

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"  
(ФГБУ "ВНИИМС")**

**СОГЛАСОВАНО**

Заместитель директора  
по производственной метрологии



\_\_\_\_\_ А.Е. Коломин

" 28 " 09 2023 г.

**Государственная система обеспечения единства измерений**

**Хроматографы газовые портативные ФГХ**

**Методика поверки**

**МП 205-12-2023**

**г. Москва**

**2023 г.**

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые портативные ФГХ, выпускаемые ООО НПФ "Экан", Россия, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методика обеспечивает прослеживаемость СИ к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2315 от 31.12.2020 г., и/или к Государственному первичному эталону 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 ГЭТ 208-2019, в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических и элементарорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 988 от 10.06. 2021 г.

Также настоящая методика поверки предусматривает возможность обеспечения прослеживаемости СИ, эксплуатируемых с применением аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.563-2009 методик измерений, к другим ГПЭ (или первичным референтным методикам) массовой (молярной) концентрации или массовой (молярной) доли компонентов по соответствующим поверочным схемам методом косвенных измерений.

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

В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в пункте 11.

## 2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1- Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции	
		первичная поверка	периодическая поверка
1 Внешний осмотр	7.1	Да	Да
2 Проверка программного обеспечения (ПО)	8	Да	Да
3 Подготовка к поверке и опробование: -определение уровня флуктуационных шумов -определение предела детектирования	9 9.2.1 9.2.2-9.2.5	Да Да	Да <sup>1)</sup> Да <sup>1)</sup>
4 Определение метрологических характеристик: -определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (СКО)	10  10.1	  Да	  Да <sup>1)</sup>



Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции	
		первичная поверка	периодическая поверка
-определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	10.2	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение показателей точности результатов измерений	-	Нет	Да <sup>2)</sup>
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да
6 Оформление результатов поверки	12	Да	Да
<sup>1)</sup> При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09. <sup>2)</sup> При наличии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.			

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

2.3 Для хроматографов с количеством детекторов более одного допускается проведение периодической поверки для меньшего количества детекторов на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего средство измерений на поверку, с обязательным указанием в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений сведений об объеме проведенной поверки.

### 3 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки применяют средства измерений и вспомогательное оборудование, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
6.1	Средства измерений параметров окружающей среды: - температуры в диапазоне от +15 °С до +35 °С, абс. погрешность не более ±1 °С - относительной влажности - от 30 % до 80 %, абс. погрешность не более ±3 %; - атмосферного давления - от 80 до 107 кПа, абс. погрешность не более ±3 кПа	Термогигрометр ИВА-6Н-Д (рег. № 46434-11). Барометр-анероид БАММ-1, (рег. № 5738-76).
9.2.2-9.2.4; 10	Стандартный образец состава газовой смеси бутана в азоте с массовой концентрацией бутана 40,0 мг/м <sup>3</sup> ; Стандартный образец состава газовой смеси формальдегида в азоте с массовой концентрацией формальдегида 0,91 мг/м <sup>3</sup> ;	ГСО 11047-2018 стандартный образец состава искусственной газовой смеси (ИП-М-2); ГСО 10547-2014 стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе химически активных газов (ХА-М-2);



Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Стандартный образец состава газовой смеси бутана в азоте с объемной концентрацией бутана 2%; Стандартный образец состава газовой смеси метана в азоте с объемной концентрацией 5%,. Стандартный образец состава газовой смеси оксида углерода в азоте с объемной концентрацией 0,5 %.	ГСО № 11047-2018;  ГСО № 11047-2018;  ГСО № 11047-2018.
9.2.2-9.2.4; 10	Контрольные газовые смеси: - состава бензола в воздухе с массовой концентрацией бензола 6,0 мг/м <sup>3</sup> ; - состава четыреххлористого углерода в воздухе с массовой концентрацией четыреххлористого углерода 10,9 мг/м <sup>3</sup> ; - состава четыреххлористого углерода в воздухе с массовой концентрацией четыреххлористого углерода 0,31 мг/м <sup>3</sup> ; - состава формальдегида в воздухе с массовой концентрацией формальдегида 0,31 мг/м <sup>3</sup> .	Стандартные образцы для приготовления контрольных газовых смесей по методике, приведенной в приложении А: - ГСО 7141-95 бензола с молярной долей от 99,30% до 99,98%; - ГСО 7213-95 четыреххлористого углерода с молярной долей от 99,80% до 99,98 %; - ГСО 7334-96, состава раствора четыреххлористого углерода в метаноле с массовой концентрацией четыреххлористого углерода 1,0 мг/см <sup>3</sup> ; - ГСО 8639-2004 состава раствора формальдегида в воде с массовой концентрацией формальдегида 1,0 мг/м <sup>3</sup> .

