

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

**УТВЕРЖДАЮ**

**Главный метролог**

**ФБУ «Нижегородский ЦСМ»**

**Т.Б.Змачинская**

**« 27 » ноября 2020 г.**



**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА  
ИЗМЕРЕНИЙ**

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

**Методика поверки**

**ХАС 2.320.003.01 МП**

**С изменением № 1**

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

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

Интервал между поверками- один год.

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

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

- для хроматографа, имеющего несколько детекторов допускается проводить периодическую поверку с теми детекторами (детектором), с которыми эксплуатируется хроматограф.
- при эксплуатации хроматографа с испарителем, допускается проводить его периодическую поверку только по жидким контрольным смесям.
- при эксплуатации хроматографа с краном-дозатором, допускается проводить его периодическую поверку только с использованием поверочных газовых смесей (ПГС).

## 1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 1-Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	после ремонта	при периодической поверке
1. Внешний осмотр	3.1	Да	Да	Да
2. Опробование	3.2.			
2.1 Проверка прочности электрической изоляции	3.2.1.1.	Да	Да*	Нет
2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции	3.2.1.2.	Да	Да*	Нет
2.3 Проверка качества заземления	3.2.1.3.	Да	Да*	Нет
2.4 Определение уровня шумов	3.2.4	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
2.5. Определение уровня дрейфа	3.2.5	Да	Да	Да <sup>1)</sup>

2.6. Определение предела детектирования	3.2.6	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
2.7. Определение предела детектирования и соотношения сигнал/шум для масс-селективного детектора	3.2.7	Да	Да	Да
3. Определение метрологических характеристик:	3.3.	Да	Да	Да
3.1.Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	3.3.1.	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
3.2.Определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений	3.3.2.	Нет	Нет	Да <sup>2)</sup>
<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. <sup>2)</sup> - при наличии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке * - если производился ремонт электрических цепей				

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
3.2.1.1	Прибор для испытания электрической прочности УПУ-10, ПГ-4%, (0-10) кВ.
3.2.1.2	Мегаомметр М4100/4 по ТУ 24-04-2130-78, КТ1, (5-3x10 <sup>6</sup> ) кОм, рег.№ в ФИФ 3424-73.
3.2.1.3	Мультиметр цифровой АРРА-105N, пределы измерений переменного напряжения (4-400) В, погрешность ±(0,005 · X + 5к), предел измерения переменного тока (40 мА- 10 А), погрешность ±(0,02 · X + 5к). Рег.№ в ФИФ 21501-07.
	Прибор комбинированный Testo 622: диапазон измерения абсолютного давления 300 до 1200 гПа, погрешность± 5 гПа, диапазон измерения температур от (-10 °С) до (+60 °С), абс. погрешность ±0,4 °С, диапазон измерения влажности от 10 до 95 %, абс.погрешность ± 3 %. Рег.№ в ФИФ 53505-13.

	Секундомер «Интеграл С-01», Рег.№ в Фиф 44154-10, суточный ход в режиме «часы» $\pm 1,0$ с/сутки.
	Весы лабораторные электронные ME 235 S, погрешность $\pm (0,00002-0,00024)$ г, рег.№ 21464-07.
	Микрошприцы типа МШ-10М, рег.№ в Фиф 8235-81, вместимость $10 \cdot 10^{-3}$ см <sup>3</sup> .
	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 $-50$ °С до $+300$ °С, цена деления $0,1$ °С, абс.погрешность $\pm 0,05$ °С, рег.№ в ФИФ – 61806-15.
	Колбы мерные, класс точности 2, вместимостью 10,25,100,250,500 см <sup>3</sup> , ГОСТ 1770-74.
	Пипетки, класс точности 2, вместимостью 1 см <sup>3</sup> , ГОСТ 29227-91.
3.2.2 - 3.3	Колонка стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5 % силикона SE-30 или аналог.
3.2.2 - 3.3	Колонка стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм или аналог.
3.2.2 - 3.3	Колонка капиллярная длина от 5 до 105 м, диаметр от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.
3.2.2 - 3.3	Колонка стальная, длина от 1 до 4 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм или аналог.
3.2.2 - 3.3	Капиллярная колонка Rtx-1 длина 100 м, диаметр 0,53 мм.
3.2.2 - 3.3	Капиллярная колонка «Molsieve 5A PLOT».
3.2.2 - 3.3	Колонка GS-GasPro длина 60 м, диаметр 0,32 мм.
3.2.7	Колонка HP-5 (5% фенилметилсиликон) длина 30 м, диаметр 0,32 м, толщиной пленки до 0,25 мкм или аналогичная.
3.2.2-3.3	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 аналогичная.
3.2.2 - 3.3	Азот газообразный технический особой чистоты, ГОСТ 9293-74, 1 сорт, объемная доля основного вещества 99,999 %. Аргон газообразный высшего сорта ГОСТ 10157-2016, объемная доля основного вещества 99,993 %. Аргон газообразный высокой чистоты 5.5, 6.0 ТУ 2114-006-45905715-2010, объемная доля основного вещества 99,9995 %.

