

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

СОГЛАСОВАНО

Главный метролог

ФБУ «Нижегородский ЦСМ»

Т.Б.Змачинская

« 26 » ноября 2021 г.



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ  
ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Комплекс хроматографический газовый  
"Хромос ГХ-1000 "

Методика поверки  
ХАС 1.550.001 МП

## ОГЛАВЛЕНИЕ

1 Общие положения .....	4
2 Перечень операций поверки средства измерений .....	4
3 Требования к условиям проведения поверки .....	5
4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	5
5 Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	5
6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки .....	9
7 Внешний осмотр .....	9
8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений .....	9
9 Проверка программного обеспечения средства измерений .....	10
10 Определение метрологических характеристик средства измерений .....	11
11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям .....	25
12 Оформление результатов поверки .....	28
ПРИЛОЖЕНИЕ А .....	29
ПРИЛОЖЕНИЕ Б .....	30
Б.1 Общие положения .....	30
Б.2 Перечень операций поверки, средства измерения .....	30
Б.3 Требования к условиям проведения поверки .....	31
Б.4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	31
Б.5 Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	31
Б.6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки .....	32
Б.7 Внешний осмотр средства измерений .....	32
Б.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений .....	32
Б.9 Проверка программного обеспечения .....	33
Б.10 Определение метрологических характеристик средства измерений .....	34
Б.11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям .....	36
Б.11.3 Контроль метрологических характеристик по СТО 03-7.76-2016 .....	37
Б.12 Оформление результатов поверки .....	38
ПРИЛОЖЕНИЕ В .....	40
В.1 Общие положения .....	40
В.2 Перечень операций поверки, средства измерения .....	40
В.3 Требования к условиям проведения поверки .....	41
В.4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	41
В.5 Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	41
В.6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки .....	42
В.7 Внешний осмотр средства измерений .....	42

<b>В.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений .....</b>	<b>42</b>
<b>В.9 Проверка программного обеспечения .....</b>	<b>43</b>
<b>В.10 Определение метрологических характеристик средства измерений.....</b>	<b>43</b>
<b>В.11 Подтверждение метрологических характеристик средства измерения.....</b>	<b>45</b>
<b>В.12 Оформление результатов поверки .....</b>	<b>45</b>
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Г .....</b>	<b>46</b>
<b>Г.1 Процедура приготовления растворов .....</b>	<b>46</b>
<b>Г.2 Хранение контрольных растворов .....</b>	<b>47</b>

## **1 Общие положения**

Настоящая методика распространяется на комплексы хроматографические газовые «Хромос ГХ-1000» (далее - комплексы), изготавливаемых ООО «ХРОМОС Инжиниринг» и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Комплекс является индивидуально градуируемым измерительным средством (системой). На комплекс распространяется действие ГОСТ 26703-93 «Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний.» Комплексы предназначены для качественного и количественного анализа органических и неорганических газообразных, жидких и некоторых твердых проб различных объектов природного и промышленного происхождения.

Интервал между поверками – один год.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемых комплексов хроматографических к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем реализации методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа и средств измерений, применяемых в качестве эталона, прослеживаемых к государственным первичным эталонам гэтЗ-2020 «ГПЭ единицы массы (килограмма)»; гэт176-2019 «ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148 об утверждении «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенное измерение поверяемым средством величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Способ получения и оформления результатов, обеспечивают реализуемость и возможность ее применения для поверки комплексов хроматографических газовых «Хромос ГХ-1000» в соответствии с требованиями порядка проведения поверки средств измерений, предусмотренного частью 5 статьи 13 Федерального закона № 102-ФЗ.

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

- для комплекса, имеющего несколько детекторов, допускается проводить периодическую поверку с теми детекторами (детектором), с которыми эксплуатируется хроматограф;
- при эксплуатации комплекса с испарителем, допускается проводить его периодическую поверку только при дозировании в испаритель;
- при эксплуатации комплекса с краном-дозатором, допускается проводить его периодическую поверку только с использованием поверочных газовых смесей (ПГС).

## **2 Перечень операций поверки средства измерений**

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	7	Да	Да	Да
2 Опробование	8.2	Да	Да	Да
2.1 Проверка прочности электрической изоляции	8.2.1	Да	Да*	Нет
2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции	8.2.2	Да	Да*	Нет
2.3 Проверка качества заземления	8.2.3	Да	Да*	Нет
2.4 Определение уровня шумов	10.1.1	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
2.5 Определение уровня дрейфа	10.1.2	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
2.6 Определение предела детектирования	10.1.3	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
2.7 Определение предела детектирования и соотношения сигнал/шум для масс-селективного детектора	10.1.4	Да	Да	Да
3 Определение метрологических характеристик:	10.3	Да	Да	Да
3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	10.3.1	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
3.2 Определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений	10.3.2	Да <sup>3)</sup>	Нет	Да <sup>2)</sup>
4. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	11	Да	Да	Да
<p><sup>1)</sup>- 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><sup>2)</sup>- при наличии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке</p> <p><sup>3)</sup>- для специальных анализов</p> <p>*- если производился ремонт электрических цепей</p>				

\*\* - В случае использования комплекса для специальных анализов поверка проводится в соответствии с приложениями, перечень которых приведен в Приложении А.

### 3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды  $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ ;
- 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  $\pm 5$  кПа ( $\pm 3,75$  мм рт.ст.);
- напряжение переменного тока  $(230 \pm 23) \text{ В}$ ;
- частота переменного тока  $(50 \pm 0,2) \text{ Гц}$ ;
- механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работу комплекса, должны отсутствовать.

### 4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению поверки допускаются поверители из числа сотрудников организаций, аккредитованных на право проведения поверки в соответствии с действующим законодательством РФ, изучивших настоящую методику поверки, руководство по эксплуатации на прибор и имеющих стаж работы по данному виду измерений не менее 1 года.

### 5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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
8.2.1	Прибор для испытания электрической прочности УПУ-10, ПГ-4%, (0-10) кВ.
8.2.2	Мегомметр М4100/4 по ТУ 24-04-2130-78, к.т.1, $(5 \cdot 3 \cdot 10^6)$ кОм,
8.2.3	Мультиметр цифровой АРРА-105N, пределы измерений переменного напряжения (4-400) В, погрешность $\pm(0,005 \cdot X + 5\text{к})$ , предел измерения переменного тока (40 мА- 10 А), погрешность $\pm(0,02 \cdot X + 5\text{к})$ .
	Измеритель комбинированный Testo 176-P1, Диапазон измерения абсолютного давления 600 до 1100 мбар, погрешность $\pm 3$ мбар, диапазон измерения температур от $(-20^\circ\text{C})$ до $(+70^\circ\text{C})$ , абс. погрешность $\pm 0,2^\circ\text{C}$ , диапазон измерения влажности от 5 до 95%, абс.погрешность $\pm 2\% \pm 3\%$ .
	Секундомер «Интеграл С-01» суточный ход в режиме «часы» $\pm 1,0$ с/сутки.
	Весы лабораторные электронные ME 235 S, погрешность $\pm (0,00002-0,00024)$ г,
	Микрошприцы типа МШ-10М, рег.№ в Фиф 8235-81, вместимость $10 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$ .
	Шприц Hamilton серия 1000, рег.№ 63779-16, относительная погрешность $\pm 1\%$ .
	Шприц Hamilton серия 7000, рег.№ 63779-16, относительная погрешность $\pm 8\%$ .

	Шприц Hamilton серия 700, рег.№ 63779-16, относительная погрешность $\pm 5\%$ .
	Термометр лабораторный электронный ЛТ-300, диапазон температур от $-50^{\circ}\text{C}$ до $+300^{\circ}\text{C}$ , цена деления $0,1^{\circ}\text{C}$ , абс. погрешность $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$ , рег.№ в ФИФ – 61806-15.
	Колбы мерные, класс точности 2, вместимостью 10,25,100,250,500 $\text{cm}^3$ , ГОСТ 1770-74.
	Пипетки, класс точности 2, вместимостью от 0,1 до 1 $\text{cm}^3$ , ГОСТ 29227-91.
10	Колонка стальная, длина от 1 до 2 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.
10	Колонка стальная, длина от 1 до 2 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,4 мм или аналог.
10	Колонка стальная, длина от 1 до 4 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм или аналог.
10	Колонка стеклянная, длина от 1 до 2 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5% силикона SE-30.
10	Колонка капиллярная длина от 5 до 105 м, диаметр от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналог.
10	Колонка капиллярная длина от 10 до 100 м, диаметр от 0,25 до 0,53 мм, толщина пленки до 0,5 мкм, типа VB-1, VB-5, WAX или аналог.
10	Колонка капиллярная HP-5 (5% фенилметилсиликон) длина 30 м, диаметр 0,32 мм, толщиной пленки до 0,25 мкм или аналог.
10	Колонка капиллярная Rtx-1 длина 100 м, диаметр 0,53 мм или аналог.
10	Колонка капиллярная Molsieve 5A PLOT длина от 30 до 60 м, диаметр 0,53 мм.
10	Колонка капиллярная GS-GasPro длина 60 м, диаметр 0,32 мм или аналог.
10	Колонка капиллярная Alumina KCl (или $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) длина от 30 до 60 м, диаметр 0,53 мм или аналог
10	Азот газообразный особой чистоты сорт первый, ГОСТ 9293-74, объемная доля основного вещества 99,999%.
10	Аргон газообразный высшего сорта, ГОСТ 10157-2016, объемная доля основного вещества 99,993%
10	Аргон газообразный высокой чистоты 5.5, ТУ 2114-006-45905715-2010, объемная доля основного вещества 99,9995 %.
10	Аргон газообразный высокой чистоты 5,6 5,8, 6,0, ТУ 2114-005-53373468-2006, объемная доля основного вещества от 99,9996 до 99,9999%.
10	Гелий газообразный, марка А, ТУ0271-135-31323949-2005, объемная доля основного вещества 99,995%.

