

СОГЛАСОВАНО

Директор
ФБУ «Марийский ЦСМ»

А.В. Сазонов

«18» сентября 2025 г.

М.п.

Государственная система обеспечения единства измерений

**Хроматографы газовые портативные
«Хроматэк – Газохром 2000»**

Методика поверки

МП 214.2.840.077-01Д

г. Йошкар-Ола

2025 г.

Перечень принятых сокращений

ДТП – детектор по теплопроводности;
ДТХ – детектор термохимический;
ПИД – пламенно-ионизационный детектор;
ПРД – пульсирующий разрядный детектор;
ПФД – пламенно-фотометрический детектор;
ФИД – фотоионизационный детектор;
ЭХД – электрохимический детектор;
ПЭД – плазменно-эмиссионный детектор;
СО – стандартный образец;
НД – нормативная документация;
СКО – среднее квадратическое отклонение;
ПГС – поверочная газовая смесь.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки применяется для поверки хроматографов газовых портативных «Хроматэк – Газохром 2000» (далее – хроматографы), используемых в качестве рабочих средств измерений в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 г., и Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 3158 от 28.12.2024 г.

При поверке обеспечивается прослеживаемость хроматографов к ГЭТ 154-2019 «Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 г., и ГЭТ 208-2024 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 3158 от 28.12.2024 г.

При периодической поверке допускается проводить поверку отдельных измерительных каналов (с меньшим количеством детекторов, чем указано в комплектности) на основании письменного заявления владельца хроматографа.

При определении метрологических характеристик поверяемого хроматографа используется метод прямых измерений.

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в Приложении А.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

При проведении первичной и периодической поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции поверки при		Номер пункта методики, в соответствии с которым выполняются операции поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Да	Да	8.1
Подготовка к поверке (при подготовке к поверке и опробовании)	Да	Да	8.2

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции поверки при		Номер пункта методики, в соответствии с которым выполняются операции поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Опробование (при подготовке к поверке и опробовании):			8.3
- определение уровня флуктуационных шумов	Да	Да ¹⁾	8.3.1
- определение предела детектирования	Да	Да ¹⁾	8.3.2
Проверка программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия хроматографа метрологическим требованиям:			10
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	Да	Да ¹⁾	10.1
- определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений	Нет	Да ²⁾	10.2
¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений. ²⁾ При наличии НД на методику измерений.			

В случае применения многоколоночных (мультидетекторных) схем поверку выполняют в соответствии с Приложением Б.

При комплектовании хроматографа аспиратором, поверку аспиратора выполняют в соответствии с приложением В.

Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, поверка прекращается и хроматографы признают не прошедшими поверку.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа;
- питание хроматографа исполнения 1 осуществляется постоянным током, напряжением $(15 \pm 0,5) \text{ В}$;
- питание хроматографа исполнения 2 осуществляется напряжением сети переменного тока $(230 \pm 23) \text{ В}$, частота сети переменного тока $(50 \pm 1) \text{ Гц}$.

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 Поверителем хроматографа может быть физическое лицо – сотрудник юридического лица или индивидуального предпринимателя, аккредитованного на право выполнения работ по поверке средств измерений, проводящий поверку в порядке, установленном действующими нормативными документами в области обеспечения единства измерений.

4.2 Поверитель должен быть ознакомлен с эксплуатационными документами наверяемый хроматограф.

4.3 Для получения данных, необходимых для проведения поверки, допускается участие в поверке оператора, эксплуатирующего хроматограф, под контролем поверителя.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.1 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании)	Средства измерений температуры окружающей среды, относительной влажности воздуха, атмосферного давления Диапазон измерений: - температуры воздуха от 15 до 25 °С, - относительной влажности от 0 до 80 %; - атмосферного давления от 840 до 1060 гПа Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений: - температуры воздуха $\pm 0,4$ °С; - относительной влажности ± 3 %; - атмосферного давления ± 5 гПа	Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13)
	Средства измерений напряжения и частоты питающей сети Диапазоны измерений: - напряжения до 400 В - частоты до 51,2 Гц Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений: - напряжения $\pm (0,01 \cdot U + 0,3 \text{ В})$ (где U - измеренное значение напряжения постоянного тока, В), - частоты $\pm (0,001 \cdot F + 0,01 \text{ Гц})$ (где F - измеренное значение частоты переменного тока, Гц)	Мультиметр цифровой Testo 760-1 (рег. № 65373-16)

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8.2 Подготовка к поверке (при подготовке к поверке и опробовании)	Весы лабораторные Наибольший предел взвешивания 220 г. КТ Специальный по ГОСТ OIML R 76-1-2011	Весы лабораторные электронные LE (рег. № 28158-07)
	Колбы мерные Номинальная вместимость от 5 до 2000 см ³ Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm (0,05-1,20)$ см ³	Колбы исполнений 1, 2, 2а (рег. № 25280-08)
	Пипетки градуированные Номинальная вместимость от 0,1 до 10 см ³ Класс точности 2 по ГОСТ 29227-91	Пипетки градуированные 2, 3, 4 (рег. № 24175-07)
	Гептан Массовая доля основного вещества не менее 99,0 %	Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828-83
	Гексан Массовая доля основного вещества не менее 98,0 %	Гексан, «х.ч.» ТУ 2631-158-44493179-13
	Октан Массовая доля основного вещества не менее 98,0 %	Октан, «ч.» ТУ 6-09-3748-74
	Нонан Массовая доля основного вещества не менее 99,0 %	Нонан, «х.ч.» ТУ 2631-153-44493179-13
	Длина от 1 до 5 м, внутренний диаметр от 1 до 3 мм. Колонки капиллярные внутренний диаметр от 0,1 до 0,53 мм	Колонки газохроматографические* (стеклянные или металлические)
п. 8.3 Опробование (при подготовке к поверке и опробовании) п. 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия хроматографа метрологическим требованиям	Микрошприц Вместимость 10 мкл. Значение относительного СКО случайной составляющей погрешности дозирования не более 1 %	Микрошприц для газовой хроматографии SGE-Chromatec (рег. № 39206-08)
	Рабочий эталон не ниже 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 г. - СО состава искусственной газовой смеси в азоте Молярная доля пропана от 0,1 до 0,5 % Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата $k=2$) 2 %	ГСО 10506-2014

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Молярная доля водорода от 0,001 до 1,0 % Допускаемое значение относительной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата $k=2$) от 2 до 6 %	
	Рабочий эталон не ниже 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 г. - СО состава искусственной газовой смеси серосодержащих соединений. Объемная доля сероводорода от 0,0001 до 0,05 % Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата $k=2$) от 15 до 20 %	ГСО 10518-2014
	Рабочий эталон не ниже 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 г. - СО состава искусственной газовой смеси в гелии Молярная доля азота (N_2), водорода (H_2), кислорода (O_2), метана (CH_4), оксида углерода (CO), диоксида углерода (CO_2), неона (Ne), от 0,0001 до 0,01 % Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата $k=2$) от 0,1 до 10 %	ГСО 10606-2015
	Рабочий эталон не ниже 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 г. - СО состава искусственной газовой смеси в азоте Молярная доля бензола от 0,001 до	ГСО 10598-2015

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	0,1 % Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата $k=2$) от 2,6 до 8 %	
	Рабочий эталон не ниже 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 3158 от 28.12.2024 г. - СО состава бензола Молярная доля бензола от 99,30 до 99,98 % Границы допускаемого значения абсолютной погрешности аттестованного значения (при $P = 0,95$) $\pm 0,20$ %	ГСО 7141-95
	Рабочий эталон не ниже 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 3158 от 28.12.2024 г. - СО массовой концентрации гептана в нонане. Массовая концентрация гептана в нонане от 0,90 до 1,10 % Границы допускаемых значений абсолютной погрешности (при $P = 0,95$) $\pm 0,05$ %	ГСО 10956-2017
	Рабочий эталон не ниже 2-го разряда в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта № 3158 от 28.12.2024 г. - СО состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в н-гексане. Массовая концентрация метилпаратиона ($C_8H_{10}NO_5PS$) от $1 \cdot 10^{-4}$ до 0,10 мг/см ³ Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности (при коэффициенте охвата $k=2$) 10 %	ГСО 11056-2018

