. Методике измерений могут быть



приписаны характеристики погрешности измерений, приведенные в таблице 1 методики измерений.

5.4 В соответствии с требованиями п.7.6 ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 должна быть оценена расширенная неопределенность измерений, бюджет неопределенности приведен в таблице 2 настоящего отчета.

Используя данные контроля точности результатов измерений- контроль процедуры измерений с применением контрольной смеси, приведенные в Приложении А, рассчитали в соответствии с РМГ 61-2010 показатели внутрилаб. прецизионности, правильности и точности измерений, а также следующие показатели неопределенности:

– относительное стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности,  $u_{R_L} (\sigma_{R_L})$ , %;

– относительную стандартную неопределенность смещения,  $u(\theta)_L$ , %;

– относительную расширенную неопределенность,  $(U_{отн.})$  при  $k = 2$ ,  $p = 0,95$ , %.

Результаты расчетов для компонентов контрольной смеси приведены в таблице ниже.



Относительная суммарная стандартная неопределенность, $u_c$ , %	25	20	10	7
Расширенная относительная неопределенность, ( $U_{\text{отн}}$ ) при $k = 2$ , $p = 0,95$ , %	50	40	20	14

Примечания

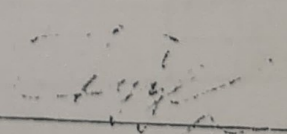
- 1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.
- 2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

5.5 Выводы о соответствии проекта методики измерений требованиям нормативно-правовых актов и документов по стандартизации:

- а) методика измерений соответствует её целевому назначению, свойствам объекта измерений и характеру измеряемых величин;
- б) условия выполнения измерений соответствует требованиям к применению данной методики измерений и условиям измерения СИ;
- в) требования к точности измерений примесей жидком кислороде и жидком воздухе не установлены в НД. Показатели точности результатов измерений соответствуют рассчитанным в результате экспериментальных исследований.
- г) в методике приведены способы обеспечения достоверности измерений – процедуры контроля точности измерений в методике предусмотрены; нормативы контроля увязаны с характеристиками погрешности измерений;
- д) типы выбранных средств измерений утверждены Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии. Используемые в составе методики измерений средства измерений имеют действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы соответствуют рекомендациям ГОСТ 8.315-2019 (имеют паспорта с установленными метрологическими характеристиками). Все изложенное отвечает условиям обеспечения прослеживаемости результатов измерений к государственным первичным эталонам единиц величин;
- е) записи результатов измерений и обозначения их единиц соответствуют установленным требованиям к единицам величин, допущенным к применению в Российской Федерации (Постановление Правительства РФ № 879, ГОСТ 8.417-2002);
- ж) форма представления результатов измерений соответствует метрологическим требованиям, установленным в МИ 1317-2004 и ПМГ 96-2009;
- з) правила построения и изложения документа на методику измерений соответствует требованиям установленным в ГОСТ 8.010-2013, ГОСТ Р 8.563-2009 и МИ 3269-10.

5.6 В результате аттестации установлено, что проект методики измерений, регламентированной в проекте документа МИ ОГЗ-16-2022 «Жидкий кислород и жидкий воздух. Методика измерений массовой концентрации углеводородов (в пересчете на углерод) хроматографическим методом», разработанном Центральной заводской лабораторией Оренбургского гелиевого завода ООО «Газпром переработка» (ЦЗЛ ОГЗ ООО «Газпром переработка») соответствует требованиям, предъявленным частью 4 статьи 5 Федерального закона от 26 июня 2008 г. N 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», приказом Минпромторга России № 4091 от 15.12.2015, ГОСТ Р 8.563-2009 и обладает показателями точности, приведенными в таблице 1 прописи методики.

Ведущий специалист  
 Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН,  
 эксперт-метролог СДСЭМ,  
 сертификат № RUM 02.24.335.0545-4