10	Гелий высокой чистоты марка 5.5, ТУ 0271-001-45905715-02 с изм1, объемная доля основного вещества 99,9995%.
10	Гелий высокой чистоты марка 6.0, ТУ 0271-001-45905715-02 с изм1, объемная доля основного вещества 99,9999%.
10	Водород технический, марка А, ГОСТ 3022-80, объемная доля основного вещества не менее 99,99%,.
10	Воздух сжатый, по ГОСТ 17433-80.
10	СО состава газовой смеси пропан в гелии, объемная доля пропана от 0,1 % до 0,5 %, ГСО 10655-2015.
10	СО состава газовой смеси пропан в азоте, объемная доля пропана от 0,1 % до 0,5 %, ГСО 10651-2015.
10	СО состава газовой смеси: водород в азоте, молярная доля водорода от 0,6 % до 1,0 %, ГСО 10532-2014.
10	СО состава искусственной газовой смеси: азот в гелии, молярная доля азота от 0,3 % до 1,0 %, ГСО 10532-2014
10	СО состава сероводород в азоте, молярная доля сероводорода от $5,9 \cdot 10^{-4}$ % до $3,3 \cdot 10^{-3}$ %, ГСО 10538-2014.
10	СО состава сероводород в метане, молярная доля сероводорода от $2,6 \cdot 10^{-4}$ % до $3,3 \cdot 10^{-3}$ %, ГСО 10538-2014.
10	СО состава кислород, водород в аргоне (азоте, гелии), молярная доля кислорода от 0,01 % до 0,03 %, молярная доля водорода от 0,01 % до 0,03 % ГСО 10611-2015.
10	Стандартный образец состава искусственной смеси азот, водород, кислород, метан – аргон, ГСО 10532-2014 Молярная доля азота от 5 до 15млн. <sup>-1</sup> . Молярная доля водорода от 5 до 15млн. <sup>-1</sup> . Молярная доля кислорода от 5 до 15млн. <sup>-1</sup> . Молярная доля метана от 5 до 15млн. <sup>-1</sup> .
10	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси дихлорметан, хлороформ, дихлорэтан, четыреххлористый углерод, трихлорэтилен, тетрахлорэтилен в азоте, ГСО 10550-2014 Молярная доля дихлорметана от $7,8 \cdot 10^{-6}$ % до $7,8 \cdot 10^{-4}$ %. Молярная доля хлороформа от $5,6 \cdot 10^{-6}$ % до $5,6 \cdot 10^{-4}$ %. Молярная доля дихлорэтана от $6,8 \cdot 10^{-6}$ % до $6,8 \cdot 10^{-4}$ %. Молярная доля четыреххлористого углерода от $4,4 \cdot 10^{-6}$ % до $4,4 \cdot 10^{-4}$ %. Молярная доля трихлорэтилена от $5,1 \cdot 10^{-6}$ % до $5,1 \cdot 10^{-1}$ %. Молярная доля тетрахлорэтилена от $4,1 \cdot 10^{-6}$ % до $4,1 \cdot 10^{-4}$ %.
10	Гептан эталонный, массовая доля основного вещества не менее 99 %, ГОСТ 25828-83.
10	Линдан, массовая доля основного вещества не менее 98,7 % , ГСО 8890-2007.
10	Метафос (паратион-метил) в гексане, массовая концентрация метафоса



	от 90 до 120 мг/дм <sup>3</sup> , ГСО 11056-2018.
10	Метафос (паратион-метил) в изооктане, массовая концентрация метафоса от 90 до 120 мг/дм <sup>3</sup> , ГСО 11057-2018.
10	Гексан х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,00 %, ТУ 6-09-4521-84.
10	Октан х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,8 %, ТУ 6-09-661-76.
10	Нонан ч., массовая доля основного вещества не менее 99,0%, ТУ 6-09-3731-74.
10	Бензол х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,4 %, ГСО 7141-95.
10	Гексахлорбензол, массовая доля основного вещества не менее 99,6%, ГСО 9106-2008.
10	Изооктан, массовая доля основного вещества не менее 99,9%, ТУ 6-09-921-76.

Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены, 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 В настоящей МП).

#### **6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки**

Все работы, относящиеся к поверке комплекса, 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».

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).

При эксплуатации комплекс должен быть заземлен.

К поверке допускаются лица:

- имеющие квалификационную группу по технике безопасности не ниже III согласно «Правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей»;
- изучивших руководство по эксплуатации и правила пользования средствами поверки.

Поверитель должен пройти инструктаж по технике безопасности и противопожарной безопасности, в том числе на рабочем месте.

#### **7 Внешний осмотр**

При внешнем осмотре устанавливаются следующее:

- соответствие комплектности комплекса и номеров блоков данным эксплуатационной документации;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

## 8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовка комплекса в соответствии с НД;
- приготовление контрольных растворов (инструкция по приготовлению контрольных растворов приведена в приложении В).

8.2. Опробование осуществляют в соответствии с требованиями НД на комплекс.

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

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

Испытательное напряжение прикладывается между соединенными вместе контактами сетевой вилки 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.

Комплекс считать выдержавшим испытания, если отсутствует пробой или поверхностный разряд.

8.2.2. Измерение сопротивления изоляции следует проводить мегомметром М4100/4 при испытательном напряжении 500В.

Сопротивление изоляции комплекса 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.

8.2.3. Проверку качества заземления комплекса 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.

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

Время выхода на рабочий режим для всех детекторов составляет не более 2 часов.

## 9 Проверка программного обеспечения средства измерений

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 представлены в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Наименование программного обеспечения	Хромос
Идентификационное наименование программного обеспечения	CalcModule.dll

Продолжение таблицы 3

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 комплекса, отсутствует сообщение о неисправности и появляются идентификационные данные программного обеспечения.

### 10 Определение метрологических характеристик средства измерений

Условия проведения поверки детекторов комплекса приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Условия проведения поверки

Детектор	Наименование параметров режима	Значение параметра	Применяемая колонка	
ПИД, ПИД повышенной чувствительности	Температура термостатов, °С:		Для насадочного испарителя: стальная, длина от 1 до 2 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение от 0,16 до 0,20 мм), пропитанный 5% силикона SE-30.	
	-колонок	80±20		
	-испарителя	180±10		
	-крана-дозатора	80±10		
	-детектора	180±10		
	Тип газа-носителя	Гелий (азот, аргон)		Для капиллярного испарителя: капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.
	Расходы, см <sup>3</sup> /мин:			
	-газ-носитель (насадочная колонка)	20±10		Для крана-дозатора: стальная, длина от 1 до 2 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,4 мм, капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5, Alumina или аналогичная.
	-газ-носитель (капиллярная колонка)	Оптимальный для применяемой колонки		
	-водород	25±5		
-воздух	250±50			
-газ поддува	25±5			

Продолжение таблицы 4

<p>ПФД-S по сере в метафосе</p>	<p>Температура термостатов, °С:          -колонок          -испарителя          -детектора</p> <p>Тип газа-носителя</p> <p>Расходы, см<sup>3</sup>/мин:          -газ-носитель (насадочная колонка)          -газ-носитель (капиллярная колонка)</p> <p>-водород          -воздух          -поддув (азот, аргон)</p>	<p>200±20          250±20          150±10</p> <p>Гелий (азот, аргон)</p> <p>30±5</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки</p> <p>140±10          90±10          90±10</p>	<p>Стеклянная разноплечая, 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.</p> <p>Капиллярная колонка с неполярной фазой, длиной не более 30м и толщиной НЖФ не более 1 мкм, например, VB-1 30 м x 0,53 мм x 0,5 мкм.</p>
<p>ПФД-S по сероводороду</p>	<p>Температура термостатов, °С:          -колонок          -кран-дозатор          -испаритель          -детектора</p> <p>Тип газа-носителя</p> <p>Расходы, см<sup>3</sup>/мин:          -газ-носитель (капиллярная колонка)</p> <p>-водород          -воздух          -поддув (азот, аргон), при необходимости</p>	<p>50±20          80±10          80±10          140±10</p> <p>Гелий (азот, аргон)</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки</p> <p>110±40          70±30          90±10</p>	<p>Капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа VB-1, VB-5, GasPro или аналогичная.</p>
<p>ЭЗД</p>	<p>Температура термостатов, °С:          -колонок          -испарителя          -детектора</p>	<p>200±20          250±20          250±50</p>	<p>Для насадочного 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</p>

