

**Федеральное бюджетное учреждение «Государственный региональный центр
стандартизации, метрологии и испытаний в Нижегородской области»
(ФБУ «Нижегородский ЦСМ»)**

УТВЕРЖДАЮ

Главный метролог

ФБУ «Нижегородский ЦСМ»

Т.Б.Змачинская

« 12 » июля 2019 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

**Комплекс хроматографический газовый
"Хромос ГХ-1000 "**

Методика поверки

ХАС 2.320.003.01 МП

Настоящая инструкция распространяется на комплексы хроматографические газовые «Хромос ГХ-1000» (далее - хроматографы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки, разработана в соответствии с РМГ 51-2002 Документы на методики поверки средств измерений. Основные положения.

Хроматограф является индивидуально градуируемым измерительным средством (системой). На хроматограф распространяется действие ГОСТ 26703-93 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний.

Интервал между поверками- один год.

При выпуске из производства хроматографа, укомплектованного испарителем и краном-дозатором, первичная поверка проводится как при дозировании жидкости микрошприцем, так и при введении газовой пробы краном-дозатором.

В соответствии с заявлением владельца средства измерений (СИ) или другого лица, предоставившего СИ на поверку допускаются ограничения:

- для хроматографа, имеющего несколько детекторов допускается проводить периодическую поверку с теми детекторами (детектором), с которыми эксплуатируется хроматограф.

- при эксплуатации хроматографа с испарителем, допускается проводить его периодическую поверку только по жидким контрольным смесям.

- при эксплуатации хроматографа с краном-дозатором, допускается проводить его периодическую поверку только с использованием поверочных газовых смесей (ПГС).

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1-Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	после ремонта	при периодической поверке
1. Внешний осмотр	3.1	Да	Да	Да
2. Опробование	3.2.			
2.1 Проверка прочности электрической изоляции	3.2.1.1.	Да	Да*	Нет
2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции	3.2.1.2.	Да	Да*	Нет
2.3 Проверка качества заземления	3.2.1.3.	Да	Да*	Нет
2.4 Определение уровня шумов	3.2.4	Да	Да	Да ¹⁾

2.5. Определение уровня дрейфа	3.2.5	Да	Да	Да ¹⁾
2.6. Определение предела детектирования	3.2.6	Да	Да	Да ¹⁾
3. Определение метрологических характеристик:	3.3.	Да	Да	Да
3.1. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	3.3.1.	Да	Да	Да ¹⁾
3.2. Определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений	3.3.2.	Нет	Нет	Да ²⁾
<p>1)- при отсутствии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Методики (методы) измерений.</p> <p>2)- при наличии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке</p> <p>* - если производился ремонт электрических цепей</p>				

1.2 При проведении поверки применяют средства поверки (приборы, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы), указанные в таблице 2.

Таблица 2-Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
3.2.1.1	Прибор для испытания электрической прочности УПУ-10, ПГ-4%, (0-10) кВ.
3.2.1.2	Мегаомметр М4100/4 по ТУ 24-04-2130-78 ,к.т.1,(5-3.10 ⁶) кОм, рег.№ в ФИФ 3424-73.
3.2.1.3	Мультиметр цифровой АРРА-105N , пределы измерений переменного напряжения (4-400) В, погрешность $\pm(0,005 \cdot X + 5к)$, предел измерения переменного тока (40 мА- 10 А), погрешность $\pm(0,02 \cdot X + 5к)$. Рег.№ в ФИФ 21501-07.
	Прибор комбинированный Testo 622: диапазон измерения абсолютного давления 300 до 1200 гПа, погрешность ± 5 гПа, диапазон измерения температур от (-10 °С) до (+60 °С), абс. погрешность $\pm 0,4$ °С, диапазон измерения влажности от 10 до 95 %, абс. погрешность ± 3 %. Рег.№ в ФИФ 53505-13.
	Секундомер «Интеграл С-01», Рег.№ в Фиф 44154-10, суточный ход в режиме «часы» $\pm 1,0$ с/сутки.

	Весы лабораторные электронные ME 235 S, погрешность $\pm (0,00002-0,00024)$ г, рег.№ 21464-07.
	Микрошприцы типа МШ-10М, рег.№ в Фиф 8235-81, вместимость $10 \cdot 10^{-3}$ см ³ .
	Шприц Hamilton серия 1000 , рег.№ 63779-16, относительная погрешность ± 1 %.
	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, диапазон температур от -50 °С до +300 °С, цена деления 0,1°С, абс.погрешность $\pm 0,05$ °С, рег.№ в ФИФ – 61806-15.
	Колбы мерные, класс точности 2, вместимостью 10,25,100,250,500 см ³ , ГОСТ 1770-74.
	Пипетки, класс точности 2, вместимостью 1 см ³ , ГОСТ 29227-91.
3.2.2 - 3.3	Колонка стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5 % силикона SE-30 или аналог.
3.2.2 - 3.3	Колонка стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм или аналог.
3.2.2 - 3.3	Колонка капиллярная длиной 5-105 метров, диаметром 0,25-0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.
3.2.2 - 3.3	Колонка стальная, длина 1-4 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм или аналог.
3.2.2 - 3.3	Капиллярная колонка Rtx-1, 100 м x 0,53 мм.
3.2.2 - 3.3	Капиллярная колонка «Molsieve 5A PLOT».
3.2.2 - 3.3	Колонка GS-GasPro, 60 м x 0,32 мм.
3.2.2 - 3.3	Аргон газообразный высшего сорта ГОСТ 10157-2016, объемная доля основного вещества 99,993 %. Аргон газообразный высокой чистоты 5.5, 6.0 ТУ 2114-006-45905715-2010, объемная доля основного вещества 99,9995 %. ТУ 2114-005-53373468-2006, объемная доля основного вещества от 99,9996 до 99,9999 %.
3.2.2 - 3.3	Гелий газообразный, марка А, ТУ9271-135-31323949-2005, объемная доля основного вещества 99,995 %. Гелий высокой чистоты марка 5.5, ТУ 0271-001-45905715-02 с изм1, объемная доля основного вещества 99,9995 %. Гелий высокой чистоты марка 6.0, ТУ 0271-001-45905715-02 с изм1, объемная доля основного вещества 99,9999 %.
3.2.2 - 3.3	Водород технический, марка А, объемная доля основного вещества не менее 99,99 %, ГОСТ 3022-80.
3.2.2 - 3.3	СО состава газовой смеси пропан в гелии, объемная доля пропана от 0,1 до 0,5 %, ГСО 10655-2015.