	ТУ 2114-005-53373468-2006, объемная доля основного вещества от 99,9996 до 99,9999 %.
3.2.2 - 3.3	Гелий газообразный, марка А, ТУ9271-135-31323949-2005, объемная доля основного вещества 99,995 %. Гелий высокой чистоты марка 5.5, ТУ 0271-001-45905715-02 с изм1, объемная доля основного вещества 99,9995 %. Гелий высокой чистоты марка 6.0, ТУ 0271-001-45905715-02 с изм1, объемная доля основного вещества 99,9999 %.
3.2.2 - 3.3	Водород технический, марка А, объемная доля основного вещества не менее 99,99 %, ГОСТ 3022-80.
3.2.2 - 3.3	СО состава газовой смеси пропан в гелии, объемная доля пропана от 0,1 до 0,5 %, ГСО 10655-2015.
3.2.2 - 3.3	СО состава газовой смеси пропан-азот, объемная доля пропана от 0,1 до 0,5 %, ГСО 10651-2015.
3.2.2 - 3.3	СО состава газовой смеси: водород-азот, объемная доля водорода от 0,6 до 1,0 %, ГСО 10532-2014.
3.2.2 - 3.3	СО состава сероводород-азот, массовая концентрация сероводорода от 9 до 25 мг/м <sup>3</sup> , ГСО 10538-2014.
3.2.2 - 3.3	СО состава сероводород-метан, массовая концентрация сероводорода от 4 до 20 мг/м <sup>3</sup> , ГСО 10538-2014.
3.2.2 - 3.3	СО состава кислород, водород- аргон, массовая доля кислорода от 0,01 до 0,03 %, массовая доля водорода от 0,01 до 0,03 % ГСО 10611-2015.
3.2.2 - 3.3	Стандартный образец состава искусственной смеси азот, водород, кислород, метан – аргон, ГСО 10532-2014 объемная доля азота от 5 до 15 млн. <sup>-1</sup> . объемная доля водорода от 5 до 15 млн. <sup>-1</sup> . объемная доля кислорода от 5 до 15 млн. <sup>-1</sup> . объемная доля метана от 5 до 15 млн. <sup>-1</sup> .
3.2.2 - 3.3	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси дихлорметан, хлороформ, дихлорэтан, четыреххлористый углерод, трихлорэтилен, тетрахлорэтилен в азоте, ГСО 10550-2014 массовая концентрация дихлорметана от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup> . массовая концентрация хлороформа от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup> . массовая концентрация дихлорэтана от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup> . массовая концентрация четыреххлористого углерода от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup> . массовая концентрация трихлорэтилена от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup> . массовая концентрация тетрахлорэтилена от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup> .
3.2.2 - 3.3	Гептан эталонный, массовая доля основного вещества не менее 99 %, ГОСТ 25828-83.
3.2.2 - 3.3	Линдан, массовая доля основного вещества не менее 98,7 %, ГСО 8890-2007.
3.2.2 - 3.3	Метафос (паратион-метил), массовая концентрация метафоса 113 мг/дм <sup>3</sup> , ГСО 11056-2018.

3.2.2 - 3.3	Гексан х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,00 %, ТУ 6-09-4521-84.
3.2.2 - 3.3	Октан х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,8 %, ТУ 6-09-661-76.
3.2.2 - 3.3	Нонан ч., массовая доля основного вещества не менее 99,5 %, ТУ 6-09-3731-74.
3.2.2 - 3.3	Бензол х.ч., массовая доля основного вещества не менее 99,4 %, ГСО 7141-95.
3.2.7.	Гексахлорбензол, массовая доля основного вещества не менее 99,6%, ГСО 9106-2008.
3.2.7.	Изооктан, массовая доля основного вещества не менее 99,9%, ТУ 6-09-921-76.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

При наличии нормативной документации на МИ 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).