Вспомогательные средства поверки:

- азот газообразный, квалификации «осч», сорт 1-й по ГОСТ 9293-74;
- воздух нулевой в баллоне, ТУ 6-21-5-82;
- ротаметр типа РМА-0,063 ГУЗ, по ГОСТ 13045-81, (рег. № 59782-15), верхний предел измерения 63 дм<sup>3</sup>/ч, допускаемая погрешность - ± 4%;
- микрокросшприц типа "МШ-1М" вместимостью 1,0 мкл., пределы допускаемой относительной погрешности ± 6%;
- шприцы медицинские типа А-2 по ГОСТ 22967-90
- трубка фторопластовая: внутренний диаметр – от 3 до 4 мм, длина 1 м по ГОСТ 22056-76;
- трубка силиконовая: внутренний диаметр - от 3 до 4 мм, длина – 2 см по ГОСТ 17675-87.

5.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

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

#### 4 ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

4.1 Правила безопасности при работе с хроматографом и средствами поверки в соответствии с соответствующими разделами РЭ или инструкциями по применению.

4.2 Правила безопасности, действующие на месте поверки (на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации) или в лаборатории).



4.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.4 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

4.5 Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок должны соответствовать ГОСТ 12.1.019-2017; правила пожарной безопасности - ГОСТ 12.1.004-91.

4.6 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают действующие Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

## 5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

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

Допускается выполнение при поверке технических операций персоналом, обслуживающим средство измерений или сервис-инженером под контролем поверителя.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °C  $(20 \pm 5)$ ;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 107;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80.

6.2 Устанавливаемые режимные параметры для хроматографа:

- с детектором ЭХД:

газ-носитель – азот газообразный, «осч», сорт 1-й по ГОСТ 9293-74,  
расход газа-носителя, м<sup>3</sup>/с  $-(5,0 \pm 0,5) \cdot 10^{-8}$   
хроматографическая колонка - тестовая колонка SE-30, 25 м, 0,53 мм, 5,0 мкм;  
температура термостата колонки, °C-  $(55 \pm 1)$ .

- с детектором ППД:

газ-носитель – азот газообразный, «осч», сорт 1-й по ГОСТ 9293-74;  
расход газа-носителя, м<sup>3</sup>/с  $-(2,3 \pm 0,2) \cdot 10^{-8}$ ;  
хроматографическая колонка - тестовая колонка SE-30, 25 м, 0,32 мм, 5,0 мкм;  
температура термостата колонки, °C-  $(55 \pm 1)$ .

- с детектором ФИД:

газ-носитель – азот газообразный, «осч», сорт 1-й по ГОСТ 9293-74,  
расход газа-носителя, м<sup>3</sup>/с  $-(2,3 \pm 0,2) \cdot 10^{-8}$ ;  
хроматографическая колонка - тестовая колонка SE-30, 25 м, 0,32 мм, 0,5 мкм;  
температура термостата колонки, °C-  $(55 \pm 1)$ .

- с детектором ЭЗД:

газ-носитель – азот газообразный, «осч», сорт 1-й по ГОСТ 9293-74,  
расход газа-носителя, м<sup>3</sup>/с  $-(2,3 \pm 0,2) \cdot 10^{-8}$ ;  
хроматографическая колонка - тестовая колонка SE-30, 25 м, 0,32 мм, 0,5 мкм;  
температура термостата колонки, °C -  $(55 \pm 1)$ .

- с детектором ДТП:

газ-носитель – азот газообразный, «осч», сорт 1-й по ГОСТ 9293-74,  
расход газа-носителя, м<sup>3</sup>/с  $-(5,0 \pm 0,5) \cdot 10^{-8}$ ;  
хроматографическая колонка - тестовая колонка SE-30, 25 м, 0,32 мм, 0,5 мкм;  
температура термостата колонки, °C-  $(55 \pm 1)$ .