3.2.2 - 3.3	СО состава газовой смеси пропан-азот, объемная доля пропана от 0,1 до 0,5 %, ГСО 10651-2015.
3.2.2 - 3.3	СО состава газовой смеси: водород-азот, объемная доля водорода от 0,6 до 1,0 %, ГСО 10532-2014.
3.2.2 - 3.3	СО состава сероводород-азот, массовая концентрация сероводорода от 9 до 25 мг/м ³ , ГСО 10537-2014.
3.2.2 - 3.3	СО состава сероводород-метан, массовая концентрация сероводорода от 4 до 20 мг/м ³ , ГСО 10538-2014.
3.2.2 - 3.3	СО состава кислород, водород- аргон, массовая доля кислорода от 0,01 до 0,03 %, массовая доля водорода от 0,01 до 0,03 % ГСО 10611-2015.
3.2.2 - 3.3	Стандартный образец состава искусственной смеси азот, водород, кислород, метан – аргон, ГСО 10532-2014 объемная доля азота от 5 до 15 млн. ⁻¹ . объемная доля водорода от 5 до 15 млн. ⁻¹ . объемная доля кислорода от 5 до 15 млн. ⁻¹ . объемная доля метана от 5 до 15 млн. ⁻¹ .
3.2.2 - 3.3	Гептан эталонный, массовая доля основного вещества не менее 99 %, ГОСТ 25828-83.
3.2.2 - 3.3	Линдан, массовая доля основного вещества не менее 98,7 %, ГСО 8890-2007.
3.2.2 - 3.3	Метафос (паратион-метил), массовая концентрация метафоса 113 мг/дм ³ , ГСО 11056-2018.
3.2.2 - 3.3	Гексан х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,00 %, ТУ 6-09-4521-84.
3.2.2 - 3.3	Октан х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,8 %, ТУ 6-09-661-76.
3.2.2 - 3.3	Нонан ч., массовая доля основного вещества не менее 99,5 %, ТУ 6-09-3731-74.
3.2.2 - 3.3	Бензол х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,4 %, ГСО 7141-95.

Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены в соответствии с приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015г; материалы и реактивы должны соответствовать требованиям, указанным в соответствующих сертификатах.

Допускается использовать другие средства измерения, метрологические и технические характеристики которых соответствуют указанным в методике поверки.

При наличии нормативной документации на МВИ по ГОСТ Р 8.563-2009 технические характеристики колонок должны соответствовать требованиям раздела о средствах измерений МВИ.

Жидкие контрольные смеси для поверки изготавливают объемно-весовым методом на основе указанных ГСО по прилагаемой инструкции (см. приложение 1 настоящей МП).

1.3 Расчет уровня шумов, дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования и метрологических характеристик проводят с использованием программного обеспечения "Хромос", окно "Поверка". Отчет "Поверка» является основанием для выдачи свидетельства о поверке. (Образец отчета «Поверка» в приложении).

2 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды - (20 ± 5) °С;
- относительная влажность - от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление - от 84 до 106 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.), изменяющееся в процессе поверки не более чем на ± 5 кПа ($\pm 3,75$ мм рт.ст.);
- напряжение переменного тока - (230 ± 23) В;
- частота переменного тока – $(50 \pm 0,2)$ Гц;
- механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работу комплекса, должны отсутствовать.

2.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовка хроматографа в соответствии с НД;
- приготовление контрольных растворов (инструкция по приготовлению контрольных растворов приведена в приложении 1);

2.3 Требования безопасности

2.3.1. Все работы, относящиеся к поверке хроматографа, должны быть выполнены с соблюдением требований безопасности, приведенных в руководстве по эксплуатации, а также в приказе № 328 Н от 24.07.2013 г. «Об утверждении правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

2.3.2. При поверке должны быть соблюдены требования безопасности и санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (с Изменениями N 1, 2).

2.3.3. При эксплуатации хроматограф должен быть заземлен.

2.3.4. Мощность дозы радиоактивного излучения на поверхности хроматографа с детектором ЭЗД не превышает уровня природного радиоактивного фона $0,1 \text{ мкГр/час}$ (НРБ-99-2009, п.1.4).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

Первичная поверка проводится в объеме и последовательности, указанных в таблице 1.

Периодическая поверка у заказчика проводится в одном из двух вариантов:

- при отсутствии НД на МИ- по методике поверки (таблица 1 п.п.1, 2.4, 2.5, 2.6, 3.1)
- при наличии НД на методику измерений, соответствующей требованиям ГОСТ Р 8.563-2009 –по методике поверки (таблица 1 п.п.1, 3.3).

3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают следующее:

- соответствие комплектности хроматографа и номеров блоков паспортным данным;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

3.2 Опробование

Для проверки идентификационного наименования и номера версии программного обеспечения необходимо выполнить следующую последовательность операций:

- включить персональный компьютер и дать время для загрузки операционной системы;
- после запуска ПО «Хромос» и отображения главного окна, нужно выбрать меню "Справка"
- "О программе".
- В окне "О программе" отобразится требуемая информация.

Идентификационные данные программного обеспечения:

Наименование программного обеспечения	Хромос
Идентификационное наименование программного обеспечения	CalcModule.dll
Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	1.2
Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	37c2b7ab
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного кода	CRC-32

При опробовании проверяют правильность прохождения теста при включении прибора, идентификации программного обеспечения. Результаты опробования считают положительными, если по окончании времени тестирования хроматографа, отсутствует сообщение о неисправности и появляются идентификационные данные программного обеспечения.

3.2.1. Опробование осуществляют в соответствии с требованиями НД на хроматограф.

Проверка качества электрической изоляции включает в себя проверку прочности изоляции и измерение сопротивления изоляции хроматографа.

3.2.1.1. Прочность изоляции силовых цепей проверяется на пробойной установке УПУ-10 испытательным напряжением 1500В, частотой 50Гц.

Испытательное напряжение прикладывается между соединенными вместе контактами сетевой вилки хроматографа и клеммой заземления.

На цепь, подвергаемую проверке, подать рабочее напряжение и увеличивать его плавно за время 5-10 секунд до величины испытательного напряжения и выдержать в течение 1 минуты. Хроматограф считать выдержавшим испытания, если отсутствует пробой или поверхностный разряд.