С. Г. Кудерко



**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
(обязательное)

Таблица А.1 – Результаты измерений образца для контроля баллон № 4388

Номер измерения <i>L</i>	Результат контрольного измерения массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм <sup>3</sup>	Аттестованное значение массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм <sup>3</sup> в образце для контроля	Результат контрольной процедуры Кк, мгС/дм <sup>3</sup>	Показатель точности, %	Норматив контроля, $K_n = 0,01 \cdot \delta_n \cdot C_{ам}$ , мгС/дм <sup>3</sup>	Вывод по выполнению условия
	<i>X</i>	<i>C<sub>ам</sub></i>	$K_k =  X - C_{ам} $	$\delta_n$	<i>K<sub>n</sub></i>	$K_k < K_n$
<b>СН<sub>4</sub></b>						
1	0,00248	0,00250	0,00002	50	0,00125	уд
2	0,00249		0,00001		0,00125	уд
3	0,00251		0,00001		0,00125	уд
4	0,00253		0,00003		0,00125	уд
5	0,00249		0,00001		0,00125	уд
6	0,00248		0,00002		0,00125	уд
7	0,00251		0,00001		0,00125	уд
8	0,00249		0,00001		0,00125	уд
9	0,00250		0		0,00125	уд
10	0,00251		0,00001		0,00125	уд
<b>С<sub>2</sub>Н<sub>6</sub></b>						
1	0,00466	0,00483	0,00017	50	0,00242	уд
2	0,00475		0,00008		0,00242	уд
3	0,00486		0,00003		0,00242	уд
4	0,00490		0,00007		0,00242	уд
5	0,00477		0,00006		0,00242	уд
6	0,00476		0,00007		0,00242	уд
7	0,00487		0,00004		0,00242	уд
8	0,00482		0,00001		0,00242	уд
9	0,00474		0,00009		0,00242	уд
10	0,00488		0,00005		0,00242	уд
<b>С<sub>3</sub>Н<sub>8</sub></b>						
1	0,00751	0,00766	0,00015	50	0,00383	уд
2	0,00762		0,00004		0,00383	уд
3	0,00782		0,00016		0,00383	уд
4	0,00775		0,00009		0,00383	уд
5	0,00779		0,00013		0,00383	уд
6	0,00748		0,00018		0,00383	уд
7	0,00770		0,00004		0,00383	уд
8	0,00768		0,00002		0,00383	уд
9	0,00787		0,00021		0,00383	уд
10	0,00763		0,00003		0,00383	уд



Таблица А.2 – Результаты измерений образца для контроля ,баллон № 4388

Номер измерения <i>L</i>	Результат контрольного измерения массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм <sup>3</sup>	Аттестованное значение массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм <sup>3</sup> в образце для контроля	Результат контрольной процедуры Кк, мгС/дм <sup>3</sup>	Показатель точности, %	Норматив контроля, $K_n = 0,01 \cdot \delta_{\lambda} \cdot C_{ат}$ , мгС/дм <sup>3</sup>	Вывод по выполнению условия
	<i>X</i>	$C_{ат}$	$K_k =  X - C_{ат} $	$\delta_{\lambda}$	$K_n$	$K_k < K_n$
<b>С<sub>2</sub>Н<sub>4</sub></b>						
1	0,000454	<b>0,000450</b>	0,000004	<b>50</b>	0,00022	уд
2	0,000452		0,000002		0,00022	уд
3	0,000453		0,000003		0,00022	уд
4	0,000468		0,000018		0,00022	уд
5	0,000455		0,000005		0,00022	уд
6	0,000438		0,000012		0,00022	уд
7	0,000464		0,000014		0,00022	уд
8	0,000444		0,000010		0,00022	уд
9	0,000451		0,000001		0,00022	уд
10	0,000463		0,000013		0,00022	уд
<b>нзо-С<sub>4</sub>Н<sub>10</sub></b>						
1	0,000228	<b>0,000224</b>	0,000004	<b>50</b>	0,000111	уд
2	0,000227		0,000003		0,000111	уд
3	0,000232		0,000008		0,000111	уд
4	0,000266		0,000042		0,000111	уд
5	0,000230		0,000006		0,000111	уд
6	0,000218		0,000006		0,000111	уд
7	0,000227		0,000003		0,000111	уд
8	0,000217		0,000007		0,000111	уд
9	0,000221		0,000003		0,000111	уд
10	0,000230		0,000006		0,000111	уд
<b>н-С<sub>4</sub>Н<sub>10</sub></b>						
1	0,000233	<b>0,000229</b>	0,000004	<b>50</b>	0,000115	уд
2	0,000237		0,000008		0,000115	уд
3	0,000226		0,000003		0,000115	уд
4	0,000224		0,000005		0,000115	уд
5	0,000234		0,000005		0,000115	уд
6	0,000236		0,000007		0,000115	уд
7	0,000229		0		0,000115	уд
8	0,000233		0,000004		0,000115	уд
9	0,000235		0,000006		0,000115	уд
10	0,000232		0,000003		0,000115	уд