Продолжение таблицы 4

	<p>Тип газа-носителя</p> <p>Расходы, см<sup>3</sup>/мин:</p> <p>-газ-носитель (насадочная колонка)</p> <p>-газ-носитель (капиллярная колонка)</p> <p>-газ поддува</p>	<p>Азот (ОСЧ)</p> <p>30±5</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки</p> <p>30±2</p>	<p>фракция от 0,16 до 0,20 мм (или инертон).</p> <p>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</p> <p>-испарителя</p> <p>-детектора</p> <p>Тип газа-носителя</p> <p>-газ-носитель (насадочная колонка)</p> <p>(капиллярная колонка)</p> <p>-газ поддува</p>	<p>60±20</p> <p>180±20</p> <p>180±20</p> <p>Азот (гелий)</p> <p>20±5</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки</p> <p>10±5</p>	<p>Для насадочного испарителя: стальная, длина от 1 до 2 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5% силикона SE-30.</p> <p>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</p> <p>-испарителя</p> <p>-детектора</p> <p>Тип газа-носителя</p> <p>Расходы, см<sup>3</sup>/мин:</p> <p>-газ-носитель (насадочная колонка)</p> <p>-газ-носитель (капиллярная колонка)</p> <p>-водород</p> <p>-воздух</p> <p>-газ поддува</p>	<p>190±20</p> <p>230±20</p> <p>330±5</p> <p>Азот (гелий)</p> <p>25±5</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки</p> <p>13±2</p> <p>150±20</p> <p>20±5</p>	<p>Для насадочного испарителя: стеклянная, длина от 1 до 2 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5% силикона SE-30.</p> <p>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>

Продолжение таблицы 4

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

Продолжение таблицы 4

ДТП проточный, повышенной чувствительности по водороду	Температура термостатов, °С: - колонок 60±20 -испарителя 150±10 -крана-дозатора 80±10 -детектора 150±20 Тип газа-носителя Аргон Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель 15±5 -сравнительный газ 15±5 Напряжение моста, В 3-4		Стальная, длина от 2 до 4 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм или аналог.
ДТП полудиффузионный	Температура термостатов, °С: -колонок 60±20 -крана-дозатора 80±10 -детектора 150±20 Тип газа-носителя Аргон Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель 10±3 -сравнительный газ 10±3 Напряжение моста, В 3		Стальная, длина от 2 до 4 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм или аналог.
ДТП микрообъемный по пропану, азоту, гептану	Температура термостатов, °С: -колонок 60±20 -испарителя 150±10 -крана-дозатора 80±10 -детектора 150±20 Тип газа-носителя Гелий Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель 8±2 -сравнительный газ 8±2 Напряжение моста, В 3 - 4		Для испарителя: капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная. Для крана-дозатора по пропану: капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5, Alumina или аналогичная. Для крана-дозатора по азоту: капиллярная колонка Molsieve 5A PLOT длина от 30 до 60 м, диаметр 0.53 мм. Допускается использование микронасадочных колонок.
ДТП микрообъемный по водороду	Температура термостатов, °С: -колонок 60±20 -испарителя 150±10 -крана-дозатора 80±10		Для крана-дозатора: капиллярная колонка Molsieve 5A PLOT длина от 30 до 60 м, диаметр 0.53 мм. Допускается использование микронасадочных колонок.

Продолжение таблицы 4

	-детектора Тип газа-носителя Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель -сравнительный газ Напряжение моста, В	150±20 Аргон 8±2 8±2 1-2	
ДТП микрообъемный «Valco»	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель - сравнительный газ Напряжение моста, В	80±20 150±10 80±10 150±20 Гелий 8±2 8±2 2,5	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.
Термохимический детектор ТХД	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расход, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель -газ поддува Напряжение моста, В	50±15 60±10 60± 10 Аргон (гелий, азот) 15±5 от 3 до 10 2±0,2	Стальная, длина от 1 до 2 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм.
Детектор ПРД	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель -газ разряда	80±20 80±10 120±5 Гелий5.5 (гелий 6.0) 6±1 30±3	Капиллярная колонка Molsieve-5A PLOT длиной от 30 до 60 м, диаметром 0,53 мм или аналогичная.



Продолжение таблицы 4

	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расходы, см<sup>3</sup>/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 от 45 до 50</p>	<p>Колонка стальная, длина от 1 до 3 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p>
Детектор ХЛД-S	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расход, см<sup>3</sup>/мин: -газ-носитель (азот)</p>	<p>50±15 100±20 200 ±20</p> <p>Азот</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки</p>	<p>Капиллярная колонка длиной от 5 до 105 метров, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа VB-1, VB-5, GS-GasPro или аналогичная.</p>
Детектор ППФД	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расход, см<sup>3</sup>/мин: -газ-носитель</p>	<p>50±15 100±20 230±40</p> <p>Азот (гелий, аргон)</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки, но не более 5 см<sup>3</sup>/мин</p>	<p>Капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа VB-1, VB-5, GS-GasPro или аналогичная.</p>
Детектор ПЭД	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора</p> <p>Тип газа-носителя</p>	<p>45±15 45±15</p> <p>Аргон 6,0 (Гелий 6,0)</p>	<p>Стальная, длина 2 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p> <p>Капиллярная колонка Molsieve-5A PLOT длиной от 30 до 60 м, диаметром 0,53 мм или аналогичная.</p>

Продолжение таблицы 4

	Расход, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель -газ поддува	20±5 30	
Детектор МСД	Температура: термостатов, °С: -испарителя -интерфейса -источника ионов, °С -квадруполя, °С -режим программирования температуры термостата колонок: 90 °С, мин Конечная температура 230 °С, мин - скорость нагрева, °С/мин Тип газа-носителя Расход, см <sup>3</sup> /мин: газа-носителя	300 250 230 150  3 0 10 Гелий 1,0	Капиллярная колонка (5% фенилметилсиликон) длина 30 м, диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм.
ГСД* по ЛХУ	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -основания детектора Тип газа-носителя Расход, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель	60±20 80±30 220±50 Азот (гелий) Оптимальный относительно применяемой колонок	Капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа VB-1, VB-5, VB-WAX или аналогичная.
ГСД* по линдану	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -основания детектора Тип газа-носителя	200±20 250±30 220±20 Азот (гелий)	

Продолжение таблицы 4

	Расход, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель	Оптимальный относительно применяемой колонки	
* – режим работы ГСД (температура и расходы вспомогательных газов) в соответствии с рекомендациями производителя ГСД.			

Примечание: для детекторов ПИД, ПФД-S, ППФД, тип газа-носителя –любой.

10.1 Определение дополнительных метрологических характеристик

10.1.1 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 (без размеченных пиков) и обрабатывается в окне «Поверка» ПО «Хромос».

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала  $\Delta'x$  для детекторов ПИД, ЭЗД, ТИД, ФИД, ПФД-S, ППФД, ХЛД-S, ГСД в амперах (А) определяют ПО «Хромос» по формуле (1)

$$\Delta'x = \Delta x \cdot K_{пр}, \quad (1)$$

где

$\Delta x$  – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала, мВ, с полупериодом (длительностью импульса), не превышающее 10 с, рассчитанное ПО «Хромос»;

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

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

ДТП  $K_{пр} = 10^{-5} \text{ В/мВ};$

ПРД, ПЭД, ТХД  $K_{пр} = 10^{-3} \text{ В/мВ};$

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

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

Значение дрейфа нулевого сигнала  $\Delta'y$  детекторов ПИД, ЭЗД, ТИД, ПФД-S, ФИД, ППФД, ХЛД-S, ГСД в амперах в час (А/ч) определяется по формуле (2)

$$\Delta'y = \Delta y \cdot K_{пр}, \quad (2)$$

где

$\Delta y$  - смещение уровня нулевого сигнала детектора, мВ/ч, зарегистрированное ПО «Хромос»;

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

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

ДТП  $K_{пр} = 10^{-5}$  В/мВ;

ПРД, ПЭД, ТХД  $K_{пр} = 10^{-3}$  В/мВ;

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

10.1.3. Для определения предела детектирования вводят в комплекс, соответствующий проверяемому детектору, контрольный образец (таблица 5).

Раствор объемом от 0,0001 до 0,002 см<sup>3</sup> вводят с помощью микрошприца, газовую смесь от 0,1 до 2 см<sup>3</sup> - газовым краном-дозатором или газоплотным шприцем.

Режимы поверки и газ-носитель — в соответствии с таблицей 4.

Таблица 5 - Контрольные образцы

Детекторы	Контрольная смесь	Концентрация, насадочный вариант	Объем пробы	Концентрация, капиллярный вариант	Объем пробы
ПИД, ПИД повышен- ной чувстви- тельности	Гептан в нонане	от $2,5 \cdot 10^{-3}$ до $3,0 \cdot 10^{-3}$ г/см <sup>3</sup>	от 0,001 до 0,002 см <sup>3</sup>	от $2,5 \cdot 10^{-3}$ до $3,0 \cdot 10^{-3}$ г/см <sup>3</sup>	от 0,0001 до 0,001 см <sup>3</sup>
	Пропан в гелии	от 0,1 % до 0,5 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	от 0,1 % до 0,5 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>
ДТП проточный	Гептан в нонане	от $2,5 \cdot 10^{-3}$ до $3,0 \cdot 10^{-3}$ г/см <sup>3</sup>	от 0,001 до 0,002 см <sup>3</sup>	-	-
	Водород в азоте	от 0,6 % до 1,0 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
	Пропан в гелии	от 0,1 % до 0,5 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
	Азот в гелии	от 0,3 % до 1,0 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
ДТП проточный повышен- ной чувстви- тельности	Пропан в гелии	от 0,1 % до 0,5 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
	Водород в азоте	от 0,6 % до 1,0 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
	Азот в гелии	от 0,3 % до 1,0 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
	Гептан в нонане	от $2,5 \cdot 10^{-3}$ до $3,0 \cdot 10^{-3}$ г/см <sup>3</sup>	от 0,001 до 0,002 см <sup>3</sup>	-	-