3.2.1.2. Измерение сопротивления изоляции следует проводить мегаомметром М4100/4 при испытательном напряжении 500В.

Сопротивление изоляции хроматографа измеряется между соединенными вместе контактами сетевой вилки и клеммой заземления. Сетевой тумблер на хроматографе поставить в положение "ВКЛ."

Величина сопротивления изоляции должна быть не менее 20 МОм во всем диапазоне температур окружающей среды.

3.2.1.3. Проверку качества заземления хроматографа проводят измерением сопротивления между заземляющей клеммой и любой доступной прикосновению металлической нетоковедущей частью хроматографа, которая может оказаться под напряжением. Измеренное сопротивление должно быть не более 0,1 Ом.

3.2.2. Для поверки проточных ДТП в качестве газа-носителя используют гелий марка А, полудиффузионного ДТП – аргон высокой чистоты, ЭЗД - азот особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9203-74, ПРД – гелий высокой чистоты марка 5.5 или 6.0, для остальных детекторов- азот повышенной чистоты по ГОСТ 9293-74 или гелий марка А.

Хроматограф включают и после выхода на рабочий режим определяют уровень шумов, дрейф нулевого сигнала, предел детектирования.

Время выхода на рабочий режим для всех детекторов составляет 2 часа.

Условия проведения поверки детекторов хроматографа приведены в таблице 3.

Таблица 3-Условия проведения поверки

Детектор	Наименование параметров режима	Значение параметра	Применяемая колонка
ПИД	Температура термостатов, °С:		Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение от 0,16 до 0,20 мм), пропитанный 5 % силикона SE-30. Для крана-дозатора: стальная, длина 1м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм., капиллярная колонка длиной от 15 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная; для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной от 20 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.
	-колонок	80 ± 20	
	-испарителя	180 ± 10	
	-крана-дозатора	80 ± 10	
	-детектора	180 ± 10	
	Расходы, см ³ /мин:		
	-газ-носитель	25 ± 5	
	-водород	25 ± 5	
-воздух	250 ± 50		
- газ поддува	25 ± 5		
ПФД-S	Температура термостатов, °С:	200 ± 20	1. для поверки по метафосу: Для испарителя: стеклянная, длина 1-2м., жидкая фаза – силикон SE-30 (3-5) % от массы носителя, носитель – хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS, фракция от 0,16 до 0,20 мм; - капиллярная с неполярной фазой, например, VB-1 30 м x 0,53 мм x 0,5 мкм (колонки, длиной более 30 м и с толщиной НЖФ более 1 мкм использовать не рекомендуется, ввиду большого времени удерживания метафоса).
	-колонок	250 ± 20	
	-испарителя	150 ± 10	
	-детектора		
	Расходы, см ³ /мин:		
	-газ-носитель	30 ± 5	
	-водород	140 ± 10	
	-воздух	90 ± 10	
-поддув (азот, аргон)	90 ± 10		

	<p>Температура термостатов, °С:</p> <p>-колонок 50 ± 20</p> <p>-кран-дозатор 80 ± 10</p> <p>-испаритель 80 ± 10</p> <p>-детектора 140 ± 10</p> <p>Расходы, см³/мин:</p> <p>-газ-носитель 20 ± 10</p> <p>-водород 140 ± 10</p> <p>-воздух 90 ± 10</p> <p>-поддув (азот, аргон) 90 ± 10</p>		<p>2. для поверки по сероводороду:</p> <p>- капиллярные колонки с неполярной фазой, например, капиллярные колонки с полиметилсилоксановой НФ, типа VB-1 60 м x 0,53 мм x 1,5 мкм , Rtx-1 100 м x 0,53 мм x 5 мкм.</p>
ЭЗД	<p>Температура термостатов, °С:</p> <p>-колонок 200 ± 20</p> <p>-испарителя 250 ± 20</p> <p>-детектора 250 ± 50</p> <p>Тип газа-носителя азот (ОСЧ)</p> <p>Расходы, см³/мин:</p> <p>-газ-носитель 30 ± 5</p> <p>- газ поддува 30 ± 2</p>		<p>Для испарителя: стеклянная, длина от 1 до 2 м., жидкая фаза – силикон SE-30 от 3 до 5 % от массы носителя, носитель – хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS, фракция от 0,16 до 0,20 мм (или инертон); для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной от 30 до 60 метров, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.</p>
ФИД	<p>Температура термостатов, °С:</p> <p>-колонок 60 ± 20</p> <p>-испарителя 180 ± 20</p> <p>-детектора 180 ± 20</p> <p>Тип газа-носителя азот (гелий)</p> <p>Расход, см³/мин:</p> <p>-газ-носитель 20 ± 5</p> <p>- газ поддува 15±5</p>		<p>Для насадочного испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5% силикона SE-30; для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной от 20 до 60 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.</p>
ТИД	<p>Температура термостатов, °С:</p> <p>-колонок 190 ± 20</p> <p>-испарителя 230 ± 20</p> <p>-детектора 330 ± 5</p> <p>Тип газа-носителя азот (гелий)</p> <p>Расходы, см³/мин:</p> <p>-газ-носитель 25 ± 5</p> <p>-водород 13 ± 2</p> <p>-воздух 150 ± 20</p> <p>- газ поддува 20± 5</p>		<p>Для насадочного испарителя: стеклянная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5% силикона SE-30; для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной от 20 до 60 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.</p>

<p>ДТП проточный по гептану или пропану</p>	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расходы, см³/мин: -газ-носитель - сравнительный газ</p> <p>Напряжение моста, В</p>	<p>80 ± 20 150 ± 10 80 ± 10 150 ± 20</p> <p>гелий</p> <p>20 ± 5 20 ± 5</p> <p>6</p>	<p>Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение от 0,16 до 0,20 мм), пропитанный 5 % силикона SE-30, для крана-дозатора: стальная, длина 1м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p>
<p>ДТП проточный по водороду</p>	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расходы, см³/мин: -газ-носитель - гелий - сравнительный газ</p> <p>Напряжение моста, В</p>	<p>80 ± 20 150 ± 10 80 ± 10 150 ± 20</p> <p>аргон</p> <p>15 ± 5 15 ± 5</p> <p>3</p>	<p>Для крана-дозатора: стальная, длина от 2 до 4 м, сорбент: молекулярные сита, фракция 40/60 или 60/80 меш.</p>
<p>ДТП проточный, повышенной чувствительности по гептану или пропану</p>	<p>Температура термостатов, °С: - колонок -испарителя - крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расходы, см³/мин: -газ-носитель - сравнительный газ</p> <p>Напряжение моста, В</p>	<p>80 ± 20 150 ± 10 80 ± 10 150 ± 20</p> <p>гелий</p> <p>20 ± 5 20 ± 5</p> <p>8-10</p>	<p>Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение от 0,16 до 0,20 мм), пропитанный 5 % силикона SE-30, для крана-дозатора: стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p>
<p>ДТП проточный, повышенной чувствительности по водороду</p>	<p>Температура термостатов, °С: - колонок -испарителя - крана-дозатора -детектора</p>	<p>80 ± 20 150 ± 10 80 ± 10 150 ± 20</p>	<p>Для крана-дозатора: стальная, длина от 2 до 4 м, сорбент: молекулярные сита, фракция 40/60 или 60/80 меш.</p>

	Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - сравнительный газ Напряжение моста, В	аргон 15 ± 5 15 ± 5 4-5	
ДТП полудиффузионный	Температура термостатов, °С: -колонок - крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - сравнительный газ Напряжение моста, В	аргон 60 ± 20 80 ± 10 150 ± 20 аргон 10 ± 3 10 ± 3 3	Стальная, длина 2м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм.
ДТП микрообъемный по пропану	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - сравнительный газ Напряжение моста, В	гелий 80 ± 20 150 ± 10 80 ± 10 150 ± 20 8 ± 2 8 ± 2 3 - 4	Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5 % силикона SE-30, для крана-дозатора: стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм.
ДТП микрообъемный по водороду	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - сравнительный газ Напряжение моста, В	аргон 80 ± 20 150 ± 10 80 ± 10 150 ± 20 аргон 8 ± 2 8 ± 2 2 - 2,5	Для крана-дозатора: стальная, длина от 2 до 4 м, сорбент: молекулярные сита, фракция 40/60 или 60/80 меш.

<p>ДТП микрообъемный «Valco»</p>	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расходы, см³/мин: -газ-носитель - сравнительный газ</p> <p>Напряжение моста, В</p>	<p>80 ± 20 150 ± 10 80 ± 10 150 ± 20</p> <p>гелий</p> <p>8 ± 2 8 ± 2</p> <p>2,5</p>	<p>Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5 % силикона SE-30; для крана-дозатора: стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p>
<p>Термохимический детектор ТХД</p>	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расход, см³/мин: -газ-носитель -газ поддува</p> <p>Напряжение моста, В</p>	<p>50 ± 15 80 ± 10 60 ± 10</p> <p>аргон</p> <p>15 ± 5 3 -10</p> <p>2 ± 0,2</p>	<p>Стальная, длина от 1 до 2 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p>
<p>Детектор ПРД</p>	<p>Температура термостатов, °С: -колонок - крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя</p> <p>Расходы, см³/мин: -газ-носитель -газ разряда</p>	<p>80 ± 20 80 ± 10 120 ± 5</p> <p>гелий 5.5 гелий 6.0</p> <p>6 ± 1 30 ± 3</p>	<p>Капиллярная колонка «Molsieve 5A PLOT» длиной от 30 до 60 м, диаметром 0,53 мм, или аналогичная.</p>
	<p>Температура термостатов, °С: -колонок - крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя</p> <p>Расходы, см³/мин: -газ-носитель -газ разряда</p>	<p>80 ± 20 80 ± 10 80 ± 5</p> <p>гелий 5.5 гелий 6.0</p> <p>12 ± 3 45 + 5</p>	<p>Колонка стальная, длина 3 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p>

Детектор ХЛД-S	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора Расход, см ³ /мин: -газ-носитель (азот)	50 100 200 Оптимальный относительно применяемой колонки	Капиллярная колонка длиной от 15 до 105 метров, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа VB-1, VB-5, GS-GasPro или аналогичная.
Детектор ППФД	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора Расход, см ³ /мин: -газ-носитель	50 100 230 Оптимальный относительно применяемой колонки	Капиллярная колонка длиной от 15 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа VB-1, VB-5, GS-GasPro или аналогичная.
Детектор ПЭД	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора Расход, см ³ /мин: -газ-носитель (аргон 6.0) -газ поддува	45 ± 15 60 20 ± 5 30	Для крана-дозатора: стальная, длина 2 м, сорбент: молекулярные сита NaX, фракция 60/80 меш.

Примечание: Для детекторов ПИД, ПФД-S, ППФД, ХЛД-S тип газа-носителя -любой

3.2.3. Для определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала после выхода прибора на режим записывают и сохраняют хроматограмму длительностью 1 час.

Для измерения уровня шумов на полученной хроматограмме выделяют участок хроматограммы не менее 10 минут, не содержащий одиночных выбросов, длительностью более 1 с. Выделенный участок хроматограммы сохраняется в виде самостоятельной хроматограммы и обрабатывается в разделе «Проверка» ПО «Хромос».

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала $\Delta'x$ для детекторов ПИД, ЭЗД, ТИД, ФИД, ПФД-S, ППФД, ХЛД-S (в амперах (А)) определяют ПО «Хромос» по формуле:

$$\Delta'x = \Delta x \cdot K_{пр}, \text{ где}$$

Δx – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала в милливольтгах (мВ) с полупериодом (длительностью импульса), не превышающее 10 с, рассчитанное ПО «Хромос».

Кпр – коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала для детекторов:

ПИД, ТИД, ПФД-S ФИД, ЭЗД, ППФД, ХЛД-S $K_{пр} = 10^{-13} \text{ А/мВ}$

ДТП, ТХД $K_{пр} = 10^{-5} \text{ В/мВ}$

ПРД «Valco», ПЭД $K_{пр} = 10^{-3} \text{ В/мВ}$

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала $\Delta'x$ для детекторов ДТП, ПРД, ТХД, ПЭД (в вольтах (В)), рассчитывается ПО «Хромос» в разделе «Поверка».

3.2.4. Для измерения дрейфа нулевого сигнала сохраненную хроматограмму дрейфа обрабатывают в разделе «Поверка» ПО «Хромос».