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

## 2 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

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

2.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовка хроматографа в соответствии с НД;

- приготовление контрольных растворов (инструкция по приготовлению контрольных растворов приведена в приложении 1);

### 2.3 Требования безопасности

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

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

2.3.3. При эксплуатации хроматограф должен быть заземлен.

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

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

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

Периодическая поверка у заказчика проводится в одном из двух вариантов:

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

### 3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают следующее:

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

### 3.2 Опробование

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

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

Идентификационные данные программного обеспечения:

Наименование программного обеспечения	Хромос
Идентификационное наименование программного обеспечения	CalcModule.dll
Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	1.2
Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	37c2b7ab

Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного кода	CRC-32
--	--------

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Условия проведения поверки детекторов хроматографа приведены в таблице 3.

Таблица 3-Условия проведения поверки

Детектор	Наименование параметров режима	Значение параметра	Применяемая колонка
ПИД, ПИД повышенной чувствительности	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя	80 ± 20 180 ± 10	Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение от 0,16 до



	-крана-дозатора -детектора Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель (насадочная колонка) -газ-носитель (капиллярная колонка) -водород -воздух - газ поддува	80 ± 10 180 ± 10  25 ± 5 Оптимальный для применяемой колонки 25 ± 5 250 ± 50 25 ± 5	0,20 мм), пропитанный 5 % силикона SE-30. Для крана-дозатора: стальная, длина 1м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм., капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная; для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.
ПФД-S	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -детектора  Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель (насадочная колонка) -газ-носитель (капиллярная колонка) -водород -воздух -поддув (азот, аргон)	200 ± 20 250 ± 20 150 ± 10  30 ± 5 Оптимальный для применяемой колонки 140 ± 10 90 ± 10 90 ± 10	1. для поверки по метафосу: Для испарителя: - стеклянная разноплечая, длина 1-2 м., жидкая фаза – силикон SE-30 (3-5) % от массы носителя, носитель – хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS, фракция от 0,16 до 0,20 мм; - капиллярная колонка с неполярной фазой, длиной не более 30м и толщиной НЖФ не более 1мкм, например, VB-1 30 м x 0,53 мм x 0,5 мкм
	Температура термостатов, °С: -колонок -кран-дозатор -испаритель -детектора  Расходы, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель (насадочная колонка) -газ-носитель (капиллярная колонка) -водород -воздух -поддув (азот, аргон)	50 ± 20 80 ± 10 80 ± 10 140 ± 10  20 ± 10 Оптимальный для применяемой колонки 140 ± 10 90 ± 10 90 ± 10	2. для поверки по сероводороду: - капиллярная колонка длиной от 5 до 105 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, типа VB-1, VB-5, GasPro или аналогичная

ЭЗД	<p>Температура термостатов, °С:          -колонок          -испарителя          -детектора</p> <p>Тип газа-носителя          Расходы, см<sup>3</sup>/мин:          -газ-носитель (насадочная колонка)          -газ-носитель (капиллярная колонка)          - газ поддува</p>	<p>200 ± 20          250 ± 20          250 ± 50</p> <p>азот (ОСЧ)</p> <p>30 ± 5</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки          30 ± 2</p>	<p>Для испарителя: стеклянная, длина от 1 до 2 м., жидкая фаза – силикон SE-30 от 3 до 5 % от массы носителя, носитель – хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS, фракция от 0,16 до 0,20 мм (или инертон);          для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной от 30 до 60 метров, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.</p>
ФИД	<p>Температура термостатов, °С:          -колонок          -испарителя          -детектора</p> <p>Тип газа-носителя          Расход, см<sup>3</sup>/мин:          -газ-носитель (насадочная колонка)          -газ-носитель (капиллярная колонка)          - газ поддува</p>	<p>60 ± 20          180 ± 20          180 ± 20</p> <p>азот (гелий)</p> <p>20 ± 5</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки          15±5</p>	<p>Для насадочного испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5 % силикона SE-30;          для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной от 20 до 60 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.</p>
ТИД	<p>Температура термостатов, °С:          -колонок          -испарителя          -детектора</p> <p>Тип газа-носителя          Расходы, см<sup>3</sup>/мин:          -газ-носитель (насадочная колонка)          -газ-носитель (капиллярная колонка)          -водород          -воздух          - газ поддува</p>	<p>190 ± 20          230 ± 20          330 ± 5</p> <p>азот (гелий)</p> <p>25 ± 5</p> <p>Оптимальный для применяемой колонки          13 ± 2          150 ± 20          20 ± 5</p>	<p>Для насадочного испарителя: стеклянная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5 % силикона SE-30;          для капиллярного испарителя: капиллярная колонка длиной от 20 до 60 м, диаметром от 0,25 до 0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная.</p>