## 7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие внешних повреждений на хроматографе, влияющих на его работоспособность;
- исправность органов управления, четкость надписей на лицевой панели;
- соответствие комплектности хроматографа требованиям документации фирмы-изготовителя;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

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

## 8 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных выполняют при включении прибора, проверяя соответствие версии ПО, указанной в описании типа и версии ПО хроматографа.

Запускают ПО хроматографа, открывают вкладку «Обработка», далее вкладку «О программе». В открывающемся окне высвечивается наименование ПО и номер версии. Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в табл. 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	FGH4_ads.exe
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	W 4.3 USB
Цифровой идентификатор ПО	FD5FE3B6F718463B25C33C4C4 25C094F
Примечание - Значение цифрового идентификатора, приведенное в таблице, соответствует номеру версии W 4.3 USB.	

## 9 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СИ

9.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

9.1.1 Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации РЭ.

9.1.2 ГСО, средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

9.1.3 Проверяют наличие сведений о поверке и паспортов на средства поверки.

9.1.4 Перед началом поверки включают приточно-вытяжную вентиляцию и выполняют другие требуемые операции по обеспечению безопасного проведения работ.

9.1.5 Готовят контрольные газовые смеси в соответствии с методикой приготовления, изложенной в приложении А.

9.1.6 Подготавливают хроматограф к работе и включают в соответствии с Руководством по эксплуатации.

9.2 Опробование

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

9.2.1 Проверку уровня флуктуационных шумов нулевого (без ввода пробы) сигнала проводят через 30 минут после выхода хроматографа на режим. Уровень флуктуационных шумов определяют по записи сигнала с детектора в течение 30 с в режиме "БАЗОВАЯ ЛИНИЯ" в соответствии с Руководством по эксплуатации хроматографа. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ( $\Delta x$ ) принимают равным максимальной амплитуде ( $h$ ), повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 5 с.

Результаты проверки считают удовлетворительными, если значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала не превышают значений, указанных в таблице 4.



Таблица 4- Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Тип детектора					
	ФИД с водор. лампой	ФИД (А, К)	ЭЗД	ДТП	ППД	ЭХД
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, не более	$2 \cdot 10^{-13}$ А	$5 \cdot 10^{-14}$ А	$8 \cdot 10^{-13}$ А	2 мкВ	1,0 мВ	$2 \cdot 10^{-3}$ мг/м <sup>3</sup> (по формальдегиду)
Предел детектирования, не более	—	$1 \cdot 10^{-13}$ г/с ( по бензолу	$3 \cdot 10^{-13}$ г/с (по четырех- хлористому углероду)	$5 \cdot 10^{-9}$ г/с (по окиси углерода)	$4 \cdot 10^{-11}$ г/с (по бутану)	$4 \cdot 10^{-2}$ мг/м <sup>3</sup> (по формальдегиду)
Предел допускаемого значения относительного СКО выходного сигнала, % –времени удерживания –площади и высоты пика	3 12	3 12	3 12	3 12	3 12	3 12
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа, % –времени удерживания –площади и высоты пика	$\pm 3$ $\pm 15$	$\pm 3$ $\pm 15$	$\pm 4$ $\pm 15$	$\pm 4$ $\pm 15$	$\pm 3$ $\pm 15$	$\pm 3$ $\pm 15$

9.2.2 Проверку предела детектирования проводят на хроматографе с установленной аналитической колонкой (пункт 6), при условиях, указанных в пункте 6, с применением поверочных газовых смесей (ГСО-ПГС) в баллонах под давлением (табл.2), либо контрольных газовых смесей, приготовленных на основе ГСО (табл.2) по методике, изложенной в приложении А.

9.2.3 В соответствии с Руководством по эксплуатации собрать газовую схему для ввода контрольной газовой смеси в хроматограф, приведенную в приложении В на рисунке В1 (при использовании поверочных газовых смесей (ГСО-ПГС) в баллонах под давлением) или на рисунке В2 (при использовании контрольных смесей, приготовленных по методике, изложенной в приложении А, п.А.2).

Ввод пробы в хроматограф осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора, с использованием фторопластовой трубки диаметром 2-4 мм, длиной 20-40 см. Трубку закрепляют на штуцере хроматографа "Отбор" через силиконовый переходник длиной 2-3 см.

