



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)

СОГЛАСОВАНО
Первый заместитель
генерального директора по науке
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест»

А.Ю. Кузин

М.П.

04.08.2025 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматограф газовый Trace 1610

Методика поверки

РТ-МП-06-205-2025

Москва 2025 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматограф газовый Trace 1610 (далее – хроматограф) и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается:

- к единице массовой доли, воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 208-2024 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 28.12.2024 № 3158, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
2. Подготовка к поверке средства измерений	Да	Да	8
3. Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
4. Опробование средства измерений:			10
- определение уровня флюктуационных шумов нулевого сигнала	Да	Да	10.1
- определение предела детектирования	Да	Да	10.2
5. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:			11
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	Да	Да	11.1
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа	Да	Да	11.2
6. Оформление результатов поверки	Да	Да	12

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Выполнение поверки в сокращенном объеме в соответствии с пунктом 18 Приложения № 1 к Приказу Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» не предусмотрено.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C
- атмосферное давление, кПа
- относительная влажность воздуха, %

от +15 до +25
от 84,0 до 106,7
от 25 до 80

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего хроматограф (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
пп. 8 – 11	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °C до 25 °C с абсолютной погрешностью не более ±1 °C.</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 25 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ±3 %.</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ±3 кПа.</p>	<p>Прибор комбинированный Testo 608-H1, рег. № 53505-13</p> <p>Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76</p>
пп. 10 – 11	<p>Контрольный раствор гексадекана в гексане, приготовленный по методике, приведенной в приложении А. Массовая концентрация гексадекана в растворе от 30 г/дм³ до 50 г/дм³.</p> <p>Вспомогательные средства поверки:</p> <ul style="list-style-type: none"> - весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г; - колба мерная 2-1000-2, ГОСТ 1770-74; - пипетка 1-2-1, ГОСТ 29169-91. - азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74, или генератор чистого (нулевого) азота; - воздух нулевой, ТУ 6-21-5-82, или генератор чистого (нулевого) воздуха; - водород марки "А", ГОСТ 3022-88, или генератор чистого водорода; - гексан марки х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98; - колонки хроматографические капиллярные (могут быть использованы любые типы колонок, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого хроматографа с требуемой точностью). 	ГСО 11731-2021

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого СИ с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа, проверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в РЭ на хроматограф.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа требованиям Описания типа хроматографа;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа и детектора;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость надписей на лицевой панели;
- к хроматографу должны быть подведены газы надлежащей чистоты и в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовительные работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

8.2 Перед проведением поверки готовят контрольный раствор по методике, приведенной в приложении А.

8.3 Проверяют условия проведения поверки, измеряя температуру, давление и влажность.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО хроматографа версии ПО, указанной в описании типа. Для проверки идентификационных данных встроенного ПО в главном меню необходимо перейти в раздел «Диагностика» – «Инф. о программе». В открывшемся окне будет отображен номер версии ПО HMI S/W (Human-Machine Interface SoftWare).

Для проверки идентификационных данных автономного ПО в главном меню программы Chromeleon, установленной на персональном компьютере, необходимо открыть вкладку «Help» – «about Chromeleon» («Помощь» – «о программе Chromeleon»). В открывшемся окне будет отображен номер версии ПО.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование встроенного ПО	HMI S/W
Номер версии (идентификационный номер) встроенного ПО	00.00.49
Идентификационное наименование автономного ПО	Chromeleon
Номер версии (идентификационный номер) автономного ПО	7.3.2

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При опробовании определяют уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала и предел детектирования.

10.1 Определение уровня флюктуационных шумов нулевого сигнала

10.1.1 Хроматограф включают и устанавливают режимные параметры в соответствии с руководством по его эксплуатации.

10.1.2 Уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на рабочий режим и принимают его равным максимальной амплитуде (размаху) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд. Для определения уровня флюктуационных шумов проводят регистрацию нулевой линии в течение 15 минут, при этом единичные выбросы длительностью более 1 с не учитывают, или используют ПО хроматографа.