Продолжение таблицы 5

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

Продолжение таблицы 5

ППФД	Сероводород в метане (азоте, гелии)	-	-	от $2,6 \cdot 10^{-4} \%$ до $3,3 \cdot 10^{-3} \%$	от 1 до $0,25 \text{ см}^3$
ПЭД	Азот в аргоне	от 5 до $15 \text{ млн}^{-1}$	$1 \text{ см}^3$	-	-
	Водород в аргоне	от 5 до $15 \text{ млн}^{-1}$	$1 \text{ см}^3$	-	-
	Кислород в аргоне	от 5 до $15 \text{ млн}^{-1}$	$1 \text{ см}^3$	-	-
	Метан в аргоне	от 5 до $15 \text{ млн}^{-1}$	$1 \text{ см}^3$	-	-
МСД	Гексахлорбензол в изооктане	-	-	$0,01 \text{ мкг/см}^3$	$0,001 \text{ см}^3$
ГСД	Линдан в гексане	-	-	$0,01 \text{ мг/см}^3$	$0,001 \text{ см}^3$
	Дихлорметан в азоте	-	-	от $7,8 \cdot 10^{-6} \%$ до $7,8 \cdot 10^{-4} \%$	от 0,01 до $2 \text{ см}^3$
	Хлороформ в азоте	-	-	от $5,6 \cdot 10^{-6} \%$ до $5,6 \cdot 10^{-4} \%$	от 0,01 до $2 \text{ см}^3$
	Дихлорэтан в азоте	-	-	от $6,8 \cdot 10^{-6} \%$ до $6,8 \cdot 10^{-4} \%$	от 0,01 до $2 \text{ см}^3$
	Четыреххлористый углерод в азоте	-	-	от $4,4 \cdot 10^{-6} \%$ до $4,4 \cdot 10^{-4} \%$	от 0,01 до $2 \text{ см}^3$
	Трихлорэтилен в азоте	-	-	от $5,1 \cdot 10^{-6} \%$ до $5,1 \cdot 10^{-1} \%$	от 0,01 до $2 \text{ см}^3$
	Тетрахлорэтилен в азоте	-	-	от $4,1 \cdot 10^{-6} \%$ до $4,1 \cdot 10^{-4} \%$	от 0,01 до $2 \text{ см}^3$

Для ПИД, ТИД, ЭЗД, ПФД-S, ФИД, ХЛД-S, ППФД, ГСД предел детектирования  $J_{min}$ , г/с, рассчитывают по формуле (3)

$$J_{min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot t}{60 \cdot S_{cp}}, \quad (3)$$

Для ДТП, ТХД, ПРД, ПЭД предел детектирования  $C_{min}$ , г/см<sup>3</sup>, - по формуле (4)

$$C_{min} = \frac{2 \Delta x \cdot t}{S_{cp} \cdot V_{гн}}, \quad (4)$$

где

$\Delta x$  - 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;

$S_{\text{ср}}$  - среднее арифметическое значение площадей пика контрольного вещества, мВ·мин;

$V_{\text{ГН}}$  - расход газа-носителя, см<sup>3</sup>/мин

60 - коэффициент пересчета времени, с/мин

Массу контрольного вещества ( $m$ , г) при использовании раствора определяют по формуле (5)

$$m = V \cdot C \cdot K, \quad (5)$$

где

$V$  - объем раствора, см<sup>3</sup>;

$C$  - концентрация контрольного вещества, г/см<sup>3</sup>;

$K$  - коэффициент, учитывающий содержание фосфора и серы в метафосе (паратрион-метиле), равный 0,12 или углерода в н-гептане, равный 0,84.

В остальных случаях коэффициент принимают равным единице.

При использовании газовой пробы массу контрольного вещества ( $m$ , г) определяют по формуле (6)

$$m = \frac{V_{\text{Д}} \cdot C \cdot M \cdot 0.01 \cdot P \cdot 10^{-3} \cdot K}{R \cdot (T_{\text{кр}} + 273)}, \quad (6)$$

где

$V_{\text{Д}}$  - объем дозы крана, см<sup>3</sup>;

$C$  - объемная доля контрольного вещества в газовой смеси, %об;

$P$  - давление в дозе, мм.рт.ст;

$R$  - газовая постоянная  $R = 62,364 \text{ мм.рт.ст} \cdot \text{дм}^3 / (\text{моль} \cdot \text{К})$ ;

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

$T$  - температура крана (дозы), °С;

$M$  - молярная масса контрольного вещества (для справки:  $M_{\text{пропана}} = 44 \text{ г/моль}$ ,  $M_{\text{метана}} = 16 \text{ г/моль}$ ;  $M_{\text{водорода}} = 2 \text{ г/моль}$ ;  $M_{\text{сероводорода}} = 34 \text{ г/моль}$ );

$K$  - 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/м<sup>3</sup> или в долях на миллион (ppm, млн<sup>-1</sup>), необходимо пересчитать концентрации в % об. по формулам (7) или (8) соответственно

$$C\%_{\text{об}} = \frac{C_{\text{к}}}{p_{\text{к}}} \cdot 100\%, \quad (7)$$

$$C\%_{\text{об}} = C_{\text{ppm}} \cdot 10^{-4}, \quad (8)$$

где

$C_k$  – концентрация компонента в ПГС, мг/м<sup>3</sup>;

$\rho_k$  – плотность компонента, мг/м<sup>3</sup>;

$C_{ppm}$  – концентрация компонента в ppm (млн<sup>-1</sup>).

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 (9)

$$m_d = \frac{m_u}{K}, \quad (9)$$

где

$m_u$  – масса контрольного компонента, вводимого в испаритель;

$K$  – коэффициент деления пробы.

Коэффициент  $K$  рассчитывается по формуле (10)

$$K = 1 + \frac{Q_{сб}}{Q_k}, \quad (10)$$

где

$Q_k$  – расход газа-носителя через капиллярную колонку, см<sup>3</sup>/мин;

$Q_{сб}$  – расход газа-носителя по линии сброса пробы, см<sup>3</sup>/мин.

10.1.4. Определение соотношения сигнал/шум для МСД выполняют при дозировании соответствующей контрольной смеси (таблица 5) в режиме, указанном в таблице 4.

Определение соотношения сигнал/шум для МСД проводится не менее чем после 8 часов после включения и проведения автоматической настройки МСД. Перед проведением измерений необходимо провести кондиционирование капиллярной хроматографической колонки в соответствии с инструкцией по эксплуатации МСД. Перед началом введения контрольного раствора проводят автоматическую настройку МСД. При регистрации сигнала МСД используют режим сбора данных по выбранным ионам.

Сбор данных для расчета соотношения сигнал/шум проводят в ходе последовательных вводов контрольного раствора. Число вводов контрольного раствора должно быть не менее 5 раз. Количество вводимого контрольного раствора 1 мм<sup>3</sup>. Ввод пробы осуществлять в режиме «без деления потока» методом пульсирующего ввода.

Соотношение сигнал/шум определяют с помощью системы обработки данных.

### 10.3. Определение метрологических характеристик

10.3.1. 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  $S_{\text{пика}}$ .

В комплекс вводят пробу не менее 5 раз (по ГОСТ 8.485-2013 от 5 до 10 раз). Определяют значения выходного сигнала ( $t_i$ ,  $S_i$ ), находят их средние арифметические значения ( $t_{\text{ср}}$ ,  $S_{\text{ср}}$ ).

Значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО, %)  $G_t$ ,  $G_s$  определяют по формулам (11) и (12)

$$G_t = \frac{100}{t_{\text{ср}}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - t_{\text{ср}})^2}{n-1}}, \quad (11)$$

$$G_s = \frac{100}{S_{\text{ср}}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - S_{\text{ср}})^2}{n-1}}, \quad (12)$$

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

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

## 11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1. Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала детекторов не должны превышать значений, указанных в таблице 6.

Таблица 6 - Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала детекторов

Детектор	Уровень шума	Уровень дрейфа
ПИД	$1,0 \cdot 10^{-14}$ А	$4,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ПИД повышенной чувствительности	$8,0 \cdot 10^{-15}$ А	$4,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ДТП проточный (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП проточный (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП проточный, повышенной чувствительности (г-н гелий)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП проточный, повышенной чувствительности (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ 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

Продолжение таблицы 6

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
ГСД	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$1,0 \cdot 10^{-12}$ А/ч

11.2. Полученные значения предела детектирования не должны превышать значений, указанных в таблице 7.