Таблица А.3 – Результаты измерений образца для контроля, баллон № 4388

Номер измерения <i>L</i>	Результат контрольного измерения массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм <sup>3</sup>	Аттестованное значение массовой концентрации углеводорода в пересчете на углерод, мгС/дм <sup>3</sup> в образце для контроля	Результат контрольной процедуры $K_k$ , мгС/дм <sup>3</sup>	Показатель точности, %	Норматив контроля, $K_n = 0,01 \cdot \delta_l \cdot C_{ат}$ , мгС/дм <sup>3</sup>	Вывод по выполнению условия
	<i>X</i>	$C_{ат}$	$K_k =  X - C_{ат} $	$\delta_l$	$K_n$	$K_k < K_n$
<b>ИЗО-С<sub>5</sub>H<sub>12</sub></b>						
1	0,000049	<b>0,000047</b>	0,000002	50	0,0000235	уд
2	0,000052		0,000005		0,0000235	уд
3	0,000045		0,000002		0,0000235	уд
4	0,000046		0,000001		0,0000235	уд
5	0,000048		0,000001		0,0000235	уд
6	0,000053		0,000006		0,0000235	уд
7	0,000041		0,000006		0,0000235	уд
8	0,000050		0,000003		0,0000235	уд
9	0,000056		0,000009		0,0000235	уд
10	0,000053		0,000006		0,0000235	уд
<b>Н-С<sub>5</sub>H<sub>12</sub></b>						
1	0,000050	<b>0,000047</b>	0,000003	50	0,0000235	уд
2	0,000053		0,000006		0,0000235	уд
3	0,000044		0,000003		0,0000235	уд
4	0,000046		0,000001		0,0000235	уд
5	0,000049		0,000002		0,0000235	уд
6	0,000055		0,000008		0,0000235	уд
7	0,000040		0,000007		0,0000235	уд
8	0,000048		0,000001		0,0000235	уд
9	0,000057		0,000001		0,0000235	уд
10	0,000054		0,000007		0,0000235	уд
<b>С<sub>6</sub>H<sub>14</sub></b>						
1	0,000050	<b>0,000048</b>	0,000002	50	0,000024	уд
2	0,000049		0,000001		0,000024	уд
3	0,000041		0,000007		0,000024	уд
4	0,000044		0,000004		0,000024	уд
5	0,000052		0,000004		0,000024	уд
6	0,000051		0,000003		0,000024	уд
7	0,000047		0,000001		0,000024	уд
8	0,000041		0,000007		0,000024	уд
9	0,000039		0,000009		0,000024	уд
10	0,000051		0,000003		0,000024	уд



ГОСТ 8.315-2019, ГОСТ Р 8.871-2014 (имеют паспорта с установленными метрологическими характеристиками). Все изложенное отвечает условиям обеспечения прослеживаемости результатов измерений к государственным первичным эталонам единиц величин;

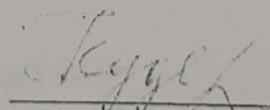
е) записи результатов измерений и обозначения их единиц соответствуют установленным требованиям к единицам величин, допущенным к применению в Российской Федерации (Постановление Правительства РФ № 879, ГОСТ 8.417-2002);

ж) форма представления результатов измерений соответствует метрологическим требованиям, установленным в МИ 1317-2004 и ПМГ 96-2009;

з) правила построения и изложения документа на методику измерений соответствует требованиям установленным в ГОСТ 8.010-2013, ГОСТ Р 8.563-2009 и МИ 3269-10.

В результате метрологической экспертизы установлено, что проект методики измерений регламентированной в проекте документа МИ ОГЗ-16-2022 «Жидкий кислород и жидкий воздух. Методика измерений массовой концентрации углеводородов (в пересчете на углерод) хроматографическим методом», разработанном Центральной заводской лабораторией филиал Оренбургский гелиевый завод ООО «Газпром переработка» (ЦЗЛ ОГЗ ООО «Газпром переработка») соответствует требованиям, предъявленным частью 4 статьи 5 Федерального закона от 26 июня 2008 г. N 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», приказом Минпромторга России № 4091 от 15.12.2015, ГОСТ Р 8.563-2009 и обладает показателями точности, приведенными в прописи методики.

Эксперт:  
Ведущий специалист  
Центра «СЕРТИМЕТ»  
АХУ УрО РАН,  
эксперт-метролог СДСЭМ,  
сертификат № RUM 02.24.335.0545-4

  
подпись

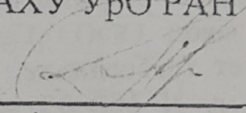
Кудерко С.Г.  
расшифровка подписи



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ  
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»  
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

Утверждаю:

Руководитель Центра метрологии  
и сертификации «СЕРТИМЕТ»  
АХУ УрО РАН

  
Л.А. Игнатенкова

«29» ноября 2022 г.