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Азот особой чистоты Объемная доля основного вещества не менее 99,996 %	Азот особой чистоты ГОСТ 9293-74
	Азот 6.0 Объемная доля основного вещества не менее 99,9999 %	Азот 6.0 по ТУ 2114-009-45905715-2011
	Гелий газообразный, марка А Объемная доля основного вещества не менее 99,995 %	Гелий газообразный, марка А по ТУ 51-940-80
	Гелий газообразный марки 5.0 Объемная доля основного вещества не менее 99,999 %	Гелий газообразный марки 5.0 по ТУ 0271-001-45905715-2016
	Гелий газообразный, марка 6.0 Объемная доля основного вещества не менее 99,999 %	Гелий газообразный, марка 6.0 по ТУ 0271-001-45905715-2016
	Аргон газообразный Объемная доля основного вещества не менее 99,993 %	Аргон газообразный, высший сорт по ГОСТ 10157-2016
	Водород технический** Объемная доля основного вещества не менее 99,99 %	Водород технический, марка А по ГОСТ 3022-80
	Водород Объемная доля основного вещества не менее 99,999 %	Водород сорт 1 по ГОСТ 51673-2000
	Воздух*** Класс загрязненности I по ГОСТ 17433-80	Воздух по ГОСТ 17433-80
*При наличии НД на методику измерений технические характеристики колонок должны соответствовать ее требованиям. Допускается проводить поверку на капиллярных колонках с учетом указаний, приведенных в НД на методику измерений. **Или генератор водорода 214.4.464.014 ***Или компрессор воздуха 214.2.933.002		

5.2 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 2.

Допускается проводить поверку хроматографа только по одному из контрольных веществ, заявленных для данного детектора

Допускается проводить поверку только на одном типе газа носителя в соответствии с газовой схемой и применением хроматографа для конкретного анализа.

6 ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, прописанные в руководстве по эксплуатации.

6.2 В помещении, где проводится поверка хроматографа количество горючих газов и легковоспламеняющихся веществ должно быть в количествах недостаточных для создания взрывоопасной смеси.

6.3 Источниками опасности хроматографа являются:

- токоведущие части хроматографа, находящиеся под напряжением;
- газовые магистрали высокого давления (до 1,0 МПа);
- внутренние поверхности термостатов хроматографа, имеющие высокую температуру;
- газообразный водород.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

При внешнем осмотре устанавливают следующее:

- соответствие внешнего вида хроматографа указанному в описании типа;
- соответствие комплектности хроматографа, указанной в формуляре;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

Хроматографы, не соответствующие вышеуказанным требованиям, к дальнейшей поверке не допускают.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ

8.1 Контроль условий поверки

Проводят контроль условий поверки на соответствие требованиям, указанным в разделе 3. Используют средства поверки, указанные в таблице 2. Средства поверки готовят согласно требованиям их эксплуатационной документации. Измеренные значения не должны превышать значений, указанных в разделе 3 методики поверки, в противном случае поверка не проводится.

8.2 Подготовка к поверке

Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовлены соответствующие контрольные растворы. Инструкция по приготовлению контрольных растворов приведена в приложении Д;
- подготовлены колонки в соответствии с нормативной документацией по проведению анализа. Подготовка колонок описана в приложении Ж;
- проведена проверка герметичности газовых линий согласно указаниям руководства по эксплуатации хроматографа.

При наличии НД на методики измерений подготовительные работы должны быть проведены в соответствии с требованиями раздела о подготовке к проведению измерений.

8.3 Опробование

8.3.1 Определение уровня флуктуационных шумов детекторов

Определение уровня флуктуационных шумов детекторов проводится с помощью программы «Хроматэк Аналитик». Порядок работы с программой описан в руководстве пользователя. При проверке уровня шумов задается фильтрация 1 Гц.

Хроматограф включают, задают значения параметров поверки согласно таблице 3.

При наличии нормативной документации на методики измерений режимы поверки должны соответствовать требованиям раздела о порядке проведения измерений методики.

Таблица 3 – Значения параметров

Детектор	Наименование параметра	Значение
ДТП	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (гелий), мл/мин	 60 ± 20 110 ± 50 160 ± 20 25 ± 10
ДТХ	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора Расход газа-носителя (гелий, азот или аргон), мл/мин Расход поддувочного газа (воздух), мл/мин	 50 ± 20 110 ± 50 20 ± 10 20 ± 10
ПВД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (азот), мл/мин	 60 ± 20 170 ± 20 150 ± 20 25 ± 10
ФВД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (азот или гелий), мл/мин	 60 ± 20 120 ± 70 160 ± 20 25 ± 10
ПФД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (азот или гелий), мл/мин	 160 ± 60 200 ± 50 250 ± 20 20 ± 10
ПРД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора Расход газа-носителя (гелий марки «60»), мл/мин	 50 ± 20 100 ± 20 25 ± 10
ПЭД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - крана дозатора Расход газа-носителя (гелий, аргон), мл/мин Расход поддувочного газа (гелий, аргон), мл/мин	 50 ± 20 100 ± 20 50 ± 20 20 ± 5 30 ± 20

Детектор	Наименование параметра	Значение
ЭХД	Температура термостатов, °С:	
	- колонок	60 ± 20
	- детектора	40 ± 10
	Расход газа-носителя (азот), мл/мин	25 ± 10
	Расход поддувочного газа (воздух), мл/мин	10 ± 5
Примечания 1 Расходы вспомогательных газов (воздух, водород, поддув газа - носителя) задают в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации хроматографа для соответствующих детекторов. 2 Режимы проверок, указанные в таблице, приведены для справок и могут быть изменены в процессе поверки. При этом оптимальные режимы проверок фиксируются в хроматограммах первичной поверки, поставляемых с хроматографом.		

Уровень флуктуационных шумов определяют через 30 минут после задания соответствующего режима поверки.

Уровень флуктуационных шумов определяют следующим образом.

Производят запись шумов в течение интервала времени не менее 1 минуты для каждого детектора (снимают хроматограмму без ввода пробы). Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов ПИД, ПФД, ФИД [в амперах (А)] и детекторов ДТП, ДТХ, ПРД, ПЭД и ЭХД [в вольтах (В)] определяется с помощью программы «Хроматэк Аналитик» по формуле

$$\Delta'_x = \frac{\Delta_x}{K_{np}}, \quad (1)$$

где Δ_x – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора, при этом колебания, имеющие характер одиночных импульсов длительностью не более 1 с, не учитываются, В;

K_{np} – коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала:

для ПИД, ФИД $K_{np} = 3,9 \cdot 10^9 \text{ В/А};$

для ПФД $K_{np} = 7,2 \cdot 10^6 \text{ В/А};$

для ДТП, ДТХ $K_{np} = 1,0 \cdot 10^3 \text{ В/В};$

для ПРД, ПЭД $K_{np} = 5,0 \cdot 10^{-1} \text{ В/В};$

для ЭХД $K_{np} = 1,0 \cdot 10^4 \text{ В/А}.$

Полученные значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов должны быть не более:

ПИД	$3 \cdot 10^{-14} \text{ А};$
ПФД	$3 \cdot 10^{-11} \text{ А};$
ДТП	$2 \cdot 10^{-7} \text{ В};$
ДТХ	$6 \cdot 10^{-6} \text{ В};$

ФИД	$2 \cdot 10^{-13}$ А;
ПРД	$2 \cdot 10^{-4}$ В;
ПЭД	$2 \cdot 10^{-4}$ В;
ЭХД	$4 \cdot 10^{-6}$ В.

Если уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала детектора не соответствует требуемым значениям, поверка прекращается.

8.3.2 Определение предела детектирования

Для определения предела детектирования вводят в хроматограф пять или более раз соответствующий проверяемому детектору контрольный образец (таблица 4). В таблице также приведено наполнение колонки. Жидкие пробы вводят при помощи микрошприца, газовые – газовым краном-дозатором.