Значения уровня флюктуационных шумов нулевого сигнала не должны превышать $5 \cdot 10^{-14}$ А.

10.2 Определение предела детектирования

10.2.1 Устанавливают следующие режимные параметры хроматографа:

Режим газа-носителя	постоянный поток
Поток по колонке, см ³ /мин	2
Начальная темп. термостата колонок, °C	40
Скорость подъема температуры до 200 °C, °C/мин	30
Температура детектора, °C	от 200 до 250
Объем ввода пробы, мкл	1

Допускается применять иные режимные параметры хроматографа, обеспечивающие полное разделение пиков контрольного компонента и растворителя, при этом время выхода целевого пика не должно превышать 10 минут.

10.2.2 Вводят в хроматограф с помощью автодозатора 1 мкл контрольного раствора гексадекана в гептане, приготовленного согласно приложению А.

10.2.3 Измеряют уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала на участке хроматограммы, предшествующем выходу контрольного вещества. Уровень флюктуационных шумов в амперах (Δ_X) принимают равным максимальной амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с (при этом единичные выбросы не учитываются) или определяют с ПО хроматографа.

10.2.4 Измеряют не менее 6 раз выходной сигнал - площадь пика контрольного вещества S .

10.2.5 Предел детектирования в гС/с вычисляют по формуле:

$$C_{\min} = k_1 \cdot \frac{2 \cdot \Delta_X \cdot G}{\bar{S}}, \quad (1)$$

где G – масса вещества, г; $G = C \cdot V \cdot 10^{-6}$ (C - массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм³, V - объем пробы, мм³);

\bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика, А·с;

k_1 – массовая доля углерода в контрольном веществе (для гексадекана $k_1 = 0,849$).

Предел детектирования (C_{\min}) не должен превышать $9,5 \cdot 10^{-12}$ гС/с

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение относительного СКО выходного сигнала

11.1.1 Вводят в хроматограф с помощью автодозатора 1 мкл контрольной смеси и регистрируют хроматограмму при режимных параметрах хроматографа, указанных в п. 10.2.

11.1.2 Регистрируют время удерживания в минутах (t_i) и площадь пика контрольного вещества (S_i).

11.1.3 Повторяют операции по 11.1.1 - 11.1.2 не менее шести раз.

11.1.4 Значения относительного СКО выходного сигнала (площади пика (σ_s) и времени удерживания (σ_t)) вычисляют при помощи ПО или по формулам 2 – 3.

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{S}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где S_i – i -тое значение площади пика;

\bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика;
 n – число измерений.

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где t_i – i -тое значение времени удерживания;

\bar{t} – среднее арифметическое значение времени удерживания;
 n – число измерений.

11.1.5. Полученные значения относительного СКО выходного сигнала, не должны превышать 2 % для площади пика и 0,1 % для времени удерживания.

11.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы.

Проводят операции по 11.1. Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по 11.1. Значение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (4)

$$\delta_t = \frac{\bar{S}_t - \bar{S}}{\bar{S}} \cdot 100, \quad (4)$$

где \bar{S}_t – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика), измеренное через 8 часов непрерывной работы хроматографа.

Результаты операции поверки положительные, если относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа не превышает $\pm 3\%$.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Результаты поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляют извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальник отдела 205
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест»

Вихрова

С.В. Вихрова

Ведущий инженер отдела 205
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест»

Никифоров

Т.О. Никифоров

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

A.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 11731-2021 состава н-гексадекана.

А.1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

А.1.3 Колба мерная 2-1000-2, ГОСТ 1770-74.

А.1.4 Пипетка 1-2-1, ГОСТ 29169-91.

А.1.5 Гексан марки х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98.

A.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией н-гексадекана 40 мг/дм³

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят 40 мг н-гексадекана. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл гексана. Переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.