Отчет  
об аттестации методики измерений

**ЖИДКИЙ КИСЛОРОД И ЖИДКИЙ ВОЗДУХ**

**Методика измерений массовой концентрации  
углеводородов (в пересчете на углерод)  
хроматографическим методом**

**МИ ОГЗ-16-2022**

Екатеринбург  
2022



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ  
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»  
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 88-16207-057-RA.RU.310657-2022

*Методика измерений массовой концентрации углеводородов (в пересчете на углерод) в жидком кислороде и жидком воздухе хроматографическим методом,*

разработанная филиалом Оренбургский гелиевый завод ООО «Газпром переработка», 460539, Оренбургская область, Оренбургский район, сельсовет Чернореченский, севернее ориентира 33-й км трассы «Оренбург-Самара»,

предназначенная для аналитического контроля промежуточных потоков

и регламентированная в документе МИ ОГЗ-16-2022 «Жидкий кислород. Жидкий воздух. Методика измерений массовой концентрации углеводородов (в пересчете на углерод) хроматографическим методом», утвержденная в 2022 г., на 24 л.

Методика измерений аттестована в соответствии с Федеральным законом № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» от 26.06.2008, приказом Минпромторга России от 15.12.2015 № 4091 и ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований и метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства

30 ноября 2022 г.

И.о. начальника управления

П. И. Ваганов

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН  
м.п.

Л.А.Игнатенкова



## ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-057-RA.RU.310657-2022  
 об аттестации методики (метода) измерений  
 массовой концентрации углеводородов (в пересчете на углерод)  
 в жидком кислороде и жидком воздухе  
 хроматографическим методом  
 на 1 листе  
 (обязательное)

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Диапазоны измерений массовой концентрации углеводородов (метана, этилена, этана, пропана, изо-бутана, н-бутана, изо-пентана, н-пентана, суммы C<sub>6</sub> и выше) в пересчете на углерод в жидком кислороде и жидком воздухе, значения показателей точности измерений

Диапазон измерений (массовая концентрация углеводородов в пересчете на углерод), мгС/дм <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta_{\alpha}, \%$
От 0,0001 до 0,01 включ.	50
Св. 0,01 до 0,1 включ.	40
Св. 0,1 до 5 включ.	20
Св. 5 до 500 включ.	14

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН

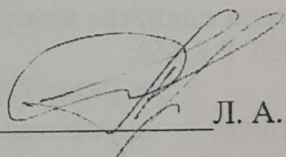
  
 Л. А. Игнатенкова



Таблица 1 – Сводная таблица расчетов по результатам контроля

Наименование компонента	$X_{ср},$ мгС/дм <sup>3</sup>	$S_{арт},$ мгС/дм <sup>3</sup>	$\delta_c, \%$	$\Delta_{арт},$ мгС/дм <sup>3</sup>	$\sigma_{Rn}$		$\pm \Delta_{сп},$ мгС/дм <sup>3</sup>	$\pm \delta_{сп}, \%$	$\pm \Delta_{н},$ мгС/дм <sup>3</sup>	$\pm \delta_{н}, \%$	$\psi(\theta),$ %	$U_o, \%$
					мгС/дм <sup>3</sup>	%						
Метан СН <sub>4</sub>	0,00249	0,0025	4,98	0,0001	0,000016	0,0638	0,00011	4,54	0,000118	4,71	2,32	4,81
Этан С <sub>2</sub> Н <sub>6</sub>	0,004801	0,00483	4,97	0,00019	0,00008	0,1606	0,00022	4,56	0,000267	5,53	2,33	5,64
Пропан С <sub>3</sub> Н <sub>8</sub>	0,007685	0,00766	4,03	0,00031	0,00013	0,01668	0,00036	4,68	0,000439	5,73	2,40	5,84
Этилен С <sub>2</sub> Н <sub>4</sub>	0,000454	0,00045	4,98	0,000224	0,000009	0,2007	0,00003	5,77	0,0000315	7,00	2,94	7,15
Изо-бутан Изо-С <sub>4</sub> Н <sub>10</sub>	0,000230	0,000224	4,97	0,000111	0,00001	0,6011	0,00002	6,78	0,000031	13,85	3,46	14,13
н-бутан н-С <sub>4</sub> Н <sub>10</sub>	0,000232	0,000229	5,02	0,000115	0,0000043	0,1846	0,00013	5,80	0,0001557	6,86	2,96	7,00
Изо-пентан Изо-С <sub>5</sub> Н <sub>12</sub>	0,0000493	0,000047	4,90	0,000023	0,0000045	0,907	0,0000038	8,09	0,0000096	20,33	4,13	20,75
н-пентан н-С <sub>5</sub> Н <sub>12</sub>	0,0000496	0,000047	4,90	0,000023	0,00001	1,072	0,0000042	8,93	0,0000011	23,90	4,56	24,39
н-гексан С <sub>6</sub> Н <sub>14</sub>	0,0000465	0,000048	5,10	0,0000245	0,0000049	1,045	0,0000041	8,53	0,00000104	21,59	4,35	22,04