Объем вводимой жидкой пробы составляет от 10^{-3} до $3 \cdot 10^{-3}$ см³, объем газовой пробы составляет от 0,125 до 2,000 см³.

Параметры поверки – в соответствии с таблицей 3.

Таблица 4 – Контрольные образцы, колонки

Детектор	Проба, концентрация	Наполнение колонки
ДТП, ПИД	Гептан в октане от 0,5 до 1,5 мг/см ³	Насадочная или капиллярная, dimethylpolysiloxane
	Пропан в азоте (гелии), молярная доля от 0,1 до 1,0 %	
ДТП	Водород в азоте (аргоне, гелии, метане), молярная доля от 0,001 до 1 %	Молекулярные сита
ДТХ	Водород в азоте (гелии, метане), молярная доля от 0,001 до 1,0 %	Молекулярные сита
ФИД	Бензол в октане от 0,09 до 0,11 мг/см ³	Насадочная или капиллярная, dimethylpolysiloxane
	Бензол в азоте (гелии, воздухе), молярная доля от 0,001 до 0,1 %	
ПФД	Сероводород в азоте, объемная доля от 0,0001 до 0,05 %	Насадочная или капиллярная dimethylpolysiloxane, полимерный адсорбент
	Метилпаратион в гексане от $9,0 \cdot 10^{-3}$ до $1,1 \cdot 10^{-2}$ мг/см ³	
ПРД	Метан в гелии (водород в гелии), молярная доля от 0,0001 до 0,01 %	Молекулярные сита
ПЭД	Азот в гелии, молярная доля от 0,0001 до 0,01 %	Любая колонка, насадочная или капиллярная, позволяющая разделять контрольное вещество от других компонентов пробы.
	Водород в гелии, молярная доля от 0,0001 до 0,01 %	
	Кислород в гелии, молярная доля от 0,0001 до 0,01 %	
	Метан в гелии, молярная доля от 0,0001 до 0,01 %	
	Неон в гелии, молярная доля от 0,0001 до 0,01 %	
	Оксид углерода в гелии, молярная доля от 0,0001 до 0,01 %	

Детектор	Проба, концентрация	Наполнение колонки
	Диоксид углерода в гелии, молярная доля от 0,0001 до 0,01 %	
ЭХД	Сероводород в азоте, объемная доля от 0,0001 до 0,05 %	Dimethylpolysiloxane, полимерный адсорбент

Определение предела детектирования допускается совмещать с определением относительного СКО.

Предел детектирования $C_{\min}$, г/с (кроме ДТП, ДТХ, ЭХД, ПРД, ПЭД), рассчитывают по формуле

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

для детекторов ДТП, ДТХ, ЭХД, ПРД, ПЭД в г/см³ – по формуле

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{\text{гн}}}, \quad (3)$$

где G – масса контрольного вещества, г;

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

$V_{\text{гн}}$ – расход газа-носителя, см³/с.

Масса контрольного компонента при использовании жидкой пробы ($G_{\text{жс}}$) определяется по формуле

$$G_{\text{жс}} = V_{\text{жс}} \cdot C_{\text{н}} \cdot C_0, \quad (4)$$

где $V_{\text{жс}}$ – объем жидкого контрольного образца, см³;

$C_{\text{н}}$ – концентрация контрольного образца, мг/см³;

C_0 – коэффициент, учитывающий содержание:

углерода в гептане, равный 0,837;

серы в метилпаратионе, равный 0,122.

При использовании других средств поверки (для детекторов ПФД и ПИД) коэффициент содержания компонента (углерода или серы) должен быть скорректирован.

При использовании газовой пробы масса контрольного вещества (G_z) определяется по формуле

$$G_z = V_z \cdot \frac{0,01P \cdot M \cdot C_z \cdot C_0}{R(T + 273)}, \quad (5)$$

где V_z – объем газовой пробы, см³;

P – атмосферное давление, Па;

M – молекулярная масса для:

пропана $M = 44$ г/моль;

сероводорода $M = 34$ г/моль;

водорода $M = 2$ г/моль;

метана $M = 16$ г/моль;

C_0 – коэффициент, учитывающий содержание серы в сероводороде, равный 0,941, углерода в пропане (для детектора ПИД), равный 0,818.

В остальных случаях коэффициент принимается равным единице.

C_s – объемная доля контрольного вещества в газовой смеси, %;

R – газовая постоянная, $R = 8,3 \cdot 10^6 \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$;

T – температура окружающей среды, °С.

Допускается проводить определение флуктуационных шумов, предела детектирования и относительного СКО при установленной в хроматограф капиллярной колонке. Следует учитывать, что объем вводимой в колонку пробы (масса контрольного компонента) будет в $K_{\text{он}}$ раз меньше объема пробы (массы компонента) вводимого компонента.

Предел детектирования рассчитывается с учетом коэффициента деления пробы.

$$G = \frac{G_u}{K_{\text{он}}}, \quad (6)$$

где G_u – масса контрольного компонента, вводимого в испаритель, г;

$K_{\text{он}}$ – коэффициент деления пробы.

Коэффициент $K_{\text{он}}$ рассчитывается с помощью программы «Хроматэк Аналитик» в зависимости от параметров колонки (длины, диаметра), давления (скорости, расхода) газа-носителя на входе в капиллярную колонку.

Полученные значения предела детектирования должны быть не более:

ПИД	$3 \cdot 10^{-12}$ г/с по углероду в углеводородах (гептане или пропане);
ПФД	$2 \cdot 10^{-12}$ г/с по сере в серосодержащих соединениях;
ФИД	$1 \cdot 10^{-12}$ г/с по бензолу;
ДТП	$3 \cdot 10^{-9}$ г/см ³ по гептану или пропану;
ДТП	$2 \cdot 10^{-9}$ г/см ³ по водороду;
ДТХ	$5 \cdot 10^{-10}$ г/см ³ по водороду;
ПРД	$5 \cdot 10^{-13}$ г/см ³ по метану или водороду;
ПЭД	$5 \cdot 10^{-11}$ г/см ³ по азоту;
ПЭД	$2 \cdot 10^{-11}$ г/см ³ по неону, водороду, кислороду, метану, оксиду углерода, диоксиду углерода;
ЭХД	$2 \cdot 10^{-11}$ г/см ³ по сероводороду.

Хроматографы, значения предела детектирования детекторов которых не соответствуют вышеуказанным требованиям, к дальнейшей поверке не допускают.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Для определения номера версии (идентификационный номер) программного обеспечения с помощью программы MS Windows «Проводник» найти в папке установки программного обеспечения «Хроматэк Аналитик» файл Analytic3Core.dll и открыть диалог «Свойства файла».

Файл Analytic3Core.dll должен иметь версию 3.0.0.2 и выше.

Определение хэш-кода (цифрового идентификатора программного обеспечения) файла метрологически значимого модуля программного обеспечения «Хроматэк Анали-

тик» выполняют в соответствии с инструкцией, приведённой в разделе «Идентификация программного обеспечения» руководства пользователя «Хроматэк Аналитик».

Результаты проверки программного обеспечения считаются положительными, если номер версии и идентификатор программного обеспечения соответствуют указанным в таблице 5.

Таблица 5 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование программного обеспечения	Хроматэк Аналитик
Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	3.0.0.2 и выше
Цифровой идентификатор программного обеспечения	183cfadacae1872240739164795ebcb4
Идентификационное наименование файлов программного обеспечения	Analytic3Core.dll
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного обеспечения	MD5

Если номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения и цифровой идентификатор программного обеспечения (хэш-код) не соответствуют данным, указанным в таблице 5, проверка прекращается.

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ ХРОМАТОГРАФА МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала.

Относительное СКО выходного сигнала определяют с помощью программного обеспечения при условиях, указанных в таблице 3, с применением контрольных образцов, приведенных в таблице 4. Одновременно допускается выполнять определение предела детектирования.

Относительное СКО выходного сигнала определяют для всех информативных параметров выходного сигнала, для которых эта характеристика нормирована (времени удерживания (t), высоты (h), площади пика (s)).