При использовании для поверки ГСО состава газовых смесей в баллонах второй конец фторопластовой трубки закрепляют на штуцере ротаметра в соответствии с рисунком В.1. Время прокачки пробы через кран-дозатор хроматографа должно быть не менее 10 секунд в установившемся режиме.

При использовании для поверки контрольных парогазовых смесей, приготовленных по методике, приведенной в приложении А, второй конец фторопластовой трубки вводят в камеру через пробоотборное отверстие на глубину не менее 15 см. Время прокачки пробы через кран-дозатор хроматографа должно быть не более 8 секунд.

9.2.4 Для определения предела детектирования с помощью крана-дозатора вводят

время удерживания пика.

Выполняют не менее пяти измерений. Находят средние значения площади пика контрольного компонента по формуле (1)

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^5 S_i}{5}, \quad (1)$$

где  $S_i$  – результат  $i$ -ого измерения площади пика определяемого компонента, для ДТП - мкВ·с; для ППД - мВ·с; для ФИД, ЭЗД - А·с; для ЭХД – (мг/м<sup>3</sup>)·с.

9.2.5 Вычисляют предел детектирования,  $C_{min}$ , по формуле:

а) для электрохимического детектора ЭХД (по формальдегиду в воздухе) и детектора по теплопроводности ДТП (по оксиду углерода), мг/м<sup>3</sup>:

$$C_{i,min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G_i}{\bar{S} \cdot V_{гн}} \cdot 10^9, \quad (2)$$

б) для фотоионизационного детектора ФИД (по бензолу), электрозахватного детектора ЭЗД (по четыреххлористому углероду) и для полупроводникового детектора ППД (по бутану), г/с:

$$C_{i,min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G_i}{\bar{S}}, \quad (3)$$

где  $G_i$  – масса введенного в хроматограф контрольного компонента, г;

$V_{гн}$  – скорость газа-носителя, см<sup>3</sup>/с.

$\Delta_x$  – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала.

При использовании ГСО газовых смесей массу введенного в хроматограф контрольного компонента  $G_i$ , г, определяют по формуле (4):

$$G_i = \frac{V_r \cdot M \cdot C_{i,ПГС} \cdot P}{R \cdot (t+273,15)} \cdot 10^{-3} = \frac{V_r \cdot C'_{i,ПГС} \cdot P \cdot T_0}{(t+273,15) \cdot P_0} \cdot 10^{-9}, \quad (4)$$

где  $R$  – газовая постоянная,  $R = 8,3 \cdot 10^6$  (Па·см<sup>3</sup>)/(моль·град);

$V_r$  – объем введенной в хроматограф газовой пробы, см<sup>3</sup>;

$M$  – молярная масса определяемого компонента, г/моль;

$C_{i,ПГС}$  – объемная доля контрольного компонента в ПГС (по паспорту), млн<sup>-1</sup>;

$C'_{i,ПГС}$  – массовая концентрация контрольного компонента в ПГС (по паспорту), мг/м<sup>3</sup>;

$P$  – давление газовой пробы (атмосферное), кПа;

$P_0$  – атмосферное давление (н.у.), кПа,  $P_0=101,3$  кПа;

$t$  – температура окружающей среды, °С.

$T_0$  – температура (н.у.),  $T_0=293,15$  К

При использовании контрольной газовой смеси, приготовленной из ГСО состава жидкого вещества, массу введенного в хроматограф контрольного компонента  $G_i$ , г, определяют по формуле (5):



$$G_i = \frac{V_r \cdot V_{ш} \cdot \rho_{i,жв} \cdot C_{i,жв}}{V_k} \cdot 10^{-9}, \quad (5)$$

где  $V_r$  - объем введенной в хроматограф газовой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_{ш}$  - объем введенного микрошприцем в камеру чистого вещества, мм<sup>3</sup>;

$\rho_{i,жв}$  - плотность чистого  $i$ -го жидкого вещества, г/см<sup>3</sup>;

$C_{i,жв}$  - молярная доля контрольного компонента в жидком веществе в соответствии с паспортом;

$V_k$  - вместимость камеры, м<sup>3</sup>.

Результаты проверки считают удовлетворительными, если полученные значения предела детектирования не превышают значений, указанных в таблице 4.