Относительную стандартную неопределенность смешения  $\psi(\theta)_n$  (для бюджета неопределенности), рассчитали, используя максимальное значение показателя правильности из табл. 1 настоящего отчета:  $\psi(\theta)_n = \delta_{сп\max} / 2 = 8,93\% / 2 = 4,465\% \approx 5\%$ .

Т.к. рассчитанные значения  $\sigma_{Rn}$  отн из таблицы 1 относятся к узкому диапазону концентраций (рассчитаны для компонентов в диапазоне концентраций 0,000048 ÷ 0,00766 мгС/дм<sup>3</sup>) и имеют очень маленькие значения ( $\sigma_{Rn}$  отн  $\max = 1,072\%$ ), то решено для бюджета неопределенности значения  $U_{Rn} = \sigma_{Rn}$  отн % увеличить и оценить их для соответствующих поддиапазонов с учетом значений  $\pm \delta_{н}$  из таблицы 1 методики измерений:  $U_{Rn} \approx \delta_{н} / 2$ .



Так же источниками неопределенности для данного метода анализа являются:  
 – неопределенность аттестованного значения град. смеси (содержание компонента в баллоне)  $u_B$ : погрешность допускаемой относит. погрешности определяемых углеводородов в газовой смеси в соответствии с паспортом составляет  $\delta_{\max} = \pm 5\%$ . В предположении

прямоугольного распределения  $u_B = \frac{\delta_B}{\sqrt{3}} = 2,88\%$ ;

– неопределенность дозирования град смеси при установлении град.коэффициента  $u_{гр.доз}$ . Для ввода градуировочного газа в колонку-концентратор используют дополнительный кран-дозатор с пробоотборной петлей известного объема. Т.е. объем град. смеси  $V_{град. смеси} = V_{проб. петли} = 1 \text{ см}^3$ . Данные о погрешности измерения  $V_{проб. петли}$  в сопроводительных документах на кран-дозатор отсутствуют, поэтому оценить составляющую  $u_{гр.доз}$  не представляется возможным;

– неопределенность установления град.коэффициента  $u_K$ : при расчете значения град.коэффициента любого компонента смеси  $K_i$  используют среднее арифметическое значение площадей пиков  $\bar{S}_i$  и др. табличные и расчетные данные (плотность компонента, доля углерода в молекуле компонента, коэффициент для приведения объема дозы к нормальным условиям).

Согласно п.10.5.4 методики относительное СКО среднего арифметического значения площадей пиков  $\sigma_{гс} \leq 4\%$ . Принимаем  $u_K = \sigma_{гс} = 4\%$ . Неопределенность др. табличных и расчетных данных принимаем незначимой по сравнению с  $\sigma_{гс}$ ;

– неопределенность дозирования пробы (объем газообразного кислорода или воздуха, пропущенный через концентратор)  $u_{доз}$ . Объем газообразной пробы контролируют с помощью газового счетчика барабанного типа (ГР № 49356-12). Согласно описанию типа пределы допускаемой относит. погрешность измерения объема газа для счетчика составляют  $\delta_{сч} = \pm 1\%$ .

В предположении прямоугольного распределения  $u_{доз} = \frac{\delta_{сч}}{\sqrt{3}} = 0,6\%$ .

На основании указанных выше оценок составляющих неопределенности измерений составлен бюджет неопределенности, приведенный в таблице 2 настоящего отчета.