Вводят в хроматограф пять или более раз контрольный образец, соответствующий поверяемому детектору. С помощью программного обеспечения определяют значения выходного сигнала (t_i, h_i, S_i), находят их средние арифметические значения ($\bar{t}, \bar{h}, \bar{S}$).

Значение относительного СКО $\sigma_t, \sigma_h, \sigma_s, \%$, определяют по формулам:

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

$$\sigma_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (8)$$

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (9)$$

где n – число результатов измерений, полученное после исключения аномальных результатов.

Для определения аномальных результатов рассчитывают среднее квадратическое отклонение информативных параметров выходного сигнала $x(\bar{t}, \bar{h}, \bar{S})$ по формуле

$$x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - y)^2}{n-1}}, \quad (10)$$

где y – среднее арифметическое значение информативного параметра выходного сигнала.

Находят отношение для подозреваемого в аномальности результата наблюдений U_i по формуле

$$U_i = \frac{|y_i - y|}{x}. \quad (11)$$

Полученный результат сравнивают с величиной β из таблицы 6 для данного объема выборки.

Таблица 6 – Предельные значения β

N	3	4	5	6	7	8	9	10	11
β	1,15	1,46	1,67	1,82	1,94	2,03	2,11	2,18	2,23

Продолжение таблицы 6

N	12	13	14	15	16	17	18	19	20
β	2,29	2,33	2,37	2,41	2,44	2,48	2,50	2,53	2,56

Если $U_i \geq \beta$, то результат наблюдения аномален и его исключают из серии измерений.

Полученные значения относительного СКО не должны превышать:

ДТП	2 %;
ДТХ	2 %;
ПВД	2 %;
ФВД	5 %;
ПФД	5 %;
ПРД	2 %;
ПЭД	2 %;
ЭХД	3 %.

Хроматографы, значения относительного СКО выходного сигнала которых не соответствуют вышеуказанным требованиям, к дальнейшей поверке не допускают.

10.2 Определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений.

При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, проводят определение показателей точности результатов измерений в соответствии с нормативами контроля, установленными в НД на методики измерений.

Определение показателей точности результатов измерений проводят в условиях и на образцах для контроля, указанных в НД на методики измерений.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Сведения о результатах поверки хроматографов в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений РФ передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.2 Положительные результаты первичной поверки хроматографа оформляют записью в формуляре хроматографа, удостоверенной подписью и клеймом поверителя. К формуляру прилагают хроматограммы с указанием значений параметров режима, полученные при поверке.

11.3 Результаты периодической поверки хроматографа заносят в протокол поверки по форме, рекомендуемой в приложении Е. Возможно оформление протокола поверки в произвольной форме с указанием всех характеристик, рекомендуемых формой протокола, приведенного в приложении Е.

11.4 При положительных результатах поверки дополнительно по заявлению владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку, выдается свидетельство о поверке на бумажном носителе. Знак поверки в виде оттиска клейма и (или) наклейки наносится на свидетельство о поверке.

11.5 При отрицательных результатах поверки дополнительно по заявлению владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку, выдается извещение о непригодности к применению.

11.6 При проведении периодической поверки отдельных измерительных каналов из состава средства измерений (меньшего количества детекторов, чем указано в комплектности) информация об объеме проведенной поверки передается в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Метрологические требования к хроматографам газовым портативным «Хроматэк – Газохром 2000», подтверждаемые в результате поверки

Таблица А.1 – Метрологические требования

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	
- ДТП	$2 \cdot 10^{-7}$
- ДТХ	$6 \cdot 10^{-6}$
- ПРД	$2 \cdot 10^{-4}$
- ПЭД	$2 \cdot 10^{-4}$
- ЭХД	$4 \cdot 10^{-6}$
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, А, не более	
- ПИД	$3 \cdot 10^{-14}$
- ФИД	$2 \cdot 10^{-13}$
- ПФД	$3 \cdot 10^{-11}$
Предел детектирования, г/см ³ , не более	
- ДТП по гептану или пропану	$3 \cdot 10^{-9}$
- ДТП по водороду	$2 \cdot 10^{-9}$
- ДТХ по водороду	$5 \cdot 10^{-10}$
- ЭХД по сероводороду	$2 \cdot 10^{-11}$
- ПРД по метану или водороду	$5 \cdot 10^{-13}$
- ПЭД по азоту	$5 \cdot 10^{-11}$
- ПЭД по неону, водороду, кислороду, метану, оксиду углерода, диоксиду углерода	$2 \cdot 10^{-11}$
Предел детектирования, г/с, не более	
- ПИД по углероду в углеводородах (гептане или пропане)	$3 \cdot 10^{-12}$

Наименование характеристики	Значение
- ФИД по бензолу	$1 \cdot 10^{-12}$
- ПФД по сере в серосодержащих соединениях	$2 \cdot 10^{-12}$
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала (высота, площадь пика, время удерживания), %	
- ДТП	2
- ДТХ	2
- ПИД	2
- ФИД	5
- ПФД	5
- ПРД	2
- ПЭД	2
- ЭХД	3
Пределы приведенной* погрешности задания расхода воздуха встроенным аспиратором в диапазоне от 20 до 200 см ³ /мин, %	± 5
Ход часов аспиратора, с/ч, не более	± 5
* – нормирующим значением является верхний предел задания расхода воздуха (200 см ³ /мин)	

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Операции поверки, режимы и средства поверки при специальных анализах

Специальными являются анализы, при проведении которых применяется газовая схема хроматографа, собранная на предприятии-изготовителе и предназначенная для определенного анализа в соответствии с НД на методику измерений.

Б.1 Опробование

Б.1.1 Уровень флуктуационных шумов, предел детектирования хроматографов, предназначенных для специальных анализов, определяют по формулам, приведенным в п.п. 8.3.1, 8.3.2 настоящей методики.

Значения уровня флуктуационных шумов, предела детектирования должны соответствовать значениям, приведенным в п.п. 8.3.1, 8.3.2.

Б.1.2 Уровень флуктуационных шумов детектора ПИД с метанатором определяют при пониженной температуре метанатора.

Для определения предела детектирования детектора ПИД с метанатором вводится проба в соответствии с данными, указанными в таблице Б.2 Приложения Б. Максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала определяется при рабочей температуре метанатора. Предел детектирования рассчитывается при помощи программного обеспечения.

Предел детектирования не должен превышать установленного в НД на методику измерений.

В протокол поверки хроматографа вносится шум детектора ПИД при пониженной температуре метанатора, значение предела детектирования детектора ПИД с метанатором, при рабочей температуре метанатора и значение рабочей температуры метанатора.

Б.1.3 Предел детектирования детектора ДТП в составе хроматографа для проведения специальных анализов по компонентам, указанным в таблице Б.2, должен быть не более установленного в НД на методику измерений.

Б.1.4 Предел детектирования при наличии НД на методику измерений определяют с учетом указаний соответствующих разделов НД на методику измерений.

Б.2 Определение метрологических характеристик

Б.2.1 Метрологические характеристики: относительное СКО выходного сигнала хроматографа определяют в соответствии с операциями, указанными в таблице 1 и п. 10.1 настоящей методики поверки.

Значения относительного СКО выходного сигнала, хроматографа должны соответствовать значениям, приведенным в п. 10.1 настоящей методики.

Б.2.2 Определение метрологических характеристик при наличии НД на методику измерений допускается проводить в соответствии с указаниями разделов по контролю точности результатов измерений НД на методику измерений. В протокол поверки хроматографа допускается вносить рассчитанное значение показателей точности по НД на методику измерений.

Б.3 Режимы работы хроматографов при проведении поверки

Б.3.1 Режимы работы хроматографа при проведении поверки приведены в таблице 3.

Б.3.2 Режим работы хроматографа при программировании температуры термостата колонок приведен в таблице Б.1.