## 10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать п.6. Контрольную газовую смесь вводят в хроматограф не менее 5 раз, измеряют значения выходного сигнала (времени удерживания и площади пика), вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала ( $\bar{X}$ ).

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

Условия измерений аналогичны описанным в п.6. Проводят операции, по п.10.1. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.10.1.

## 11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика, времени удерживания) рассчитывают по формуле

$$S = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где  $X_i$  -  $i$ -ое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);  $n$  - число измерений,  $n=5$ .

11.2 Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

11.3 Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\delta_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (7)$$

где  $\bar{X}_i$  - среднее арифметическое значение выходного сигнала через 8 часов непрерывной работы.

11.4 Полученные значения относительного изменения выходного сигнала не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Если хроматограф удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки, его признают годным к применению, сведения о результатах поверки вносят в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

12.3 В соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку, оформляют и выдают свидетельство о поверке.

12.4 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, признают непригодными для эксплуатации, вносят сведения о результатах их поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, оформляют извещение о непригодности установленной формы с указанием причин непригодности, и выдают по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

Начальник отдела 205 ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Ведущий инженер ФГБУ "ВНИИМС"



Л.Е. Якутенко



Приложение А  
(обязательное)

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ ГАЗОВЫХ СМЕСЕЙ

А.1. Методика подготовки контрольных газовых смесей (ГСО-ПГС) с использованием ГСО состава газовых смесей в баллонах под давлением.

### А.1.1. Ввод ПГС в хроматограф.

Ввод пробы в хроматограф осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора, с использованием фторопластовой трубки диаметром 2-4 мм, длиной 20-40 см. Трубку закрепляют на штуцере хроматографа "Отбор" через силиконовый переходник длиной 2-3 см. Второй конец фторопластовой трубки закрепляют на штуцере ротаметра в соответствии с рисунком В.1.

Время прокачки пробы через кран-дозатор хроматографа должно быть не менее 10 секунд в установившемся режиме.

А.2. Методика подготовки парогазовых смесей (ПГС) с использованием камеры для приготовления парогазовой смеси

Настоящая методика устанавливает процедуру подготовки поверочных парогазовых смесей (ПГС) в камере объемом от 3 дм<sup>3</sup> до 200 дм<sup>3</sup>.

А.2.1. Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам.

- Калиброванная камера для приготовления парогазовой смеси (ПГС), выполненная из нержавеющей стали, стекла или полимерных материалов (ПММА, ПЭТФ и пр.) вместимостью от 3 до 200 дм<sup>3</sup>.

Камера должна иметь возможность ввода жидких и газообразных веществ шприцем через отверстие в ней, испаритель для испарения введенных жидких веществ, средства перемешивания, воздухоподогреватель и систему фильтрации вводимого воздуха, систему очистки камеры от используемой ПГС, датчик контроля степени испарения и перемешивания введенного вещества (например, фотоионизационный детектор или газоанализатор ФГ-2 (рег. № 20707-06), термометр.

Границы относительной погрешности измерений вместимости камеры не должны превышать  $\pm 2\%$ .

Перед вводом камеры в эксплуатацию внутреннюю поверхность камеры промывают этиловым спиртом и высушивают в течение 3 часов в открытом состоянии. Затем камеру продувают чистым воздухом. Операцию проводят однократно или по необходимости при сильном загрязнении камеры.

- Микрошприц МШ-1М по ТУ 6-200 5Е2.833.105, вместимостью 1 мкл, пределы допускаемой систематической составляющей погрешности,  $\pm 6\%$ , СКО случайной составляющей погрешности, не более 2%.

- Шприцы медицинские стеклянные 1-2-10:100-А, 5-2-10:100-А, 10-2-10:100-А, 50-2-10:100-А по ГОСТ 22967-9.

- Вещества в соответствии с таблицей 2, по которым подготавливают ПГС.

### А.2.2. Подготовка реактивов

Все реактивы выдерживают в течение 1 часа при комнатной температуре.