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

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

<p>ДТП микрообъемный «Valco»</p>	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расходы, см<sup>3</sup>/мин: -газ-носитель - сравнительный газ</p> <p>Напряжение моста, В</p>	<p>80 ± 20 150 ± 10 80 ± 10 150 ± 20</p> <p>гелий</p> <p>8 ± 2 8 ± 2</p> <p>2,5</p>	<p>Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернение от 0,16 до 0,20 мм, пропитанный 5 % силикона SE-30; для крана-дозатора: стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p>
<p>Термохимический детектор ТХД</p>	<p>Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя Расход, см<sup>3</sup>/мин: -газ-носитель -газ поддува</p> <p>Напряжение моста, В</p>	<p>50 ± 15 80 ± 10 60 ± 10</p> <p>аргон</p> <p>15 ± 5 3 -10</p> <p>2 ± 0,2</p>	<p>Стальная, длина от 1 до 2 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция от 0,2 до 0,35 мм.</p>
<p>Детектор ПРД</p>	<p>Температура термостатов, °С: -колонок - крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя</p> <p>Расходы, см<sup>3</sup>/мин: -газ-носитель -газ разряда</p> <p>Температура термостатов, °С: -колонок - крана-дозатора -детектора</p> <p>Тип газа-носителя</p> <p>Расходы, см<sup>3</sup>/мин: -газ-носитель -газ разряда</p>	<p>80 ± 20 80 ± 10 120 ± 5</p> <p>гелий 5.5 гелий 6.0</p> <p>6 ± 1 30 ± 3</p> <p>80 ± 20 80 ± 10 80 ± 5</p> <p>гелий 5.5 гелий 6.0</p> <p>12 ± 3 45 + 5</p>	<p>Капиллярная колонка «Molsieve-5A PLOT» длиной от 30 до 60 м, диаметром 0,53 мм или аналогичная.</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>Расход, см<sup>3</sup>/мин:          -газ-носитель (азот)</p>	<p>50 ± 15          100 ± 20          200 ± 20</p> <p>Оптимальный относительно применяемой колонки</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.
Детектор ППФД	<p>Температура термостатов, °С:          -колонок          -крана-дозатора          -детектора</p> <p>Расход, см<sup>3</sup>/мин:          -газ-носитель</p>	<p>50 ± 15          100 ± 20          230 ± 20</p> <p>Оптимальный относительно применяемой колонки</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.
Детектор ПЭД	<p>Температура термостатов, °С:          -колонок          -крана-дозатора          -детектора</p> <p>Расход, см<sup>3</sup>/мин:          -газ-носитель (аргон 6.0)          -газ поддува</p>	<p>45 ± 15          60</p> <p>20 ± 5</p> <p>30</p>	Для крана-дозатора: стальная, длина 2 м, сорбент: молекулярные сита NaX, фракция 60/80 меш.
Детектор МСД	<p>Температура:          - термостата испарителя, °С          - интерфейса, °С          - источника ионов, °С          - квадруполя, °С          - режим программирования температуры термостата колонок:          90 °С, мин          Конечная температура 230 °С, мин          - скорость нагрева, °С/мин          - расход газа-носителя (гелия) в режиме</p>	<p>300          250          230          150</p> <p>3</p> <p>0</p> <p>10</p>	Капиллярная колонка (5% фенилметилсиликон) длина 30 м, диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм.