Таблица Б.1 – Режим работы хроматографа при программировании температуры термостата колонок

Наименование параметра	Значение
Температура первой изотермы термостата колонок, °C	(60 ± 20)
Время первой изотермы, мин	(5 ± 1)
Скорость изменения температуры термостата колонок в режиме программирования, °C/мин	(10 ± 5)
Температура второй изотермы термостата колонок, °C	(180 ± 20)
Температура термостатов детекторов, °C	(200 ± 20)
Расход газа-носителя, мл/мин	(20 ± 5)

В режиме программирования термостата колонок на хроматограмме не должно быть пиков, мешающих определению компонентов контрольных образцов.

Б.3.3 Для определения предела детектирования вводят в хроматограф пять или более раз соответствующий проверяемому детектору контрольный образец, в соответствии с таблицей 4 настоящей методики или таблицей Б.2. Все действия и расчеты выполняют согласно подразделу 8.3.2 настоящей методики.

Б.4 Средства поверки

Дополнительные средства поверки хроматографов, предназначенных для специальных анализов и режимы поверки приведены в таблице Б.2.

Таблица Б.2 – Дополнительные средства поверки и режимы поверки

Детектор	Проба, концентрация.* Газ-носитель	Наполнение колонки.** Температура колонки, детектора, метанатора***
ПВД (с метанатором)	Поверочная газовая смесь (ГСО ПГС) оксид углерода (или диоксид углерода) в азоте (аргоне), объемная доля от 0,001 до 1,0 % Газ-носитель аргон (азот, гелий, водород)	Молекулярное сито Температура: колонки от 40 до 80 °C; детектора от 160 до 200 °C; метанатора от 310 до 330 °C (100 °C)
ПВД	ГСО ПГС пропан в азоте (гелии), объемная доля от 0,15 до 5,0 % Газ-носитель аргон (азот, гелий, водород)	Полимерный адсорбент Температура: колонки от 40 до 80 °C; детектора от 160 до 200 °C
ДТП	ГСО ПГС пропан в азоте (гелии), объемная доля от 0,15 до 5,0 % Газ-носитель гелий (водород)	Полимерный адсорбент Температура: колонки от 40 до 80 °C; детектора от 160 до 200 °C
ДТП	ГСО ПГС диоксид углерода в азоте (гелии), объемная доля от 0,001 до 1,0 % Газ-носитель гелий (водород)	Полимерный адсорбент Температура: колонки от 40 до 80 °C; детектора от 160 до 200 °C
ДТП	ГСО ПГС водород в аргоне (гелии), объемная доля от 0,001 до 5,0 % Газ-носитель аргон	Молекулярное сито Температура: колонки от 40 до 80 °C; детектора от 160 до 200 °C
ДТП	ГСО ПГС азот в гелии (метане), объемная доля от 0,001 до 5,0 %	Молекулярное сито Температура:

Детектор	Проба, концентрация.* Газ-носитель	Наполнение колонки.** Температура колонки, детектора, метанатора***
	Газ-носитель гелий (водород)	колонки от 40 до 80 °С; детектора от 160 до 200 °С
ПФД	ГСО ПГС сероводород в азоте, объемная доля от 0,002 до 0,02 % Газ-носитель гелий (азот)	Hayesep (Porapak). Температура: колонки от 40 до 80 °С; детектора от 160 до 200 °С
ДТП	ГСО ПГС метан в гелии (азоте), объемная доля от 0,001 до 5,0 % Газ-носитель гелий (водород)	Молекулярное сито Температура: колонки от 40 до 80 °С; детектора от 160 до 200 °С

* Относительная погрешность концентрации компонентов должна быть не более ± 10 %. Поверку хроматографов, предназначенных для специальных анализов, допускается проводить по компонентам, указанным в таблице Б.2. Указанные компоненты могут содержаться в стандартных образцах многокомпонентных смесей, аттестованных в установленном порядке. При этом диапазон концентраций компонентов должен соответствовать диапазону, указанному в таблице Б.2.

**Колонки насадочные длиной (1 - 3) м, внутренним диаметром (1 - 2) мм или капиллярные. Допускается применять другое наполнение колонок, обеспечивающее разделение компонентов.

Допускается применение хроматографических колонок, поставляемых предприятием-изготовителем с хроматографом, обеспечивающих требуемое разделение поверочных смесей. Хроматографические колонки должны иметь паспорт с обязательным приложением хроматограммы снятой на данной колонке.

Допускается проводить поверку на капиллярных колонках с учетом указаний, приведенных в соответствующих разделах настоящей методики.

***При определении показателей точности, установленных в НД, допускается для лучшего разделения компонентов устанавливать режимы, указанные в методике измерений. Указаны рабочая температура метанатора и температура метанатора при определении уровня флуктуационных шумов (в скобках).

Эффективность колонок, указываемая в паспорте на колонку, рассчитывается по формуле

$$N = 5,545 \cdot \left(\frac{t_{y\partial}}{a} \right)^2 / L, \quad (\text{Б.1})$$

где N – эффективность колонки, тт/м;

$t_{y\partial}$ – время удерживания, с;

a – ширина пика на половине его высоты, с;

L – длина колонки, м.

При наличии НД на методику измерений для определения показателей точности, установленных в НД на методику измерений, режимы работы хроматографа должны соответствовать требованиям раздела о порядке проведения измерений методики измерений.

Перечень компонентов, значения и единицы измерения предела детектирования, метрологические характеристики по компонентам, не указанным в данной методике поверки, должны соответствовать значениям, указанным в НД на методики измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ В (обязательное)

Операции, режимы и средства поверки хроматографа с аспиратором

В.1 Операции поверки

В данном приложении указаны операции, режимы и средства поверки хроматографа с аспиратором.

При поверке все подключения, задание режимов работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации на хроматограф.

При проведении первичной и периодической поверок хроматографа с аспиратором выполняют операции, указанные в таблице В.1.

Таблица В.1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта Приложения В	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	В.4.1	Да	Да
Определение приведенной погрешности задания расхода воздуха встроенным аспиратором	В.4.2	Да	Да ¹⁾
Определение хода часов аспиратора	В.4.3	Да	Да ¹⁾
¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке.			

Допускается изменение приведенной в таблице В.1 последовательности операций поверки.

Требования к квалификации поверителей приведены в разделе 4, требования безопасности - в разделе 6 методики поверки.

В.2 Средства поверки

Средства поверки хроматографа с аспиратором приведены в таблице В.2.

Таблица В.2 – Средства поверки

Наименование	Техническая характеристика
Расходомер газа тепловой EL-FLOW рег. № 25705-10	от 0,0012 до 0,06 м ³ /ч ПГ ± (0,5-1,0) %
Бюретка типа 1-3-2-50-0,1 по ГОСТ 29251-91	Класс точности 2, вместимость 50 см ³
Бюретка типа 1-3-2-100-0,2 по ГОСТ 29251-91	Класс точности 2, вместимость 100 см ³
Секундомер электронный с таймерным выходом СТС-2 рег. № 65349-16	ПГ ± (15·10 ⁻⁶ ·Т+0,01) при цене деления 0,01 с ПГ ± (15·10 ⁻⁶ ·Т+1) при цене деления 1 с

Наименование	Техническая характеристика
Термометр ртутный стеклянный лабораторный ТЛ-4 рег. № 303-91	от 0 до 55 °С, цена деления 0,1 °С
Барометр-анероид метеорологический БАММ-1 рег. № 5738-76	Диапазон измерений от 80 до 106 кПа, ПГ ± 0,8 кПа
Прибор комбинированный Testo 622 (рег. № 53505-13)	Диапазон измерений: - температуры воздуха от 15 до 25 °С, - относительной влажности от 0 до 80 %; - атмосферного давления от 840 до 1060 гПа Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений: - температуры воздуха ± 0,4 °С; - относительной влажности ± 3 %; - давления ± 5 гПа

Допускается использовать другие средства поверки с техническими характеристиками не хуже указанных в таблице В.2.

В случае использования в качестве средства поверки расходомера газа, определяющего расход при условиях измерений, результаты измерений расхода приводят к условиям по ГОСТ 2939-63. Формулы для приведения расхода газа к условиям, указанным в ГОСТ 2939-63, приведены в п. В.4.4 данного Приложения.

Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены.

В.3 Условия поверки и подготовка к ней

При проведении поверки должны соблюдаться условия, прописанные в разделе 3 методики поверки.