Таблица 7- Пределы детектирования детекторов

Детектор	Значение предела детектирования
ПИД, по углероду в гептане, пропане, гС/с	$1,3 \cdot 10^{-12}$
ПИД повышенной чувствительности по углероду в гептане, пропане, гС/с	$1,0 \cdot 10^{-12}$
ДТП проточный, по гептану, пропану, азоту (газ-носитель гелий), г/см <sup>3</sup>	$8,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, по водороду (газ-носитель аргон), г/см <sup>3</sup>	$1,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по гептану, пропану, азоту (газ-носитель гелий), г/см <sup>3</sup>	$3,5 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по водороду (газ-носитель аргон), г/см <sup>3</sup>	$8,0 \cdot 10^{-11}$
ДТП полудиффузионный, по водороду (газ-носитель аргон), г/см <sup>3</sup>	$8,0 \cdot 10^{-11}$
ДТП микрообъемный, по гептану, пропану, азоту (газ-носитель гелий), г/см <sup>3</sup>	$1,0 \cdot 10^{-9}$
ДТП микрообъемный, по водороду (газ-носитель аргон), г/см <sup>3</sup>	$7,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП микрообъемный «Valco», по гептану или пропану (газ-носитель гелий), г/см <sup>3</sup>	$5,0 \cdot 10^{-9}$
ТИД, по фосфору в метафосе, гР/с	$1,4 \cdot 10^{-14}$
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	$2,2 \cdot 10^{-13}$

Продолжение таблицы 7

ТХД, по водороду, г/см <sup>3</sup>	5,0·10 <sup>-11</sup>
по кислороду, г/см <sup>3</sup>	5,0·10 <sup>-10</sup>
ХЛД-S, по сере, гS/c	5,0·10 <sup>-13</sup>
ППФД, по сере, гS/c	2,0·10 <sup>-12</sup>
ПЭД, по азоту, г/см <sup>3</sup>	5,0·10 <sup>-11</sup>
по водороду, кислороду, метану, г/см <sup>3</sup>	1,0·10 <sup>-11</sup>
ГСД, по линдану в гексане, по дихлорметану, хлороформу, дихлорэтану, четыреххлористому углероду, трихлорэтилену, тетрахлорэтилену, г/с	2,0·10 <sup>-12</sup>

Результаты поверки для МСД считать положительными, если среднее значение соотношения сигнал/шум из пяти измерений соответствует критериям, приведенным в таблице 8.

Таблица 8 – допустимое значение соотношения сигнал/шум

Контрольное вещество	Массовая концентрация контрольного вещества	Соотношение сигнал/шум, не менее
Гексахлорбензол в изооктане	0,01 мкг/см <sup>3</sup>	1500:1 (по m/z 238.8)

11.3. Значения ОСКО площадей пиков не должно превышать значений, указанных в таблице 9.

Таблица 9 - Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала (площади, времени удерживания) в изотермическом режиме при ручном и автоматическом дозировании

Наименование характеристики	Значение
ОСКО по времени удерживания при автоматическом дозировании, %, не более:	
ПИД, ПИД повышенной чувствительности, ЭЗД, МСД	0,1
ДТП	0,2
ПРД (дозирование газа)	0,4
ОСКО по площади пика при автоматическом дозировании, %, не более:	
ПИД, ПИД повышенной чувствительности, ЭЗД, ДТП	1
ПРД (дозирование газа)	1
МСД	4
ОСКО по времени удерживания при ручном дозировании, %, не более:	
ПИД, ПИД повышенной чувствительности, ДТП проточный, ДТП проточный, повышенной чувствительности, ДТП полудиффузионный, ДТП микрообъемный, ДТП микрообъемный «Valco», ТИД, ЭЗД, ПФД-S, ФИД (лампа КрРВ), ПРД, ТХД, ХЛД-S, ППФД, ПЭД, МСД, ГСД	1

Продолжение таблицы 9

ОСКО по площадь пика при ручном дозировании, %, не более:	
ПИД, ПИД повышенной чувствительности	2
ДТП проточный (газовый кран/жидкость в испаритель), ДТП проточный, повышенной чувствительности (газовый кран/жидкость в испаритель)	1/2
ДТП полудиффузионный, ДТП микрообъемный, ДТП микрообъемный «Valco», ПРД, ТХД, ПЭД	1
ТИД, ЭЗД, ФИД (лампа КрРВ)	4
ПФД-S (газовый кран/газ в испаритель/жидкость в испаритель)	3/8/5
ХЛД-S, ППФД	6
МСД, ГСД	5
Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала (время удерживания, площадь пика) за 48 часов непрерывной работы, %, не более:	
ПИД, ДТП, ПРД	± 5
ТИД, ЭЗД, ФИД, ПФД-S, ТХД, ХЛД-S, ППФД, ПЭД, ГСД	± 10
Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала (время удерживания, площадь пика) за 8 часов непрерывной работы для МСД, %, не более:	± 5

## 12 Оформление результатов поверки

12.1. Результаты поверки заносят в протокол.

12.2 Сведения о результатах поверки средств измерений передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

1.2.3 При удовлетворительных результатах поверки, по заявлению владельца СИ, или лица, представившего СИ на поверку, в паспорт вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки и (или) выдается свидетельство о поверке.

12.3. При отрицательных результатах поверки выпуск в обращение и применение хроматографов запрещается и выдается извещение о непригодности с указанием причины.

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
(Справочное)

Специальные анализы

Специальными являются анализы, при проведении которых применяется газовая схема хроматографа, собранная на заводе-изготовителе и предназначенная для определенных анализов в соответствии с нормативной документацией (ГОСТ, РД, МУ, ТУ, МВИ и др.).

Перечень специальных анализов приведен в Таблице А.1

Таблица А.1-Специальные анализы

Вид специального анализа	Приложение
СТО 03-7.76-2016 Контроль качества гелия марок А и Б на наличие микропримесей неона, метана, кислорода, аргона, азота, углекислого газа и водорода на базе комплекса хроматографического газового «Хромос ГХ-1000» с использованием автоматической системы криоконцентрирования СК-1 и устройства подачи жидкого азота.	Б
Анализ, проводимый методом реакционной хроматографии (анализ оксида и диоксида углерода на ПИД с метанатором)	В

При наличии нормативной документации на специальные анализы, представленные в таблице А.1, режимы поверки должны соответствовать требованиям раздела о порядке проведения измерений, содержащимся в НД.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(Обязательное)

### Поверка по СТО 03-7.76-2016

#### Б.1 Общие положения

СТО 03-7.76-2016 Контроль качества гелия марок А и Б на наличие микропримесей неона, метана, кислорода, аргона, азота, углекислого газа и водорода на базе комплекса хроматографического газового «Хромос ГХ-1000» с использованием автоматической системы криоконцентрирования СК-1 и устройства подачи жидкого азота. Перед проведением процедуры контроля метрологических характеристик должна быть проведена градуировка хроматографического комплекса, согласно п.10.12 СТО 03-7.76-2016, «Установление градуировочных характеристик».

#### Б.2 Перечень операций поверки, средства измерения

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

Таблица Б.1-Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
1 Внешний осмотр	Б.7	Да	Да	Да
2 Опробование	Б.8.2	Да	Да	Да
2.1 Проверка прочности электрической изоляции	Б.8.2.1	Да	Да*	Нет
2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции	Б.8.2.2	Да	Да*	Нет
2.3 Проверка качества заземления	Б.8.2.3	Да	Да*	Нет
2.4 Проверка идентификационных данных программного обеспечения	Б.9.1	Да	Да	Да
2.5 Тестирование на отсутствие ошибок	Б.9.2	Да	Да	Да
2.6 Определение уровня флуктуационных шумов и уровня дрейфа	Б.10.1.1	Да	Да	Да
2.7 Проверка качества разделения колонок и разметки хроматограмм	Б.10.1.2	Да	Да	Да
2.8 Определение предела детектирования	Б.10.1.3	Да	Да	Да
3 Контроль метрологических характеристик по СТО 03-7.76-2016	Б.11.3	Да	Да	Да

--	--	--	--	--

Продолжение таблицы Б.2

3.1 Проверка повторяемости результатов единичных измерений (при последовательных определениях)	Б.11.3.1	Да	Да	Да
3.2 Контроль точности результатов измерений	Б.11.3.2	Да	Да	Да

\* – если производился ремонт электрических цепей

### Б.3 Требования к условиям проведения поверки

Требования к условиям поверки приведены в разделе 3 настоящей методики.

### Б.4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

Требования к специалистам, осуществляющим поверку приведены в разделе 4 настоящей методики.

### Б.5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица Б.2 - Средства поверки

Номер раздела приложения 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
Б.10; Б.11	Колонка стальная, 1 м х 3 мм, сорбент - молекулярные сита СаА 5А, фракция 60/80 меш.
Б.10; Б.11	Колонка стальная, 1 м х 3 мм, сорбент – HayeSep N 80/100 меш.
Б.10; Б.11	Колонка стальная, 0.22 м х 5 мм, сорбент - молекулярные сита СаА 5А, фракция 60/80 меш.
Б.10; Б.11	Колонка стальная, 0.2 м х 2 мм, сорбент –стекловолокно (слой 1 см).
Б.10; Б.11	Азот жидкий по ГОСТ 9293-74
Б.10; Б.11	Контрольная газовая смесь ГСО 10532-2014, согласно СТО 03-7.76-2016. Компонентный состав приведен в таблице 3

Таблица Б.3 - Компонентный состав контрольной газовой смеси ГСО 10532-2014

Компонентный состав	Номинальное значение молярной доли компонента, %	Пределы допускаемого отклонения, ±д, % (объемная доля)	Пределы допускаемой относительной погрешности, %
Ne	0,0010	0,0002	8
H <sub>2</sub>	0,0005	0,0001	

O <sub>2</sub>	0,0005	0,0001	
----------------	--------	--------	--

Продолжение таблицы Б.3

N <sub>2</sub>	0,0005	0,0001	8
CH <sub>4</sub>	0,0005	0,0001	
CO	0,0005	0,0001	
CO <sub>2</sub>	0,0005	0,0001	
He	остальное	-	-

Метрологические требования к средствам поверки указаны в разделе 3 настоящей методики.