	постоянного потока, мл/мин	1,0	
ГСД	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора	60 ± 20 80 ± 30 220 ± 50	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.
	Расход, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель азот (гелий)	Оптимальный относительно применяемой колонки	
	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -детектора	200 ± 20 250 ± 30 220 ± 20	
	Расход, см <sup>3</sup> /мин: -газ-носитель азот (гелий)	Оптимальный относительно применяемой колонки	

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

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

$$\Delta'x = \Delta x \cdot K_{пр}$$

где  $\Delta x$  – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала в милливольтгах (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, ТХД  $K_{пр} = 10^{-5} \text{ В/мВ}$

ПРД «Valco», ПЭД

$$K_{\text{пр}} = 10^{-3} \text{ В/мВ}$$

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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



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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.6. Для определения предела детектирования вводят в хроматограф, соответствующий проверяемому детектору контрольный образец (таблица 5). Раствор объемом от  $0,0001$  до  $0,002 \text{ см}^3$  вводят с помощью микрошприца, газовую смесь от  $0,1$  до  $2 \text{ см}^3$  - газовым краном-дозатором или газоплотным шприцем.

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

Таблица 5 - Контрольные образцы

Детекторы	Контрольная смесь	Концентрация, насадочный вариант	Объем пробы	Концентрация, капиллярный вариант	Объем пробы
ПИД, ПИД повышен- ной чувствительности	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см <sup>3</sup>	от $0,001$ до $0,002 \text{ см}^3$	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см <sup>3</sup>	от $0,0001$ до $0,001 \text{ см}^3$
	Пропан в гелии	от $0,1$ до $0,5 \%$	от $0,01$ до $2 \text{ см}^3$	от $0,1$ до $0,5 \%$	от $0,01$ до $2 \text{ см}^3$
	Пропан в азоте	от $0,1$ до $0,5 \%$	от $0,01$ до $2 \text{ см}^3$	от $0,1$ до $0,5 \%$	от $0,01$ до $2 \text{ см}^3$
ДТП проточный	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см <sup>3</sup>	от $0,001$ до $0,002 \text{ см}^3$	-	-
	Пропан в гелии	от $0,1$ до $0,5 \%$	от $0,01$ до $2 \text{ см}^3$	-	-

	Водород в азоте	от 0,6 до 1,0 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
ДТП проточный повышенной чувствительности	Пропан в гелии	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ 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>	-	-
ДТП полудиффузионный	Водород в азоте	от 0,6 до 1,0 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
ДТП микрообъемный	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>	-	-
ДТП микрообъемный «Valco»	Пропан в гелии	от 0,1 до 0,5 %	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>	-	-
ТИД	Метафос в ацетоне	$1 \cdot 10^{-6}$ г/см <sup>3</sup>	$2 \cdot 10^{-3}$ см <sup>3</sup>	$1 \cdot 10^{-5}$ г/см <sup>3</sup>	$1 \cdot 10^{-3}$ см <sup>3</sup>
ЭЗД	Линдан в гексане	$2 \cdot 10^{-8}$ г/см <sup>3</sup>	$2 \cdot 10^{-3}$ см <sup>3</sup>	$2 \cdot 10^{-7}$ г/см <sup>3</sup>	$1 \cdot 10^{-3}$ см <sup>3</sup>
ПФД-S	Метафос в гексане	$1 \cdot 10^{-5}$ г/см <sup>3</sup>	$2 \cdot 10^{-3}$ см <sup>3</sup>	$1 \cdot 10^{-4}$ г/см <sup>3</sup>	от 0,001 до 0,002 см <sup>3</sup>
	Сероводород в азоте	-	-	от 9 до 25 мг/м <sup>3</sup>	от 2 до 0,25 см <sup>3</sup>
	Сероводород в метане	-	-	от 4 до 20 мг/м <sup>3</sup>	от 2 до 0,25 см <sup>3</sup>
ФИД	Бензол в нонане	$1 \cdot 10^{-4}$ г/см <sup>3</sup>	$2 \cdot 10^{-3}$ см <sup>3</sup>	$1 \cdot 10^{-4}$ г/см <sup>3</sup>	$1 \cdot 10^{-3}$ 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 1 до 20 мг/м <sup>3</sup>	от 1 до 0,25 см <sup>3</sup>
ППФД	Сероводород в метане (азоте, гелии)	-	-	от 1 до 20 мг/м <sup>3</sup>	от 1 до 0,25 см <sup>3</sup>
ПЭД	Азот в аргоне	от 5 до 15 млн <sup>-1</sup>	1 см <sup>3</sup>	-	-
	Водород в аргоне	от 5 до 15 млн <sup>-1</sup>	1 см <sup>3</sup>	-	-
	Кислород в аргоне	от 5 до 15 млн <sup>-1</sup>	1 см <sup>3</sup>	-	-
	Метан в аргоне	от 5 до 15 млн <sup>-1</sup>	1 см <sup>3</sup>	-	-
МСД	Гексахлорбензол в изооктане	-	-	0,01 мкг/см <sup>3</sup>	0,001 см <sup>3</sup>
ГСД	Линдан в гексане	-	-	0,01 мг/ см <sup>3</sup>	1·10 <sup>-3</sup> см <sup>3</sup>
	Дихлорметан в азоте	-	-	от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup>	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>
	Хлороформ в азоте	-	-	от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup>	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>
	Дихлорэтан в азоте	-	-	от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup>	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>
	четырёххлористый углерод в азоте	-	-	от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup>	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>
	Трихлорэтилен в азоте	-	-	от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup>	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>
	Тетрахлорэтилен в азоте	-	-	от 0,3 до 30 мг/м <sup>3</sup>	от 0,01 до 2 см <sup>3</sup>