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- средства поверки, перечисленные в таблице В.2, подготавливают в соответствии с их эксплуатационными документами;
- в термостат сорбционной трубки хроматографа устанавливают пустую (без сорбента) сорбционную трубку;
- проводят проверку герметичности газовых линий аспиратора согласно указаниям руководства по эксплуатации хроматографа.

В.4 Проведение поверки

В.4.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие внешнего вида хроматографа указанному в описании типа;
- соответствие комплектности хроматографа, указанной в формуляре;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

В.4.2 Определение приведенной погрешности задания расхода воздуха встроенным аспиратором.

В.4.2.1 Определение приведенной погрешности задания расхода воздуха встроенным аспиратором проводят при помощи расходомера газа. Проверка осуществляется для значений расхода 20, 50, 100, 150, 200 см³/мин.

В.4.2.2 К штуцеру хроматографа «Вход пробы» с помощью трубопровода внутренним диаметром не менее 1 мм и длиной не более 2 метров, подключают расходомер газа.

Аспиратором устанавливают расход газа 20 см³/мин и запускают старт отбора. Порядок задания расхода и запуска отбора прописан в руководстве по эксплуатации хроматографа.

После стабилизации значений расходомера, фиксируют установившееся значение расхода газа Q_i (см³/мин).

В.4.2.3 Проводят операции по п. В.4.2.2 для значений расхода 50, 100, 150, 200 см³/мин.

В.4.2.4 Расчет приведенной погрешности задания расхода воздуха встроенным аспиратором γ (%) производят для каждого i -го измерения по формуле

$$\gamma = (Q_n - Q_i) \cdot 100 / Q_m, \quad (B.1)$$

где Q_n - заданный (номинальный) расход газа, см³/мин;

Q_i - действительный расход газа при i -м измерении, см³/мин;

Q_m - верхний предел задания расхода воздуха, см³/мин.

Приведенная погрешность задания расхода воздуха встроенным аспиратором не должна превышать ± 5 %.

В.4.3 Определение хода часов аспиратора.

Подключают к разъему хроматографа «Старт аспиратора» секундомер электронный.

Согласно руководству по эксплуатации хроматографа устанавливают время отбора пробы 60 минут и запускают старт отбора.

По окончании отбора фиксируют время по секундомеру.

Определяют разность значений времени измеренного секундомером и аспиратором по формуле

$$t = t_i - t_n, \quad (B.2)$$

где t_i - измеренное секундомером значение времени, с;

t_n - заданное аспиратором значение времени, с.

Определяют ход часов g (с/ч) по формуле

$$g = t / t_q, \quad (B.3)$$

где t - разность значений времени измеренного секундомером и аспиратором, с;

t_q - время отбора пробы, ч.

Аспиратор считается прошедшим операцию поверки, если ход часов g не превышает ± 5 с/ч.

В.4.4 Приведение расхода газа к условиям по ГОСТ 2939-63.

В случае использования в качестве средства поверки расходомера газа, определяющего расход при условиях измерений, все результаты измерений приводят к условиям по ГОСТ 2939-63.

Заданный (номинальный) аспиратором расход газа Q'_n (см³/мин), приведенный к условиям по ГОСТ 2939-63, рассчитывают по формуле

$$Q'_n = Q_n \cdot 293 / 273, \quad (B.4)$$

где Q_n - расход газа, установленный аспиратором, см³/мин.

Измеренный расходомером газа расход газа Q'_i (см³/мин) при условиях измерений приводят к условиям по ГОСТ 2969-63 по формуле

$$Q'_i = Q_i \cdot (P_{\text{атм}} + P_{\text{разр}}) \cdot 293 / (101,3 \cdot (273 + T)), \quad (\text{B.5})$$

где Q_i - расход газа, измеренный расходомером газа, см³/мин;

$P_{\text{атм}}$ - атмосферное давление, кПа;

$P_{\text{разр}}$ - разряжение, измеренное по вакуумметру, кПа;

T - температура окружающей среды, °С.

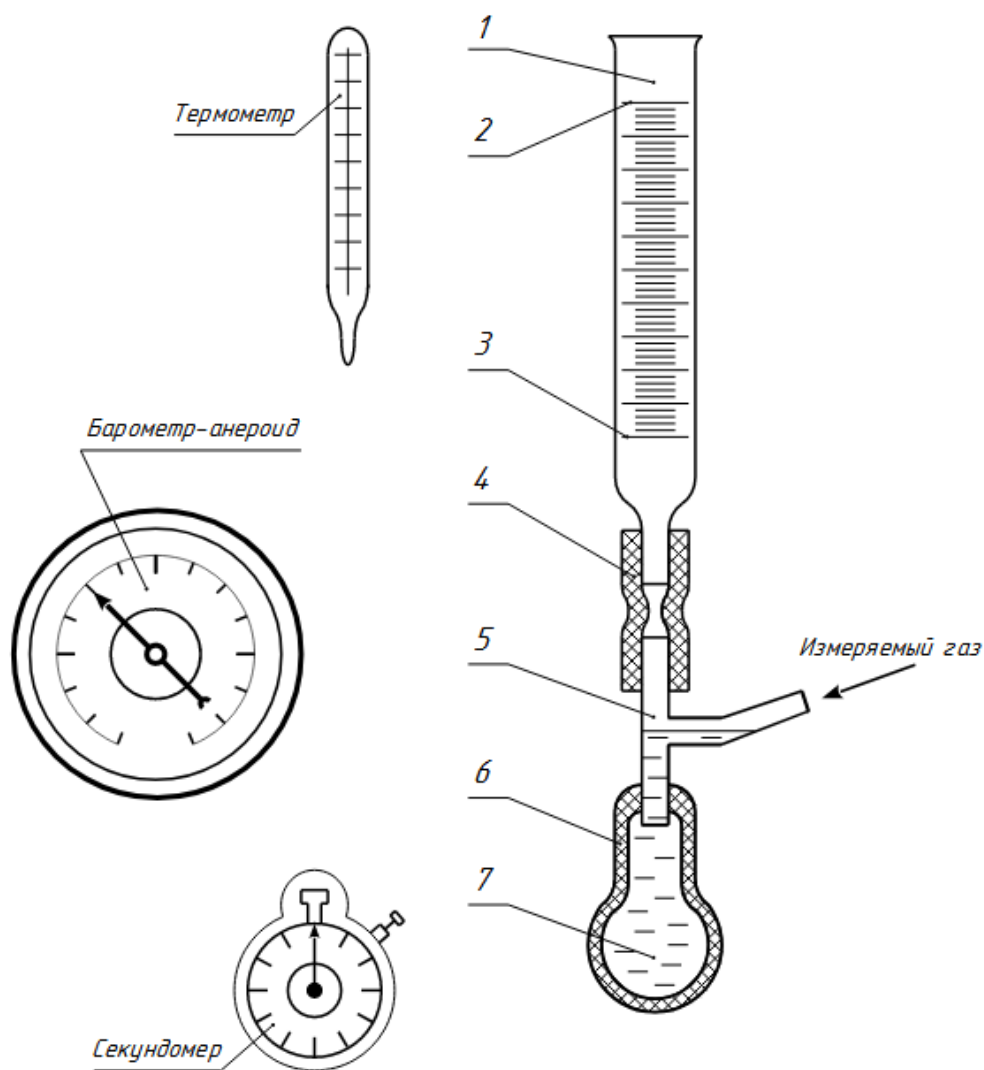
ПРИЛОЖЕНИЕ Г (рекомендуемое)

Измерение расхода газа с помощью бюретки и секундомера.

Г.1.1 Средства поверки

Средства поверки хроматографа с аспиратором приведены в таблице В.2.

Бюретку соединить с тройником и спринцовкой, как показано на рис. Г.1.



1. Бюретка. 2. Конечная контрольная отметка.
3. Начальная контрольная отметка. 4. Трубка.
5. Тройник. 6. Спринцовка. 7. Мыльный раствор.

Рисунок Г.1

Допускается использовать другое оборудование и материалы, характеристики которых не хуже указанных в таблице В.2.