Значение дрейфа нулевого сигнала $\Delta'u$ детекторов ПИД, ЭЗД, ТИД, ПФД-S, ФИД, ППФД, ХЛД-S (в амперах в час (А/ч)) определяется по формуле:

$$\Delta'u = \Delta y \cdot K_{пр} \text{ , где}$$

Δy - смещение уровня нулевого сигнала детектора, зарегистрированное ПО «Хромос», мВ/ч.

$K_{пр}$ - коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала для детекторов:

ПИД, ТИД, ПФД-S ФИД, ЭЗД, ППФД, ХЛД-S $K_{пр} = 10^{-13} \text{ А/мВ}$

ДТП, ТХД $K_{пр} = 10^{-5} \text{ В/мВ}$

ПРД «Valco», ПЭД $K_{пр} = 10^{-3} \text{ В/мВ}$

Значение дрейфа нулевого сигнала детекторов ДТП, ПРД, ТХД, ПЭД определяется как смещение уровня нулевого сигнала детектора, зарегистрированное ПО «Хромос», В/ч.

3.2.5 Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала детекторов не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 - Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала с детекторами

Детектор	Уровень шума	Уровень дрейфа
ПИД	$1,0 \cdot 10^{-14} \text{ А}$	$5,0 \cdot 10^{-13} \text{ А/ч}$
ПИД повышенной чувствительности	$1,0 \cdot 10^{-14} \text{ А}$	$5,0 \cdot 10^{-13} \text{ А/ч}$
ДТП проточный (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-8} \text{ В}$	$1,0 \cdot 10^{-5} \text{ В/ч}$
ДТП проточный (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7} \text{ В}$	$1,0 \cdot 10^{-4} \text{ В/ч}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности (г-н гелий)	$1,5 \cdot 10^{-7} \text{ В}$	$1,0 \cdot 10^{-4} \text{ В/ч}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7} \text{ В}$	$1,0 \cdot 10^{-4} \text{ В/ч}$

ДТП полудиффузионный	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП микрообъемный (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП микрообъемный (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП микрообъемный «Valco»	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ТИД	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$1,0 \cdot 10^{-12}$ А/ч
ЭЗД	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ПФД-S	$2,6 \cdot 10^{-12}$ А	$1,0 \cdot 10^{-11}$ А/ч
ФИД (лампа КрРВ)	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-12}$ А/ч
ПРД	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В	$10 \cdot 10^{-3}$ В/ч
ТХД	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В	$5,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ХЛД-S	$2,5 \cdot 10^{-12}$ А	$1,0 \cdot 10^{-11}$ А/ч
ППФД	$2,5 \cdot 10^{-12}$ А	$1,0 \cdot 10^{-11}$ А/ч
ПЭД	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В	$10 \cdot 10^{-3}$ В/ч

3.2.6. Для определения предела детектирования вводят в хроматограф, соответствующий проверяемому детектору контрольный образец (таблица 5). Раствор объемом от 0,001 до 0,002 см³ вводят с помощью микрошприца, газовую смесь от 0,1 до 2 см³ - газовым краном-дозатором.

Режимы поверки и газ-носитель — в соответствии с таблицей 3.

Таблица 5 - Контрольные образцы

Детекторы	Контрольная смесь	Концентрация, насадочный вариант	Объем пробы	Концентрация, капиллярный вариант	Объем пробы
ПИД	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см ³	от 0,001 до 0,002 см ³	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см ³	0,001 см ³
	Пропан в гелии	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см ³	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см ³
	Пропан в азоте	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см ³	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см ³
ДТП проточный	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см ³	от 0,001 до 0,002 см ³	-	-

	Пропан в гелии	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см ³	-	-
ДТП проточный повышенной чувствительности	Пропан в гелии	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см ³	-	-
	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см ³	от 0,001 до 0,002 см ³	-	-
ДТП полу-диффузионный	Водород в азоте	от 0,6 до 1,0 %	от 0,01 до 2 см ³	-	-
ДТП микро-объемный	Пропан в гелии	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см ³	-	-
ДТП микро-объемный «Valco»	Пропан в гелии	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см ³	-	-
ТИД	Метафос в ацетоне	$1 \cdot 10^{-6}$ г/см ³	$2 \cdot 10^{-3}$ см ³	$1 \cdot 10^{-5}$ г/см ³	$1 \cdot 10^{-3}$ см ³
ЭЗД	Линдан в гексане	$2 \cdot 10^{-8}$ г/см ³	$2 \cdot 10^{-3}$ см ³	$2 \cdot 10^{-7}$ г/см ³	$1 \cdot 10^{-3}$ см ³
ПФД-S	Метафос в гексане	$1 \cdot 10^{-5}$ г/см ³	$2 \cdot 10^{-3}$ см ³	$1 \cdot 10^{-4}$ г/см ³	от 0,001 до 0,002 см ³
	Сероводород в азоте	-	-	от 9 до 25 мг/м ³	от 1 до 0,25 см ³
	Сероводород в метане	-	-	от 4 до 20 мг/м ³	от 1 до 0,25 см ³
ФИД	Бензол в нонане	$1 \cdot 10^{-4}$ г/см ³	$2 \cdot 10^{-3}$ см ³	$1 \cdot 10^{-4}$ г/см ³	$1 \cdot 10^{-3}$ см ³
ПРД	Метан в гелии	от 5 до 10 млн ⁻¹	от 0,5 до 1,0 см ³	от 5 до 10 млн ⁻¹	от 0,02 до 0,05 см ³
ТХД	Водород в аргоне	от 0,03 до 0,01 %	1 см ³	-	-
	Кислород в аргоне	от 0,03 до 0,01 %	1 см ³	-	-

ХЛД-S	Сероводород в метане (азоте, гелии)	-	-	от 1 до 20 мг/м ³	от 1 до 0,25 см ³
ППФД	Сероводород в метане (азоте, гелии)	-	-	от 1 до 20 мг/м ³	от 1 до 0,25 см ³
ПЭД	Азот в аргоне	от 5 до 15 млн ⁻¹	1 см ³	-	-
	Водород в аргоне	от 5 до 15 млн ⁻¹	1 см ³	-	-
	Кислород в аргоне	от 5 до 15 млн ⁻¹	1 см ³	-	-
	Метан в аргоне	от 5 до 15 млн ⁻¹	1 см ³	-	-

Для ПИД, ТИД, ЭЗД, ПФД-S, ФИД, ХЛД-S, ППФД предел детектирования J_{min} , г/с, рассчитывают по формуле :

$$J_{min} = \frac{2\Delta x * m}{Scp * 60}$$

Для ДТП, ТХД, ПРД, ПЭД предел детектирования C_{min} , г/см³ -по формуле:

$$C_{min} = \frac{2\Delta x * m}{Scp * V_{ГН}}$$

где Δx - максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала в милливольтгах (мВ) с полупериодом (длительностью импульса), не превышающее 10с, рассчитанное ПО «Хромос» в разделе «Поверка»;

m - масса контрольного вещества, г;

Scp - среднее арифметическое значение площадей пика контрольного вещества, мВ·мин;

$V_{ГН}$ - расход газа-носителя, см³/мин

60- коэффициент пересчета времени, с/мин

Массу контрольного вещества (m , г) при использовании раствора определяют по формуле:

$$m = V * C * K$$

где V — объем раствора, см³;

C — концентрация контрольного вещества, г/см³;

K - коэффициент, учитывающий содержание фосфора и серы в метафосе (паратион-метиле), равный 0,12.