Таблица 2 – Бюджет неопределенности измерений

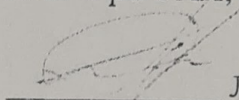
Источник неопределенности	Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность			
		Диапазон измерений, мгС/дм <sup>3</sup>			
		От 0,0001 до 0,01 включ.	Св.0,01 до 0,1 включ.	Св.0,1 до 5 включ.	Св.5 до 500 включ.
Содержание компонента в баллоне, $u_B$ , %	В	2,9	2,9	2,9	2,9
Установление град. коэффициента (стандартная неопределенность установления град. коэффициента), $u_K$ , %	А	4	4	4	4
Дозирование газообразной пробы при анализе, $u_{доз}$ , %	В	0,6	0,6	0,6	0,6
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях внутрिलाбораторной прецизионности, $u_{Rл} (\sigma_{Rл})$ , %	А	24	19	8,5	5
Стандартная неопределенность смещения, $u(\theta)_л$ , %	А/В	5	5	5	5



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ  
УРАЛЬСКОЕ ОТДЕЛЕНИЕ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ «СЕРТИМЕТ»  
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ»  
АХУ УрО РАН; эксперт-метролог СДСЭМ

  
Л.А.Игнатенкова

«29» ноября 2022г.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

88-16207-МЭ/106-RA.RU.310657-2022 от 29.11.2022  
по результатам метрологической экспертизы  
проекта методики измерений о соответствии методики измерений  
установленным метрологическим требованиям к измерениям

регламентированной в проекте документа МИ ОГЗ-16-2022 «Жидкий кислород и жидкий воздух. Методика измерений массовой концентрации углеводородов (в пересчете на углерод) хроматографическим методом», разработанном Центральной заводской лабораторией филиал Оренбургский гелиевый завод ООО «Газпром переработка» (ЦЗЛ ОГЗ ООО «Газпром переработка»).

Методика измерений предназначена для аналитического контроля промежуточных потоков.

Экспертиза проведена на основании договора.

Заключение составлено по результатам метрологической экспертизы проекта методики измерений и рассмотрения результатов экспериментальных исследований, проведенных разработчиком методики и представленных в Центр «СЕРТИМЕТ».

При рассмотрении, представленных разработчиком методики измерений материалов, оценивали правильность и обоснованность:

- выбора метода, средств измерений, стандартных образцов, вспомогательных и других технических средств;
- установления последовательности и содержания операций при отборе и подготовке проб, подготовке и выполнении измерений, обработке промежуточных результатов и вычислений окончательных результатов измерений;
- принятой математической модели измерений;
- программы и объема экспериментальных исследований, включая стадии (методы) отбора и подготовки проб;
- выполненных теоретических исследований;



- выбора или оценки условий проведения измерений;
- выбора способов и средств обработки результатов измерений, включая программное обеспечение;
- выбора показателей точности измерений и установления их значений;
- выбора процедур обеспечения установленных показателей точности измерений (в том числе методов обеспечения прослеживаемости результата измерений к государственным первичным эталонам, иных возможных способов, а также способов контроля показателей точности) и, при необходимости, достоверности принимаемых решений.

Перечень нормативно-правовых актов и документов по стандартизации, использованных при метрологической экспертизе:

Федеральный закон от 26.06.2008 № 102-ФЗ	Об обеспечении единства измерений
Приказ Минпромторга России № 4091 от 15.12.2015	Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения ГСИ. Методики выполнения измерений. Основные положения ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения
ГОСТ 8.010-2013	ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения
ГОСТ 8.315-2019	
ГОСТ 8.417-2002	Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин
ГОСТ Р 8.563-2009	ГСИ. Методики (методы) измерений
ГОСТ Р 8.871-2014	
Постановление Правительства Российской Федерации от 31 октября 2009 года N 879	Об утверждении Положения о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации
ПМГ 96-2009	ГСИ. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления
РМГ 61-2010	
МИ 1317-2004	ГСИ. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки ГСИ. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров
МИ 3269-2010	
	Рекомендация. ГСИ. Построение, изложение, оформление и содержание документов на методики (методы) измерений

Выводы о соответствии методики измерений требованиям нормативно-правовых актов и документов по стандартизации:

- а) методика измерений соответствует её целевому назначению, свойствам объекта измерений и характеру измеряемых величин;
- б) условия выполнения измерений соответствует требованиям к применению данной методики измерений;
- в) показатели точности результатов измерений соответствуют рассчитанным в результате экспериментальных исследований;
- г) в документе приведены способы обеспечения достоверности измерений – процедуры контроля точности измерений в методике предусмотрены;
- д) используемые в составе методики измерений средства измерений имеют действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы соответствуют рекомендациям