### А.2.3. Подготовка ПГС.

Для создания в камере заданного значения массовой концентрации измеряемого вещества  $C_i$ :

- продувают камеру с помощью воздухоподогревателя чистым воздухом;
- проводят измерение фонового состава воздуха в камере; измеренные концентрации веществ, по которым готовится ПГС, должны удовлетворять требованиям используемых методик выполнения измерений на хроматографе;
- с помощью шприца отбирают и вводят в камеру требуемый объем исходного вещества



(или смеси),  $V_i$ , мкл и герметично закрывают отверстие ввода;

- в течение 15-20 секунд перемешивают ПГС;

Массовую концентрацию  $C_i$ -ого вещества в подготовленной ПГС, мг/м<sup>3</sup>, приведённую к стандартным условиям  $T=20$  °С и  $P=101,3$  кПа, определяют по формуле

$$C_i = \frac{1000 \cdot m_{k,i}}{V_k} \cdot \frac{(273+T) \cdot 101,3}{P_t \cdot 293}, \quad (1)$$

где  $m_{k,i}$  – масса  $i$ -ого вещества, введенного в камеру, мг,

$T$  – температура воздуха в камере во время проведения измерений, °С,

$V_k$  – вместимость камеры, дм<sup>3</sup>,

$P_t$  – давление окружающего воздуха во время проведения измерений, кПа.

где  $m_i$  – масса  $i$ -ого вещества, мг, введенного в камеру,

Массу  $m_{k,i}$   $i$ -ого вещества, мг, введенного в камеру, определяют по формуле

$$m_{k,i} = V_{k,i,g} \cdot \frac{M_i \cdot 273 \cdot P_t}{22,4 \cdot 101,3 \cdot (273+T)} \cdot C_{d,i}, \text{ при вводе газовых смесей}, \quad (2)$$

$$m_{k,i} = V_{k,i,l} \cdot \rho_i \cdot C_{w,i}, \text{ при вводе жидкого вещества}, \quad (3)$$

Где:

$V_{k,i,g}$  – объем введенной в камеру газовой смеси, см<sup>3</sup>,

$V_{k,i,l}$  – объем введенного в камеру жидкого вещества, мм<sup>3</sup>,

$M_i$  – молярная масса  $i$ -го вещества, г/моль, (по справочнику),

$P_t$  – давление окружающего воздуха во время проведения измерений, кПа,

$T$  – температура окружающего воздуха во время проведения измерений, °С,

$C_{d,i}$  – молярная доля  $i$ -го вещества в ПГС, %.,

$\rho_i$  – плотность чистого  $i$ -го вещества, г/см<sup>3</sup>,

$C_{w,i}$  – массовая доля исследуемого компонента в  $i$ -м веществе (или растворе), %.

Границы относительной погрешности ( $P=0,95$ ) аттестованного значения массовой концентрации определяемых веществ в смеси,  $\delta C_i$ , %, оценивают по формуле

$$\delta C_i = \pm 110 \sqrt{(\delta m_{k,i})^2 + (\delta V_k)^2 + \left(\frac{\Delta T}{273+T}\right)^2 + (\delta P_t)^2}, \quad (4)$$

где  $\delta m_{k,i}$  – относительная погрешность массы  $i$ -ого вещества, введенного в камеру, %,

$\delta V_k$  – относительная погрешность вместимости камеры, %,

$\Delta T$  – оценка абсолютной погрешности измерения температуры окружающего воздуха во время проведения измерений, °С,

$T$  – температура окружающего воздуха во время проведения измерений, °С,

$\delta P_t$  – относительная погрешность измерения давления окружающего воздуха во время проведения измерений, %.

#### А.2.4. Ввод ПГС в хроматограф.

Ввод пробы в хроматограф осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации и описанием программного обеспечения прибора. Для чего используют фторопластовую трубку диаметром 2-4 мм, длиной 20-40 см, закрепленную на штуцере хроматографа "Отбор" через силиконовый переходник длиной 2-3 см. Второй конец фторопластовой трубки вводят в камеру через пробоотборное отверстие на глубину не менее 15 см.

Время прокачки пробы через кран-дозатор хроматографа должно быть в пределах 4-8 секунд.