В остальных случаях коэффициент принимают равным единице.

При использовании газовой пробы массу контрольного вещества (m , г) определяют по формуле:

$$m = \frac{V_d * C * M * 0.01 * P * 10^{-3}}{R(T_{кр} + 273)}$$

где V_d — объем дозы крана, см³;

C — объемная доля контрольного вещества в газовой смеси, %_{об};

P — давление в дозе, мм.рт.ст.;

R — газовая постоянная $R = 62,364$ мм.рт.ст. · дм³ / (моль · К);

10^{-3} - коэффициент пересчета объема дозы $V_d(\text{см}^3) = V_d(\text{дм}^3) 10^{-3}$;

T - температура крана (дозы), °С.

M - молярная масса контрольного вещества (для справки: $M_{\text{пропана}} = 44$ г/моль,

$M_{\text{метана}} = 16$ г/моль, $M_{\text{водорода}} = 2$ г/моль; $M_{\text{сероводорода}} = 34$ г/моль);

Для хроматографов, выпущенных после 09.2015 г, по формуле

$$m = \frac{V_d * C * M * 0.01 * P * 10^{-3} * K}{R(T_{кр} + 273)}$$

K - коэффициент, учитывающий содержание углерода в пропане равный 0,82.

Для остальных контрольных веществ $K=1$.

Если в паспорте на ПГС указана концентрация компонента в мг/м³ или в долях на миллион (ppm), необходимо пересчитать концентрации в %_{об} исходя из того, что

$$C\%_{об} = \frac{C_k}{\rho_k} * 100\%$$

$$C\%_{об} = C_{ppm} * 10^{-4}$$

где C_k — концентрация компонента в ПГС, мг/м³;

$\frac{C_k}{\rho_k}$ - $C_{об.доля}$ — концентрация компонента в ПГС, объемных долях;

ρ_k — плотность компонента, мг/м³.

При определении предела детектирования с помощью ПО «Хромос», раздел «Поверка» указанные выше пересчеты проводятся автоматически

Масса вещества, попадающего в детектор в режиме со сбросом пробы m_d рассчитывается по формуле:

$$m_d = \frac{m_u}{K}$$

где m_u - масса контрольного компонента, вводимого в испаритель,

K - коэффициент деления пробы.

Коэффициент K равен:

$$K = 1 + \frac{Q_{сб}}{Q_k}$$

где Q_k - расход газа-носителя через капиллярную колонку, см³/мин;

\rightarrow расход газа-носителя по линии сброса пробы, см³/мин.

Полученные значения предела детектирования не должны превышать значений, указанных в таблице 6.

Таблица 6- Пределы детектирования детекторов

Детектор	Значение предела детектирования
ПИД, по гептану или пропану, гС/с	$1,3 \cdot 10^{-12}$
ПИД, повышенной чувствительности по гептану или пропану, гС/с	$1,1 \cdot 10^{-12}$
ДТП проточный, по гептану или пропану, г/см ³ , газ-носитель гелий	$8,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, по водороду, г/см ³ , газ-носитель аргон	$1,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по гептану или пропану, г/см ³ , газ-носитель гелий	$3,5 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по водороду, г/см ³ газ-носитель аргон	$8,0 \cdot 10^{-11}$
ДТП полудиффузионный, по водороду, г/см ³ , газ-носитель аргон	$8,0 \cdot 10^{-11}$
ДТП микрообъемный, по гептану или пропану, г/см ³ , газ-носитель гелий	$1,0 \cdot 10^{-9}$
ДТП микрообъемный, по водороду, г/см ³ , газ-носитель аргон	$7,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП микрообъемный «Valco», по гептану или пропану, г/см ³ , газ-носитель гелий	$5,0 \cdot 10^{-9}$
ТИД, по фосфору в метафосе с ацетоном, гР/с	$1,8 \cdot 10^{-14}$

ЭЗД, по линдану в гексане, г/с	$1,7 \cdot 10^{-14}$
ПФД-S, по сере в метафосе, гS/с	$1,0 \cdot 10^{-12}$
ПФД-S, по сероводороду в азоте, г/с	$1,0 \cdot 10^{-13}$
ПФД-S, по сероводороду в метане, г/с	$8,0 \cdot 10^{-13}$
ФИД (лампа КрРВ), по бензолу, г/с	$2,0 \cdot 10^{-13}$
ПРД, по метану в гелии, г/с	$2,2 \cdot 10^{-13}$
ТХД, по водороду, г/см ³	$5,0 \cdot 10^{-11}$
по кислороду, г/см ³	$5,0 \cdot 10^{-10}$
ХЛД-S, по сере, гS/с	$5,0 \cdot 10^{-13}$
ППФД, по сере, гS/с	$2,0 \cdot 10^{-12}$
ПЭД, по азоту, г/см ³	$5,0 \cdot 10^{-11}$
по водороду, кислороду, метану, г/см ³	$1,0 \cdot 10^{-11}$

3.3 Определение метрологических характеристик

3.3.1. Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала определяют при условиях, указанных в таблицах 4 и 5, одновременно допускается выполнять определение предела детектирования. Допускается, согласно ГОСТ 26703-93 раздела 2 п.2.2., примечания 3, при регистрации сигнала в цифровой форме не определять ОСКО высоты измеренного сигнала.

Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала определяют для следующих информативных параметров выходного сигнала: времени удерживания $T_{уд}$ и площади пика $S_{пика}$

В хроматограф вводят пробу 10 раз. Определяют значения выходного сигнала (t_i , S_{ia}), находят их средние арифметические значения.

Значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО, %) G_t , G_s определяют по формулам:

$$G_t = \frac{100}{t_{cp}} * \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - t_{cp})^2}{n - 1}}$$

$$G_s = \frac{100}{s_{cp}} * \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - s_{cp})^2}{n - 1}}$$

где n - число результатов измерений, полученное после исключения выбросов (по ГОСТ Р ИСО 5725-2).

Значения ОСКО площадей пиков не должно превышать значений, указанных в таблице 7.

Таблица 7 - Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала (площади) в изотермическом режиме, %.

Детектор	ОСКО по времени удерживания, %	ОСКО по площади, %			
		Дозирование газовым краном	Дозирование газа через испаритель	Дозирование жидкости через испаритель	
			Капиллярная колонка	Насадочная колонка	Капиллярная колонка
ПИД	1	1	-	2	4
ПИД повышенной чувствительности	1	1	-	2	4
ДТП проточный	1	1	-	2	-
ДТП проточный, повышенной чувствительности	1	1	-	2	-
ДТП полудиффузионный	1	1	-	-	-
ДТП микрообъемный	1	1	-	-	-
ДТП микрообъемный «Valco»	1	1	-	-	-
ТИД	1	-	-	4	4
ЭЗД	1	-	-	4	4
ПФД-S	1	3	8	5	5
ФИД (лампа КрРВ)	1	-	-	4	4
ПРД	1	1	-	-	-
ТХД	1	1	-	-	-
ХЛД-S	1	6	-	-	-

ППФД	1	6	-	-	-
ПЭД	1	1	-	-	-

Значение ОСКО времен удерживания не должно превышать 1,0 % при работе с любым детектором.

3.3.2 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009 проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с нормативами контроля, установленными в НД на методики измерений.

4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

4.1. Результаты поверки заносят в протокол.

4.2. Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке, форма которого приведена в приложении 1 к документу «Порядок проведения поверки СИ, требования к знаку поверки и содержание свидетельства о поверке», утвержденному приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. при № 1815 и (или) записью в паспорте (формуляре), заверяемой подписью поверителя и знаком поверки.

4.3. При отрицательных результатах поверки выпуск в обращение и применение хроматографов запрещается и выдается извещение о непригодности с указанием причине, форма которого приведена в приложении 2 к документу «Порядок проведения поверки СИ, требования к знаку поверки и содержание свидетельства о поверке», утвержденному приказом Минпромторга России от 02.07.2015 г. № 1815.

Приложение 1

Инструкция по приготовлению контрольных смесей

Приготовление контрольного раствора гептана в нонане

концентрации 2,73 мг/см³

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов (20±5)⁰С.

Для приготовления контрольного раствора гептана в нонане с концентрацией 2,73 мг/см³ отбираем 1см³ гептана эталонной пипеткой объемом 1см³, помещаем в мерную колбу вместимостью 250см³ и доводим до метки нонаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k}, \text{ где}$$

m - масса гептана, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10^3 - коэффициент пересчета г в мг.

Масса гептана (г) рассчитывается по формуле:

$$m = V_r \cdot d_r \cdot k \cdot 10^{-2}, \text{ где}$$

V_r -объем гептана, см³

d_r -плотность гептана, г/см³

$d_r=0,684$ г/см³ (Большой энциклопедический словарь. Химия)

k - массовая доля основного вещества (гептана), %

10^{-2} - коэффициент пересчета % концентрации.

$$m = 1 \cdot 0,684 \cdot 99,93 \cdot 10^{-2} = 0,683 \text{ (г)}$$

Концентрация контрольного раствора гептана в нонане (мг/см³) согласно (1) будет составлять:

$$C = \frac{0,683 \cdot 10^3}{250} = 2,73$$

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$m = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества - ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность, связанная с изменением плотности гептана при изменении температуры окружающей среды в диапазоне $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, незначительна и при расчете систематической погрешности приготовления раствора ею можно пренебречь.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 250cm^3 (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,3\text{cm}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,3 \cdot 100}{250} = 0,12\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема 1cm^3 раствора пипеткой вместимостью 1cm^3 (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01\text{cm}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,12^2 + 1^2} = 1\%$$

Приготовление контрольного раствора бензола в нонане концентрации $0,1 \text{ мг/см}^3$ (насадочный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Для приготовления исходного раствора бензола в нонане с концентрацией 1 мг/см^3 в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100cm^3 помещаем $0,1\text{г}$ бензола, взвешиваем и доводим до метки октаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C (мг/см^3) осуществляется по формуле:

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k}, \text{ где}$$

m - масса бензола, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10^3 - коэффициент пересчета г в мг.

Готовим контрольный раствор бензола в нонане с концентрацией 0,1 мг/см³. Для этого отбираем 1 см³ исходного раствора бензола пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 10 см³ и доводим до метки нонаном.

Расчет концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле:

$$C_k = \frac{V \cdot C_1}{V_k}, \text{ где}$$

C_1 - концентрация бензола в исходном растворе, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2 + Q_5^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества - ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1 г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001 г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 \cdot 0,0001 \cdot 100}{0,1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100 см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 \cdot 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 10см^3 (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,05\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,05 \cdot 100}{10} = 0,5\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема 1 см^3 раствора пипеткой вместимостью 1см^3 (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,5^2 + 1^2} = 1\%$$

Приготовление контрольного раствора бензола в нонане
концентрации $1,0\text{ мг/см}^3$ (капиллярный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора бензола в нонане с концентрацией 1 мг/см^3 в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100см^3 : помещаем $0,1\text{г}$ бензола, взвешиваем и доводим до метки нонаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C (мг/см^3) осуществляется по формуле:

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k}, \text{ где}$$

m -масса бензола, г

V_k -объем мерной колбы, см^3

10^3 - коэффициент пересчета г в мг.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 \cdot 0,0001 \cdot 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 \cdot 100}{100} = 0,2\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2} = 0,3\%$$

Приготовление контрольного раствора линдана в гексане

концентрации 0,0002 мг/см³ (из ГСО 8890-2007 капиллярный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов (20 \pm 5)⁰С.

Для приготовления контрольного раствора линдана в гексане с концентрацией 0,0002 мг/см³ :

- готовим исходный раствор №1 линдана в гексане с концентрацией 1 мг/см³ . Для этого в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см³ помещаем 0,1г ГСО линдана, взвешиваем. Содержимое колбы доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора №1 C_1 (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k}, \text{ где}$$

m -масса линдана, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10^3 – коэффициент пересчета г в мг.