В случае, если комплекс используется для определения не всех заявленных компонентов, то допускается поверка по ограниченному перечню компонентов на основании письменного заявления владельца СИ, оформленному в произвольной форме, с обязательным указанием в свидетельстве о поверке информации об объеме проведенной поверки.

#### **Б.6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки**

Требования по обеспечению безопасности проведения поверки указаны в разделе 6 настоящей методики.

При эксплуатации система криоконцентрирования СК1 должна быть заземлена.

#### **Б.7 Внешний осмотр средства измерений**

При проведении внешнего осмотра руководствуются разделом 7 настоящей методики, а также устанавливают соответствие комплектности системы криоконцентрирования данным эксплуатационной документации.

#### **Б.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

Б.8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

– подготовка комплекса к работе в соответствии с руководствами по эксплуатации на комплекс хроматографический газовый «Хромос ГХ-1000» ХАС 1.550.001 РЭ и на систему криоконцентрирования СК-1 ХАС 2.573.008-01 РЭ.

##### **Б.8.2 Опробование**

Опробование осуществляется в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на хроматограф и включает в себя:

- проверку прочности электрической изоляции;
- измерение сопротивления изоляции;
- проверку качества заземления.
- проверка идентификационных данных программного обеспечения
- тестирование на отсутствие ошибок
- определение уровня флуктуационных шумов
- определение уровня дрейфа



- определение качества разделения пиков и правильности разметки пиков ПО
- определение предела детектирования

#### Б.8.2.1 Проверка прочности электрической изоляции

Прочность изоляции силовых цепей проверяется в соответствии с пунктом 8.2.1 настоящей методики.

#### Б.8.2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции

Измерение сопротивления изоляции производится в соответствии с пунктом 8.2.2 настоящей методики.

#### Б.8.2.3 Проверка качества заземления

Проверка качества заземления хроматографа производится в соответствии с пунктом 8.2.3 настоящей методики.

### **Б9 Проверка программного обеспечения**

Б.9.1 Для проверки идентификационных данных программного обеспечения необходимо выполнить следующую последовательность действий:

- 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", модуль расчета, отобразятся идентификационные данные программного обеспечения (рисунок Б.1).

Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного кода - CRC-32.

Идентификационные данные программного обеспечения приведены в таблице Б.4.

Таблица Б.4. 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

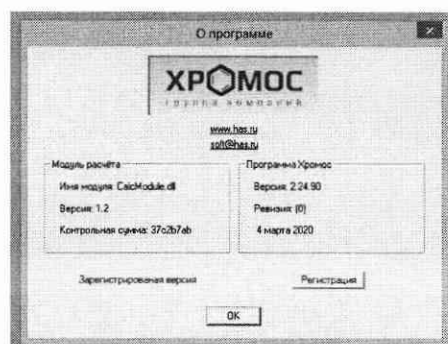


Рисунок Б.1 Окно "О программе" с информацией об идентификационных данных программного обеспечения

#### Б.9.2 Тестирование комплекса на отсутствие ошибок

После включения хроматографа автоматически начинается процесс самотестирования. При положительном результате самотестирования в ПО отсутствует сообщение об ошибках, на панели управления горит индикатор «Подготовка».

#### Б.10 Определение метрологических характеристик средства измерений

Условия проведения поверки соответствует режиму хроматографического анализа в соответствии с требованиями СТО 03-7.76-2016 (пункт 9.9) и рекомендациям изготовителя комплекса и приведены в таблице Б.5.

Таблица Б.5 – Условия проведения поверки

Параметр	Значение	Отклонение
Температура термостата колонок, °С	90	±5
Температура ДТП1 (ДТП2), °С	140	±5
Температура ТХД, °С	70	±5
Температура криостата, °С	-196	-
Температура десорбера, °С	160	±5
Расход газа носителя (для всех каналов), см <sup>3</sup> /мин	40	±5
Расход воздуха (поддув ТХД), см <sup>3</sup> /мин	10	±5
Напряжение моста ДТП1 (ДТП2), В	12	-
Напряжение моста ТХД, В	2,1	-
Объем накопления пробы гелия, см <sup>3</sup>	400	±25
Расход пробы при накоплении, см <sup>3</sup> /мин	275	±25

Первичная поверка и поверка после проведения ремонта проводится на предприятии изготовителе в объеме и последовательности, указанных в таблице Б.1, столбцы “при выпуске из производства”, “при выпуске из ремонта”.

Периодическая поверка у заказчика проводится в объеме и последовательности, указанных в таблице Б.1 в столбце “при периодической поверке”.

Б.10.1.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевых сигналов детекторов ДТП1, ДТП2, ТХД.

После выхода комплекса на заданный режим записывают нулевые сигналы в каналах детекторов ДТП1, ДТП2 и ТХД в течение 1 часа. Оценивают дрейф нулевого сигнала и уровень флуктуационных шумов в каждом из каналов.

В ПО «Хромос» предусмотрена возможность автоматического оперативного измерения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала на выбранном участке хроматограммы.

Для измерения уровня шума и дрейфа нулевого сигнала необходимо нажать и отпустить клавишу “Т” (англ. “N”), левой кнопкой «мышки» выделить участок хроматограммы длительностью не менее 10 минут, не содержащей выбросов на нулевой линии. После этого на экране появится окно, в котором будут отображены значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала на этом участке нулевой линии.

Пример отображения информации приведен на рисунке Б.2

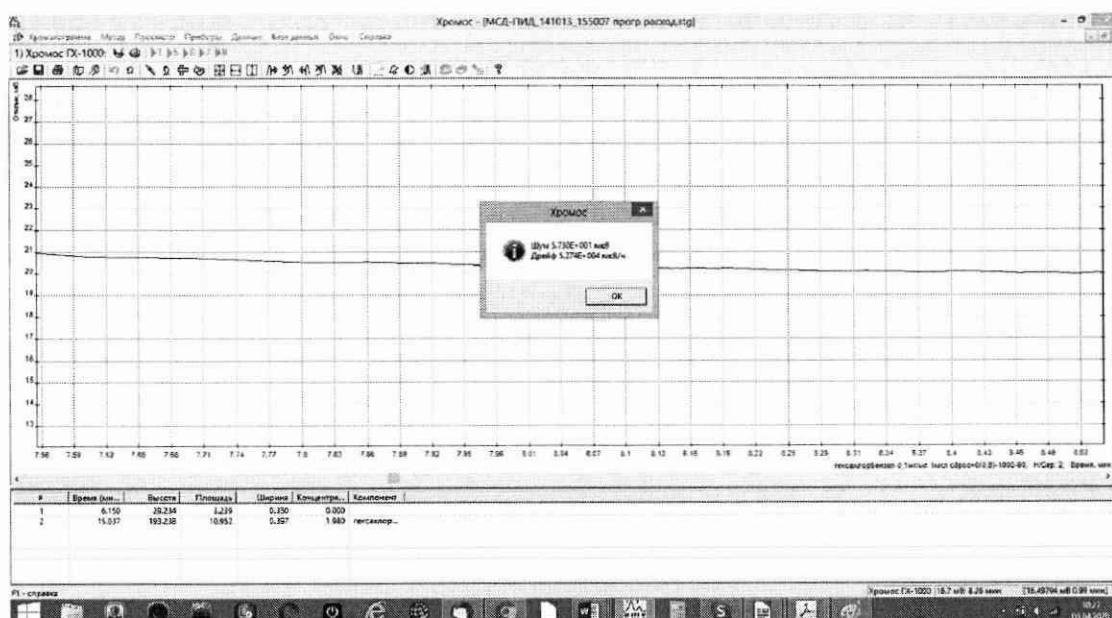


Рисунок Б.2 Пример отображения информации об уровне шумов и дрейфа нулевого сигнала

Повторить эту процедуру для каждого из каналов детектирования.

#### Б.10.1.2 Определение качества разделения пиков и правильности разметки пиков ПО.

Осуществляют пробный ввод ГСО 10532-2014 в комплекс при помощи системы криоконцентрирования со штатным объемом накопления 400 см<sup>3</sup>. Записывают хроматограммы по трем каналам детектирования. Проводят визуальный анализ хроматограмм.

Удовлетворительными признаются хроматограммы, характеризующиеся следующими признаками:

- отсутствие неразделенных пиков
- правильная идентификация пиков на хроматограмме
- правильное проведение базовой линии под пиками при их расчете

#### Б.10.1.3 Определение пределов детектирования детекторов ДТП1, ДТП2, ТХД.

Осуществляют ввод контрольной смеси ГСО 10532-2014 в комплекс при помощи системы

криоконцентрирования со штатным объемом накопления 400 см<sup>3</sup>. Записывают хроматограммы по трем каналам детектирования.

Производят обработку пиков на хроматограммах и измеряют высоты пиков компонентов.

Повторяют операции по СТО 03-7.76-2016 по п.п. 6.2.8.1.-6.2.8.2. пять раз.

Вычисляют пределы детектирования для каждого компонента по формуле (Б.1).

$$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot C}{\bar{H}}, \quad (\text{Б.1})$$

где

$\Delta x$  – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала соответствующего детектора, мВ;

$C$  – объемная доля соответствующего контрольного вещества по паспорту смеси, %;

$\bar{H}$  – среднее значение высоты пика соответствующего контрольного вещества, мВ (для  $n=5$ ).

### Б.11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Б.11.1 Измеренные значения уровня шумов и дрейфа для каждого из детекторов не должны превышать значений, указанных в таблице Б.6.