Г.1.2 Приготовление мыльного раствора

Для приготовления мыльного раствора необходимо растворить в дистиллированной воде 1 % от массы воды поверхностно-активное вещество (ПАВ) при интенсивном перемешивании.

Раствор должен быть однородным по всему объёму, не должен иметь осадка и взвешенных частиц. В качестве ПАВ можно использовать жидкое мыло, моющие средства и порошки. Рекомендуются использовать ПАВ, в которых отсутствуют жировые и ароматические добавки.

Г.1.3 Определение объемного расхода газа

Измерение объемного расхода производят в следующей последовательности:

- собирают установку для измерения расхода по рис. Г.1, наполнив спринцовку не менее чем на две трети объёма мыльным раствором;
- устанавливают заданный (номинальный) расход газа аспиратором (20, 50, 100, 150, 200 см³/мин);
- нажимая на спринцовку, добиваются того, чтобы проходящий газ захватывал не более одной плёнки;
- определяют время прохождения плёнки между начальной и конечной контрольными рисками бюретки, фиксируя время совпадения контрольной риски с краями плёнки;
- вычисляют объёмный расход по формуле Г.1

$$Q = 173,544 \times ((V_{\delta} \times P_{\delta} \times K_1 \times K_2) / (T_r \times \tau)) \quad (\text{Г.1})$$

где Q – действительный расход газа, см³/мин;

P_{δ} – атмосферное давление, кПа;

V_{δ} – номинальное значение объёма бюретки, см³;

τ – измеренное значение времени, с;

T_r – температура газа, К;

K_1 – коэффициент влияния на расход газа давления водяных паров,

K_2 – коэффициент влияния на измеряемый расход газа объёма мыльной плёнки, находящейся на внутренней поверхности бюретки.

Значения коэффициентов K_1 приведены в таблице Г.2

Значения коэффициентов K_2 приведены в таблице Г.1.

Таблица Г.1 – Значения коэффициента K_2 и его относительной погрешности δK_2 , %

Объем бюреток (пипеток), см ³	K_2	δK_2
1	0,9840	± 0,55
2	0,9875	± 0,32
5	0,9900	± 0,20
10	0,9935	± 0,13
50	0,9960	± 0,08
100	0,9971	± 0,06

Таблица Г.2 – Значения коэффициента $K_1 \left(\frac{K}{Па} \right)$

$T_r, ^\circ C$ \ $P_6, кПа$	84	86	88	90	92	94
10	0,9849	0,9852	0,9855	0,9858	0,9862	0,9865
12	0,9827	0,9831	0,9835	0,9839	0,9842	0,9849
14	0,9803	0,9807	0,9812	0,9816	0,9820	0,9824
16	0,9776	0,9781	0,9786	0,9791	0,9796	0,9800
18	0,9745	0,9751	0,9757	0,9762	0,9768	0,9772
20	0,9711	0,9718	0,9725	0,9731	0,9736	0,9742
22	0,9674	0,9681	0,9689	0,9695	0,9702	0,9708
24	0,9632	0,9640	0,9649	0,9656	0,9664	0,9671
26	0,9585	0,9595	0,9604	0,9613	0,9621	0,9629
28	0,9534	0,9544	0,9555	0,9565	0,9574	0,9583
30	0,9476	0,9489	0,9500	0,9511	0,9522	0,9532
32	0,9413	0,9427	0,9440	0,9452	0,9464	0,9476
34	0,9343	0,9359	0,9373	0,9387	0,9401	0,9413
35	0,9305	0,9322	0,9337	0,9352	0,9366	0,9380

Продолжение таблицы Г.2

$T_r, ^\circ C$ \ $P_6, кПа$	96	98	100	102	104	106
10	0,9867	0,9870	0,9873	0,9875	0,9878	0,9880
12	0,9849	0,9852	0,9855	0,9856	0,9860	0,9862
14	0,9827	0,9827	0,9834	0,9838	0,9841	0,9844
16	0,9804	0,9808	0,9812	0,9815	0,9819	0,9822
18	0,9777	0,9782	0,9786	0,9790	0,9794	0,9798
20	0,9748	0,9753	0,9758	0,9762	0,9767	0,9771
22	0,9714	0,9720	0,9726	0,9731	0,9736	0,9741
24	0,9678	0,9684	0,9691	0,9697	0,9703	0,9708
26	0,9637	0,9644	0,9652	0,9658	0,9665	0,9669
28	0,9592	0,9600	0,9608	0,9616	0,9623	0,9630
30	0,9542	0,9551	0,9560	0,9569	0,9577	0,9585
32	0,9487	0,9497	0,9507	0,9517	0,9526	0,9535
34	0,9426	0,9437	0,9448	0,9459	0,9468	0,9479
35	0,9393	0,9422	0,9417	0,9428	0,9437	0,9450

Г.1.4 Оценку приведенной погрешности задания расхода воздуха встроенным аспиратором γ (%) в каждой точке производят по формуле Г.2

$$\gamma = (Q_n - Q) \cdot 100 / Q_m, \quad (\text{Г.2})$$

где Q_n – заданный (номинальный) расход газа, $\text{см}^3/\text{мин}$;

Q – действительный расход газа, $\text{см}^3/\text{мин}$;

Q_m – верхний предел задания расхода воздуха, $\text{см}^3/\text{мин}$.

Приведенная погрешность задания расхода воздуха встроенным аспиратором не должна превышать ± 5 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д (рекомендуемое)

Инструкция по приготовлению контрольных растворов

Настоящая инструкция устанавливает методику приготовления контрольных растворов, предназначенных для определения метрологических характеристик хроматографа.

Диапазон содержания компонента в контрольном образце должен быть от $1 \cdot 10^{-6}$ до 10 мг/см^3 . Относительная погрешность массовой концентрации контрольного компонента не превышает 10 %.

Средства измерений, материалы и реактивы приведены в разделе 5 настоящей методики поверки.

Д.1 Процедура приготовления растворов

Д.1.1 Растворы с массовой концентрацией в диапазоне от 1 до 10 мг/см^3 готовят объемно - весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента (C_i) определяют по формуле

$$C_0 = \frac{m_i}{V}, \quad (\text{Д.1})$$

где m_i – масса контрольного компонента, мг;

V – объем приготовленного раствора, см^3 .

Д.1.2 Исходные вещества, используемые для приготовления раствора, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

Д.1.3 Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов не должна изменяться более, чем на 4°C .

Д.1.4 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вводят от 20 до 25 см^3 растворителя.

Д.1.5 Определяют массу (m_1) мерной колбы с растворителем. Результат взвешивания записывают до первого десятичного знака.

Д.1.6 В мерную колбу вносят от 100 до 1000 мг контрольного компонента, перемешивают содержимое и вновь взвешивают колбу (m_2).

Д.1.7 Вычисляют массу контрольного компонента (m) в мг

$$m = m_2 - m_1, \quad (\text{Д.2})$$

Д.1.8 Растворителем доводят объем раствора до 100 см^3 . Тщательно перемешивают раствор.

Д.1.9 Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по формуле Д.1.

Д.1.10 Растворы с содержанием контрольного компонента от $1 \cdot 10^{-6} \text{ мг/см}^3$ до 1 мг/см^3 готовят объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов. Массовую концентрацию контрольного компонента рассчитывают по формулам

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_1}{100}, \quad (\text{Д.3})$$

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_2}{100}, \quad (\text{Д.4})$$

$$C_n = \frac{C_{n-1} \cdot V_n}{100}, \quad (\text{Д.5})$$

где n – номер ступени разбавления исходного контрольного раствора с концентрацией C_0 ; V_1, V_2, V_n – аликвотная доля раствора с концентрацией C_0, C_1, C_{n-1} , соответственно, мг/см³.

Д.1.11 Перед каждым разбавлением рассчитывают значение аликвотной доли раствора (V_1, V_2, V_n), исходя из заданного значения концентрации контрольного компонента (C_0, C_1, C_{n-1}) и концентрации разбавляемого раствора.

Д.1.12 В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до 100 см³ и тщательно перемешивают.