Приложение Б  
(обязательное)

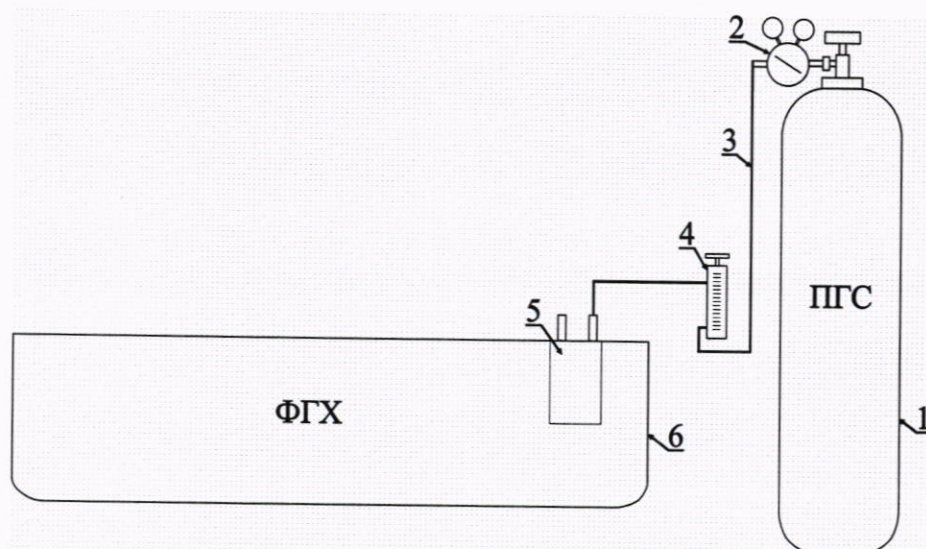


Рисунок В1. Газовая схема при использовании баллона с ПГС.

- 1 – баллон с ПГС;
- 2 – регулятор давления (расхода);
- 3 – газовая линия (нержавеющая или фторопластовая трубка);
- 4 – ротаметр с регулятором расхода газа;
- 5 – кран-дозатор хроматографа;
- 6 – хроматограф ФГХ.

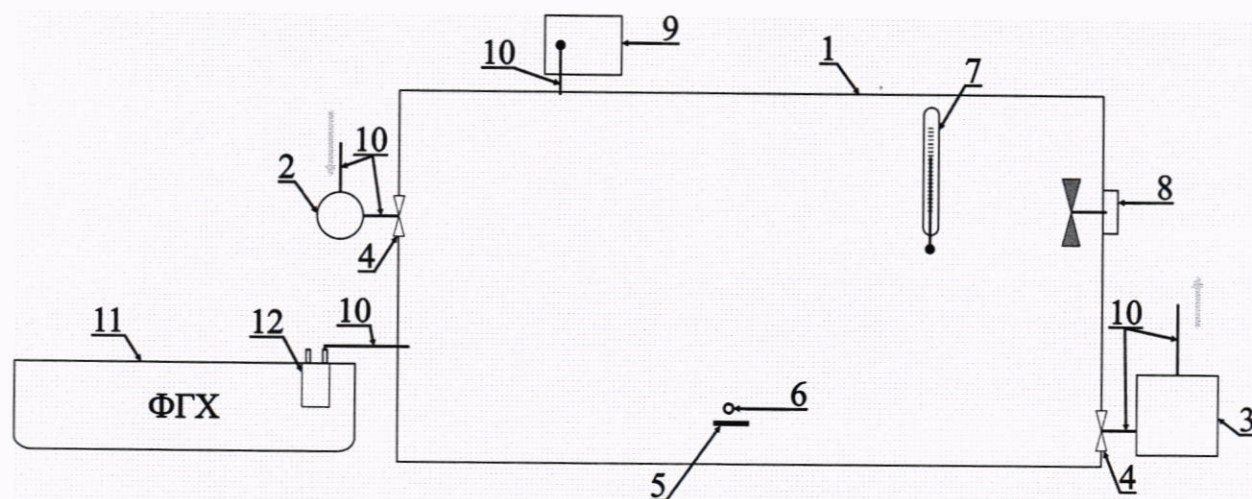


Рисунок В2. Схема камеры для подготовки ПГС.

- 1 – камера для подготовки ПГС;
- 2 – фильтр;
- 3 – газовый насос;
- 4 – клапан;
- 5 – испаритель;
- 6 – ввод компонентов смеси;
- 7 – термометр;
- 8 – вентилятор;
- 9 – газоанализатор;
- 10 – газовая линия;
- 11 – хроматограф ФГХ;
- 12 – кран-дозатор хроматографа.