Таблица Б.6 – Уровень дрейфа и шумов нулевого сигнала

Детектор	Уровень шума	Уровень дрейфа
ДТП1	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП2	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ТХД	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В	$5,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч

Б.11.2 При определении пределов детектирования детекторов ДТП1, ДТП2, ТХД найденные значения  $C_{min}$  при соотношении сигнал/шум=2, не должны превышать значений пределов детектирования, указанных в Таблице Б.7 (см. раздел 1 СТО 0307.76-2016, примечание к Таблице 1).

Таблица Б.7

Наименование компонента	Значение предела детектирования, %
Неон	0,0005
Водород	0,00001
Кислород+Аргон	0,00001
Азот	0,00001
Метан	0,00002
Оксид углерода	0,00001
Диоксид углерода	0,00001

### Б.11.3 Контроль метрологических характеристик по СТО 03-7.76-2016

#### Б.11.3.1 Проверка повторяемости результатов единичных измерений

Выполняют серию из 4-х измерений контрольной смеси. Сохраняют хроматограммы. Измеряют площади всех пиков на хроматограммах.

Рассчитывают средние площади пиков каждого из компонентов в серии.

Рассчитывают относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) результата измерений для  $n=4$  по формуле (Б.2) – формула 10.1 в СТО 03-7.76-2016.

$$S_{O\bar{A}} = \frac{100}{\bar{A}} \cdot \sqrt{\frac{\sum(A_i - \bar{A})^2}{n(n-1)}}, \quad (\text{Б.2})$$

где

$S_{O\bar{A}}$  – относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) результата измерений;

$A_i$  – результат единичного измерения площади пика;

$\bar{A}$  – среднее значение площади пика в серии;

$n$  – количество измерений.

Полученное значение ОСКО не должно превышать допускаемого значения ОСКО при градуировке  $S_{O_{A_r}}=1\%$

$$(S_{O\bar{A}}) \leq (S_{O_{A_r}}) \quad (\text{Б.3})$$

В случае невыполнения условия Б.3 (формула 10.2 в СТО 03-7.76-2016) получают 4 новых результата измерений площадей пиков, рассчитывают относительное среднее квадратическое значение.

При повторном невыполнении условия Б.3 последующие операции не производят до выявления причин сверхнормативного расхождения.

Примечание: для метана в качестве площади пика используют суммарную площадь пика, полученную при измерении по двум каналам (ДТП1 и ДТП2).

#### Б.11.3.2 Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений предусматривает контроль процедуры измерений с оценкой неопределенности в соответствии с требованиями СТО 03-7.76-2016, пункт.14.1.

Контроль точности результатов измерений проводят, выполняя измерения объемной доли компонента в контрольной смеси ГСО 10532-2014, требования к составу которой приведены в таблице Б.3.

Контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле Б.4 (формула 14.1 в СТО 03-7.76-2016)

$$K_K = |C_{\text{изм}} - C_{\text{ат}}|, \quad (\text{Б.4})$$

где

$C_{\text{изм}}$  – результат контрольного измерения объемной доли примеси в образце для контроля, (%) – среднее арифметическое двух результатов последовательных определений, для которых выполняется условие Б.5 (12.3 в СТО 03-7.76-2016)

$C_{\text{ат}}$  – аттестованное значение образца для контроля, (%);

$$|C_1 - C_2| \leq \frac{0,01 \cdot r \cdot C_1 + C_2}{2}, \quad (\text{Б.5})$$

где

$C_1$  и  $C_2$  – значения концентраций компонента при первом и втором измерении (%);

$r$  – предел повторяемости. По СТО 03-7.76-2016  $r = 10$  во всем диапазоне измерений (таблица 4 в СТО 03-7.76-2016);

$C_{\text{ат}}$  – аттестованное значение образца для контроля, %.

Значение норматива контроля  $K$ :

$$K = 0,20 \cdot C_{\text{ат}}, \quad (\text{Б.6})$$

При невыполнении условия:

$$K_k \leq K, \quad (\text{Б.7})$$

контрольную процедуру повторяют.

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

### **Б.12 Оформление результатов поверки**

Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме, например, приведенной ниже (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### **Протокол поверки**

Комплекса хроматографического газового «Хромос ГХ-1000» с системой криоконцентрирования СК-1

Зав. № \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Принадлежит \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С

относительная влажность окружающего воздуха \_\_\_\_\_ %

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа

#### **РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

2. Результаты опробования

Проверка соответствия ПО: соответствует/не соответствует (нужное подчеркнуть)

Дрейф нулевого сигнала

Уровень флуктуационных шумов

3. Результаты определения метрологических характеристик

Наименование определяемого компонента	Предел детектирования, %об.		ОСКО выходного сигнала (площади пика), % при n=4		Контроль точности результатов измерений	
	Полученное значение	Допускаемое значение	Полученное значение	Допускаемое значение	Полученное значение, Кк	Допускаемое значение, К
Неон		0,0005		1		$K=0.20 \cdot C_{атт}$
Водород		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{атт}$
Кислород + аргон		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{атт}$
Азот		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{атт}$
Метан		0,00002		1		$K=0.20 \cdot C_{атт}$
Оксид углерода		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{атт}$
Диоксид углерода		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{атт}$

Заключение о годности: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_

## ПРИЛОЖЕНИЕ В

(Справочное)

Поверка при выполнении анализов методом реакционной хроматографии (анализы с использованием метанатора).

### В.1 Общие положения

В данном приложении описана процедура проведения первичной и периодической поверки комплекса с использованием ПИД со встроенным метанатором. Метанатор, заполненный катализатором Румон, позволяет преобразовывать оксид углерода и диоксид углерода в метан и определять их на ПИД.

### В.2 Перечень операций поверки, средства измерения

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

Таблица В.1-Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
1 Внешний осмотр	В.7	Да	Да	Да
2 Опробование	В.8.2	Да	Да	Да
2.1 Проверка прочности электрической изоляции	В.8.2.1	Да	Да*	Нет
2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции	В.8.2.2	Да	Да*	Нет
2.3 Проверка качества заземления	В.8.2.3	Да	Да*	Нет
2.4 Проверка идентификационных данных программного обеспечения	В.9.1	Да	Да	Да
2.5 Тестирование на отсутствие ошибок	В.9.2	Да	Да	Да
2.6 Определение уровня флуктуационных шумов и уровня дрейфа	В.10.1.1	Да	Да	Да
2.7 Проверка качества разделения колонок и разметки хроматограмм	В.10.1.2	Да	Да	Да
2.8 Определение предела детектирования	В.10.1.3	Да	Да	Да
2.9 Определение коэффициента конверсии метанатора по оксиду углерода	В.10.1.4	Да	Да	Да
3 Контроль метрологических	В.11.2	Да	Да	Да



характеристик				
---------------	--	--	--	--

Продолжение таблицы В.1

3.1 Проверка повторяемости результатов единичных измерений (при последовательных определениях)	В.11.2.1	Да	Да	Да
3.2 Контроль точности результатов измерений	В.11.2.2	Да	Да	Да

\* - если производился ремонт электрических цепей

**В.3 Требования к условиям проведения поверки**

Требования к условиям поверки приведены в разделе 3 настоящей методики.

**В.4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку**

Требования к специалистам, осуществляющим поверку приведены в разделе 4 настоящей методики.

**В.5 Метрологические и технические требования к средствам поверки**

При проведении поверки применяют средства поверки (средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы), указанные в таблице 2 настоящей методики и таблице В.2.

Таблица В.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
В.10; В.11	Колонка стальная, от 1 до 3 м, внутренним диаметром от 2 до 3 мм, сорбент - молекулярные сита СаА 5А, фракция 60/80 меш.
В.10; В.11	Колонка стальная, от 2 до 3 м, внутренним диаметром от 2 до 3 мм, сорбент - NaueSep N, фракция 80/100 меш.
В.10; В.11	Колонка стальная, от 1 до 3 м, внутренним диаметром от 2 до 3 мм, сорбент - молекулярные сита NaX 13X, фракция 60/80 меш.
В.10; В.11	Колонка стальная, от 2 до 3 м, внутренним диаметром от 2 до 3 мм, сорбент - Рогарак N, фракция 80/100 меш.
В.10; В.11	СО состава искусственной газовой смеси: метан, оксид углерода в воздухе, массовая концентрация метана от 5 до 10мг/м <sup>3</sup> , массовая концентрация оксида углерода от 5 до 10мг/м <sup>3</sup> , ГСО 10654-2015
В.10; В.11	СО состава искусственной газовой смеси: метан, оксид углерода в азоте, массовая концентрация метана от 5 до 10мг/м <sup>3</sup> , массовая концентрация оксида углерода от 5 до 10мг/м <sup>3</sup> , ГСО 10532-2014

Продолжение таблицы В.2

В.10; В.11	СО состава искусственной газовой смеси: метан, оксид углерода, диоксид углерода в аргоне, объемная доля метана от 0,001 % до 0,1 %, объемная доля оксида углерода от 0,01 % до 0,1 %, объемная доля диоксида углерода от 0,01% до 0,1 %, ГСО 10541-2014
В.10; В.11	СО состава искусственной газовой смеси: метан, оксид углерода, диоксид углерода в аргоне, объемная доля метана от 0,001 % до 0,1 %, объемная доля оксида углерода от 0,01 % до 0,1 %, объемная доля диоксида углерода от 0,01% до 0,1 %, ГСО 10540-2014

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

### **В.6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки**

Требования по обеспечению безопасности проведения поверки указаны в разделе 6 настоящей методики.