Готовим исходный раствор №2 линдана в гексане с концентрацией $0,02 \text{ мг/см}^3$. Для этого отбираем 1 см^3 исходного раствора №1 линдана пипеткой объемом 1 см^3 , помещаем в мерную колбу на 50 см^3 и доводим до метки ацетоном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора №2 $C_2(\text{мг/см}^3)$ осуществляется по формуле:

$$C_2 = \frac{V \cdot C_1}{V_k}, \text{ где}$$

C_1 - концентрация линдана в исходном растворе №1, мг/см^3

V_k - объем мерной колбы, см^3

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

- готовим контрольный раствор линдана в гексане №3 с концентрацией $0,0002 \text{ мг/см}^3$. Для этого отбираем 1 см^3 исходного раствора №2 линдана в гексане пипеткой объемом 1 см^3 , помещаем в мерную колбу на 100 см^3 и доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора $C_k(\text{мг/см}^3)$ осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_2}{V_k}, \text{ где}$$

C_2 - концентрация линдана в исходном растворе №2, мг/см^3

V_k - объем мерной колбы, см^3

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$q = \sqrt{q_1^2 + q_2^2 + q_3^2 + q_4^2 + q_5^2 + q_6^2 + q_7^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества - ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, $0,1 \text{ г}$ вещества на весах типа ВЛА-200 с погрешностью, равной $0,0001 \text{ г}$ (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 \cdot 0,0001 \cdot 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 \cdot 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,2 \cdot 100}{100} = 0,2\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 50см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,12$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,12 \cdot 100}{50} = 0,24\%$$

Q_6 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1см³ (2-го класса) с погрешностью $\pm 0,01$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_6 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1\%$$

Q_7 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1см³ (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_7 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,2^2 + 0,24^2 + 1^2 + 1^2} = 1,48\%$$

Приготовление контрольного раствора линдана в гексане
концентрации 0,00002 мг/см³ (из ГСО 8890-2007 насадочный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора линдана в гексане с концентрацией 0,00002 мг/см³ :

- готовим исходный раствор №1 линдана в гексане с концентрацией 1 мг/см³. Для этого в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см³ помещаем 0,1г ГСО линдана, взвешиваем. Содержимое колбы доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора №1 C_1 (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k} \quad , \text{ где}$$

m -масса линдана, г

V_k -объем мерной колбы, см³

10^3 -коэффициент пересчета г в мг.

- готовим исходный раствор №2 линдана в гексане с концентрацией 0,002 мг/см³. Для этого отбираем 1см³ исходного раствора №1 линдана пипеткой объемом 1см³, помещаем в мерную колбу на 500 см³ и доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора №2 C_1 (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_2 = \frac{V \cdot C_1}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_1 -концентрация линдана в исходном растворе №1, мг/см³

V_k -объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Готовим контрольный раствор линдана в гексане №3 с концентрацией 0,00002 мг/см³. Для этого отбираем 0,5см³ исходного раствора №2 линдана в гексане пипеткой объемом 1см³, помещаем в мерную колбу на 50 см³ и доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_2}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_2 -концентрация линдана в исходном растворе №2, мг/см³

V_k -объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{q_1^2 + q_2^2 + q_3^2 + q_4^2 + q_5^2 + q_6^2 + q_7^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 \cdot 0,0001 \cdot 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 \cdot 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 500см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,5$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,5 \cdot 100}{500} = 0,1\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 50см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,12$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,12 \cdot 100}{50} = 0,24\%$$

Q_6 - погрешность измерения объема 0,5 см³ раствора пипеткой вместимостью 1см³ (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_6 = \frac{0,01 \cdot 100}{0,5} = 2\%$$

Q_7 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1см³ (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_7 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,1^2 + 0,24^2 + 2^2 + 1^2} = 2,27\%$$

Приготовление контрольного раствора метафоса в ацетоне

концентрации 0,01 мг/см³ (капиллярный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовиться контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов (20±5)°С.

Для приготовления контрольного раствора метафоса в ацетоне с концентрацией 0,01 мг/см³

- готовим контрольный раствор метафоса в ацетоне с концентрацией 0,01 мг/см³. Для этого отбираем 1 см³ исходного раствора метафоса пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 10 см³ и доводим до метки ацетоном.

Расчёт концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_1}{V_k}, \text{ где}$$

C_1 - концентрация метафоса в исходном растворе, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества - ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 10 см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,12 см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{0,12 \cdot 100}{10} = 1,2$$

Q_3 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1 см³ (2-го класса) Q_3 , с погрешностью ±0,01 см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1$$

Т.о. $Q = 1,57\%$

**Приготовление контрольного раствора метафоса в ацетоне
концентрации 0,001 мг/см³ (насадочный вариант)**

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора метафоса в ацетоне с концентрацией 0,001 мг/см³

- готовим контрольный раствор метафоса в ацетоне с концентрацией 0,001 мг/см³. Для этого отбираем 1 см³ исходного раствора метафоса пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 100 см³ и доводим до метки ацетоном.

Расчет концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_1}{V_k}, \text{ где}$$

C_1 - концентрация метафоса в исходном растворе, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества - ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100 см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2 \text{ см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{0,2 \cdot 100}{100} = 0,2$$

Q_3 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1 см³ (2-го класса) Q_3 , с погрешностью $\pm 0,01$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1\%$$

Т.о. $Q = 1,02\%$

Приготовление контрольного раствора метафоса в гексане концентрации

0,01 мг/см³ (капиллярный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора метафоса в гексане с концентрацией 0,01 мг/см³

- готовим контрольный раствор метафоса в гексане с концентрацией 0,01 мг/см³. Для этого отбираем 1 см³ исходного раствора метафоса пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 10 см³ и доводим до метки гексаном.

Расчет концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_1}{V_k}, \text{ где}$$

C_1 - концентрация метафоса в исходном растворе, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества - ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 10см^3 (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,12\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{0,12 \cdot 100}{10} = 1,2$$

Q_3 - погрешность измерения объема 1см^3 раствора пипеткой вместимостью 1см^3 (2-го класса) с погрешностью $\pm 0,01\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1$$

Т.о. $Q = 1,57\%$