Д.1.13 Для уменьшения предела возможных значений погрешности приготовления контрольных растворов рекомендуется использовать мерные колбы вместимостью более 100 см³, а объем отбираемой аликвотной доли не менее 1 см³.

Д.1.14 Для уменьшения предела возможных значений погрешности приготовления контрольных растворов при взвешивании в диапазоне 10 мг рекомендуется использовать весы погрешностью взвешивания не хуже 0,0005 г.

Д.2 Хранение контрольных растворов

Контрольный раствор хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре от 4 до 8 °С.

ПРИЛОЖЕНИЕ Е (рекомендуемое)

Форма протокола поверки хроматографа

Протокол № _____
поверки хроматографа газового портативного «Хроматэк – Газохром 2000»,
принадлежащего

наименование организации

Изготовитель _____
Год изготовления _____
Заводской номер _____
Наименование и номера блоков _____

Условия поверки

температура окружающего воздуха _____ °C
атмосферное давление _____ кПа
относительная влажность _____ %
напряжение питания _____ В

1 Результаты внешнего осмотра

2 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения

3 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Детектор	Значение уровня шумов	
	нормируемое	полученное

4 Определение предела детектирования

Детектор	Значение выходного сигнала	Значение предела детектирования	
		нормируемое	полученное

5 Определение относительного СКО выходного сигнала

Детектор	Значение выходного сигнала			Среднее арифмети- ческое значение выходного сигнала			Значение относительного СКО выходно- го сигнала					
							нормируемое			полученное		
	t_i	h_i	S_i	$\bar{t}$	$\bar{h}$	$\bar{S}$	σ_t	σ_h	σ_S	σ_t	σ_h	σ_S

6 Определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений

Норматив показателя контроля точности по НД на МИ	Рассчитанное значение показателя точности по НД на МИ

7 Определение приведенной погрешности задания расхода воздуха встроенным аспиратором в диапазоне от 20 до 200 см³/мин (при наличии в комплектности встроенного аспиратора)

Заданный (номинальный) расход газа, см ³ /мин	Действительный расход газа при i-м измерении, см ³ /мин	Приведенная погрешность задания расхода воздуха встроенным аспиратором, %	Пределы приведенной погрешности задания расхода воздуха встроенным аспиратором, %
20			± 5
50			
100			
150			
200			

8. Определение хода часов аспиратора (при наличии в комплектности встроенного аспиратора)

Измеренное секундомером значение времени, с	Заданное аспиратором значение времени, с	Ход часов аспиратора измеренный, с/ч	Ход часов аспиратора, с/ч
			± 5

9 Особые отметки (пробы, режимы, колонки и др.)

Заключение по результатам поверки _____

Поверку проводил _____

подпись

« ____ » _____ 20 ____ г.

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж (рекомендуемое)

Подготовка хроматографических колонок

Хроматограф поставляется с заполненными и протестированными колонками. При необходимости заполнения колонок пользователем самостоятельно, рекомендуется следующая типовая последовательность действий.

Продуть колонку газом-носителем при давлении (0,2 - 0,3) МПа от баллона с редуктором, закрывая и открывая свободный конец колонки.

Промыть колонку и просушить:

- Заполнить колонку раствором технического моющего средства (ТМС) «Лабомид-102» ТУ 2149-051-10968286-97 в воде, поместить в ультразвуковую ванну и промыть с использованием ультразвука, одновременно прокачивая через колонку раствор ТМС.

- Промыть колонку от ТМС горячей водой в объеме до 40 объемов колонки.

- Промыть колонку слабым раствором (5 %) соляной кислоты (3 - 4 объема колонки) для нейтрализации остатков ТМС.

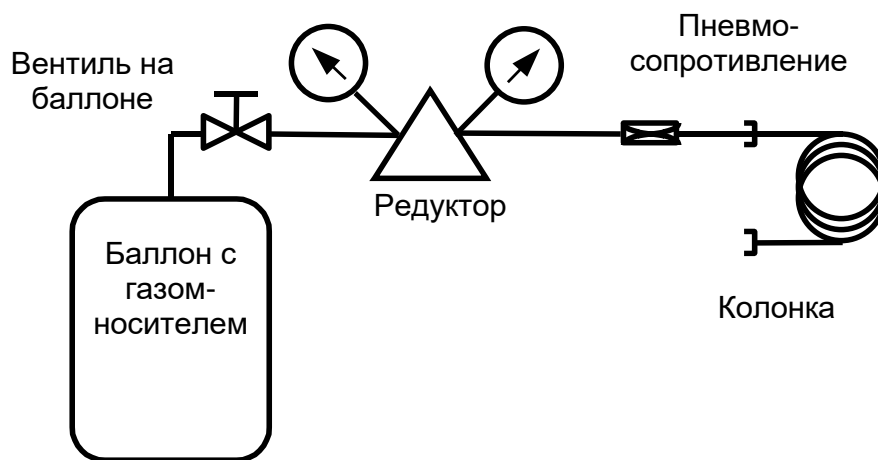
- Промыть колонку холодной водой.

- Промыть колонку дистиллированной водой.

- Продуть колонку от воды воздухом от компрессора.

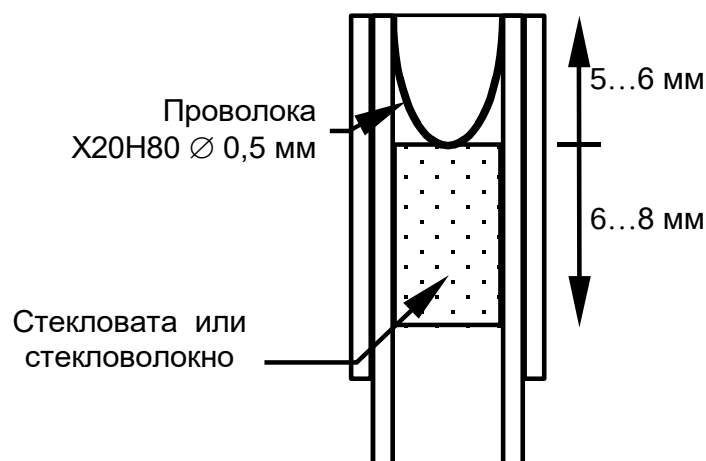
- Просушить колонку в сушильном шкафу при температуре 150 °С не менее 2 часов.

- Охладить колонку.



Перед заполнением колонки:

- Конец колонки, подключаемый к вакуумному насосу, уплотнить стекловолокном или стекловатой.



- Рассчитать количество сорбента, необходимое для заполнения колонки по формуле

$$V = (3,14 \cdot D_{\text{кол}}^2 \cdot L_{\text{кол}}) / 4$$

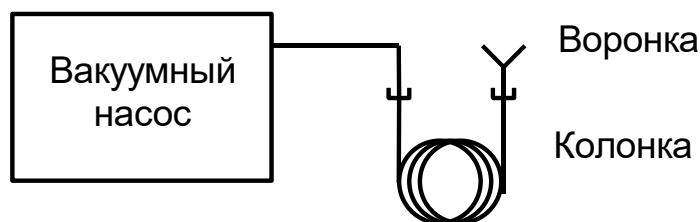
где V – объем сорбента (см^3),

$D_{\text{кол}}$ – внутренний диаметр колонки (см),

$L_{\text{кол}}$ – длина колонки (см).

Оптимальное отношение внутреннего диаметра колонки к диаметру частиц сорбента составляет 8 - 10 раз.

Заполнить колонки сорбентом при легком постукивании (или вибрации) по колонке, обеспечивая равномерную набивку колонки.



Не отключая вакуумного насоса, уплотнить свободный конец колонки стекловолокном или стекловатой.

Заполненные колонки установить в термостат хроматографа, не подключая к детекторам.

Кондиционировать колонки в потоке газа-носителя с расходом (15 - 20) $\text{см}^3/\text{мин}$ в течение 8 ч при температурах, указанных в сопроводительной документации для соответствующих неподвижных фаз или адсорбентов.

При температуре кондиционирования свыше 250 °C колонки подключать с использованием графитового уплотнения.