### **В.7 Внешний осмотр средства измерений**

При проведении внешнего осмотра руководствуются разделом 6 настоящей методики.

### **В.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений**

В.8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

– подготовка хроматографического комплекса к работе в соответствии с руководством по эксплуатации на комплекс хроматографический газовый «Хромос ГХ-1000» ХАС 1.550.001 РЭ.

#### **В.8.2 Опробование**

Опробование осуществляется в соответствии с требованиями эксплуатационной документации на хроматограф и включает в себя:

- проверку прочности электрической изоляции;
- измерение сопротивления изоляции;
- проверку качества заземления;
- проверка идентификационных данных программного обеспечения;
- тестирование на отсутствие ошибок;
- определение уровня флуктуационных шумов;
- определение уровня дрейфа;
- определение качества разделения пиков и правильности разметки пиков ПО;
- определение предела детектирования;
- определение коэффициента конверсии метанатора по оксиду углерода.

#### **В.8.2.1 Проверка прочности электрической изоляции**

Прочность изоляции силовых цепей проверяется в соответствии с пунктом 8.2.1 настоящей методики.

### В.8.2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции

Измерение сопротивления изоляции производится в соответствии с пунктом 8.2.2 настоящей методики.

### В.8.2.3 Проверка качества заземления

Проверка качества заземления хроматографа производится в соответствии с пунктом 8.2.3 настоящей методики.

## В.9 Проверка программного обеспечения

В.9.1 Проверка программного обеспечения производится в соответствии с разделом 9 настоящей методики.

### В.9.2 Тестирование комплекса на отсутствие ошибок

После включения комплекса автоматически начинается процесс самотестирования. При положительном результате самотестирования в ПО отсутствует сообщение об ошибках, на панели управления горит индикатор «Подготовка».

## В.10 Определение метрологических характеристик средства измерений

Условия проведения поверки приведены в таблице В.3

Таблица В.3

Детектор	Наименование параметров режима	Значение параметра	Применяемые колонка*
ПИД с метанатором (по оксиду углерода)	Температура термостатов, °С:		Колонка стальная, от 1 до 3 м, внутренним диаметром от 2 до 3 мм, сорбент - молекулярные сита СаА 5А или NaX 13X, фракция 60/80 меш.
	-колонок	80±20	
	-крана-дозатора	80±10	
	-детектора с метанатором	330 ±10	
	Тип газа-носителя	аргон (азот, гелий)	
	Расходы, см <sup>3</sup> /мин:		
-газ-носитель	25±5		
-водород	25±5		
-воздух	250±50		
ПИД с метанатором (по диоксиду углерода)	Температура термостатов, °С:		Колонка стальная, от 2 до 3 м, внутренним диаметром от 2 до 3 мм, сорбент - Porapak N или HayeSep N, фракция 80/100 меш.
	-колонок	60±20	
	-крана-дозатора	80±10	
	-детектора с метанатором	330 ±10	
	Тип газа-носителя	аргон (азот, гелий)	
	Расходы, см <sup>3</sup> /мин:		
-газ-носитель	25±5		
-водород	25±5		
-воздух	250±50		

\* - Допускается применение любых хроматографических колонок, обеспечивающих требуемое разделение ПГС.

#### В.10.1 Определение дополнительных метрологических характеристик

В.10.1.1 Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала определяется после выхода комплекса на режим, указанный в таблице В.3 в соответствии с пунктами 10.1.1 и 10.1.2 как для ПИД.

#### В.10.1.2 Оценка качества разделения пиков

Оценка качества разделения пиков производится для пар компонентов метан-оксид углерода или метан-диоксид углерода, в зависимости от используемой колонки и ПГС.

Удовлетворительными признаются хроматограммы, характеризующиеся следующими признаками:

- отсутствие неразделенных пиков
- правильная идентификация пиков на хроматограмме
- правильное проведение базовой линии под пиками при их расчете

#### В.10.1.3 Определение предела детектирования

Для определения предела детектирования анализируют ПГС, содержащую оксид углерода или диоксид углерода в газе-разбавителе. Наименование ПГС и диапазон концентраций указаны в таблице В.2. Объем вводимой пробы от 0,5 до 2 см<sup>3</sup>.

Предел детектирования рассчитывают по формулам (3) и (6) настоящей методики, при этом значение коэффициента содержания углерода для оксида углерода принимают равным 0,43, а для диоксида углерода 0,27.

#### В.10.1.4 Определение коэффициента конверсии метанатора по оксиду углерода

Коэффициент конверсии оксида углерода определяется по формуле (В.1)

$$K_{\text{конв}} = (S_{\text{CO}} / S_{\text{CH}_4}) \cdot K_{\text{попр}}, \quad (\text{В.1})$$

где

$K_{\text{конв}}$  – коэффициент конверсии метанатора;

$S_{\text{CO}}$  – площадь пика оксида углерода (CO);

$S_{\text{CH}_4}$  – площадь пика метана (CH<sub>4</sub>);

$K_{\text{попр}}$  – поправочный коэффициент;

Поправочный коэффициент рассчитывается по формуле (В.2)

$$K_{\text{попр}} = (C_{\text{CH}_4} \cdot M_{\text{CO}}) / (C_{\text{CO}} \cdot M_{\text{CH}_4}), \quad (\text{В.2})$$

где

$C_{\text{CH}_4}$  – концентрация метана в ПГС, мг/м<sup>3</sup>;

$C_{CO}$  – концентрация оксида углерода в ПГС, мг/м<sup>3</sup>;

$M_{CH_4}$  – молярная масса метана,  $M_{CH_4} = 16$ ;

$M_{CO}$  – молярная масса оксида углерода,  $M_{CO} = 28$ ;

Коэффициент конверсии метанатора по оксиду углерода должна быть не менее 93%.

### **В.11 Подтверждение метрологических характеристик средства измерения**

Значения уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала и предела детектирования не должно превышать значений, указанных в таблице В.4.

Таблица В.4 - Дополнительные метрологические характеристики

Детектор	Определяемое вещество	Уровень шума, А	Уровень дрейфа, А/ч	Предел детектирования, г/с
ПИД с встроенным метанатором	СО	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$4,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч	$4,0 \cdot 10^{-12}$
	СО <sub>2</sub>			$8,0 \cdot 10^{-12}$

Относительное среднеквадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала определяют в соответствии с пунктом 10.3 настоящей методики.

Значения ОСКО времени выхода и площади пика контрольного вещества не должно превышать значений, указанных в таблице В.5.

Таблица В.5. - значения ОСКО времени выхода и площади пика

Детектор	ОСКО по времени удерживания, %	ОСКО по площади, %
ПИД с встроенным метанатором	1	1

### **В.12 Оформление результатов поверки**

Результаты поверки оформляют согласно п.12 настоящей МП.

## ПРИЛОЖЕНИЕ Г (справочное)

### Инструкция по приготовлению контрольных растворов

Настоящая инструкция устанавливает методику приготовления контрольных растворов, предназначенных для проверки метрологических характеристик комплекса.

Диапазон содержания контрольного вещества - от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $10 \text{ мг/см}^3$ . Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации контрольного компонента не превышает 10%.

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

#### Г.1 Процедура приготовления растворов

Г.1.1 Растворы массовой концентрацией от 1 до  $10 \text{ мг/см}^3$  приготавливают объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного вещества определяют по формуле (Г.1)

$$C = \frac{m}{V}, \quad (\text{Г.1})$$

где

$m$  - масса контрольного вещества, мг;

$V$  - объем приготовленного раствора,  $\text{см}^3$ .

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

Г.1.3 Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов не должна изменяться более чем на  $4^\circ\text{C}$ .

Г.1.4 Определяют массу  $m_1$  мерной колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Результат взвешивания записывают с точностью до первого десятичного знака.

Г.1.5 В мерную колбу вносят от 100 до 1000 мг контрольного вещества и вновь взвешивают колбу  $m_2$ .

Г.1.6 Вычисляют массу контрольного вещества  $m$ , мг, по формуле (Г.2)

$$m = m_2 - m_1, \quad (\text{Г.2})$$

Г.1.7 В колбу с контрольным веществом вводят от 20 до  $25 \text{ см}^3$  растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до  $100 \text{ см}^3$ . Тщательно перемешивают раствор.

Г.1.8 Рассчитывают массовую концентрацию контрольного вещества по Г.1.1.

Г.1.9 Растворы с содержанием контрольного вещества от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $1 \text{ мг/см}^3$  приготавливают объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов. Массовую концентрацию контрольного вещества  $C_n$  рассчитывают по формуле (Г.3)

$$C_n = \frac{C_{n-1}V_{n-1}}{100}, \quad (\text{Г.3})$$

где

n- номер ступени разбавления исходного контрольного раствора концентрацией;

$V_{n-1}$ - аликвотная доля раствора с массовой концентрацией  $C_{n-1}$ , мг/см<sup>3</sup>.

Г.1.10 Перед каждым разбавлением рассчитывают значение аликвотной доли раствора –  $V_{n-1}$ , исходя из заданного значения концентрации контрольного вещества  $C_n$  и концентрации разбавляемого раствора  $C_{n-1}$ .

Г.1.11 В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до 100 см<sup>3</sup> и тщательно перемешивают.

## Г.2 Хранение контрольных растворов

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

Срок хранения исходного раствора - от 3 до 5 сут, смеси меньших концентраций хранению не подлежат.