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

$$J_{min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot t}{60 \cdot S_{cp}}$$

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

$$C_{min} = \frac{2\Delta x \cdot t}{S_{cp} \cdot V_{гн}}$$

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

$t$  - масса контрольного вещества, г;

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

$V_{гн}$  - 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:

$$m = V \cdot C \cdot K$$

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 (паратион-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:

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

где  $V_d$  - объем дозы крана, см<sup>3</sup>;

$C$  - объемная доля контрольного вещества в газовой смеси, %<sub>об</sub>;

$P$  - давление в дозе, мм.рт.ст;

$R$  - газовая постоянная  $R = 62,364$  мм.рт.ст · дм<sup>3</sup>/(моль·К);

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

$T$  - температура крана (дозы), °С.

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

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

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 ‰ исходя из того, что

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

$$C\%_{об} = C_{ppm} \cdot 10^{-4}$$

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:

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

где  $m_u$  - масса контрольного компонента, вводимого в испаритель,

$K$  - коэффициент деления пробы.

Коэффициент  $K$  равен:

$$K = 1 + \frac{Q_{сб}}{Q_k}$$

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

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

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

Таблица 6- Пределы детектирования детекторов

Детектор	Значение предела детектирования
ПИД, по гептану или пропану, гС/с	$1,3 \cdot 10^{-12}$
ПИД повышенной чувствительности по гептану или пропану, гС/с	$1,0 \cdot 10^{-12}$
ДТП проточный, по гептану или пропану, г/см <sup>3</sup> , газ-носитель гелий	$8,0 \cdot 10^{-10}$

ДТП проточный, по водороду, г/см <sup>3</sup> , газ-носитель аргон	1,0·10 <sup>-10</sup>
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по гептану или пропану, г/см <sup>3</sup> , газ-носитель гелий	3,5·10 <sup>-10</sup>
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по водороду, г/см <sup>3</sup> газ-носитель аргон	8,0·10 <sup>-11</sup>
ДТП полудиффузионный, по водороду, г/см <sup>3</sup> , газ-носитель аргон	8,0·10 <sup>-11</sup>
ДТП микрообъемный, по гептану или пропану, г/см <sup>3</sup> , газ-носитель гелий	1,0·10 <sup>-9</sup>
ДТП микрообъемный, по водороду, г/см <sup>3</sup> , газ-носитель аргон	7,0·10 <sup>-10</sup>
ДТП микрообъемный «Valco», по гептану или пропану, г/см <sup>3</sup> , газ-носитель гелий	5,0·10 <sup>-9</sup>
ТИД, по фосфору в метафосе с ацетоном, гР/с	1,8·10 <sup>-14</sup>
ЭЗД, по линдану в гексане, г/с	1,7·10 <sup>-14</sup>
ПФД-S, по сере в метафосе, гS/с	1,0·10 <sup>-12</sup>
ПФД-S, по сероводороду в азоте, г/с	1,0·10 <sup>-13</sup>
ПФД-S, по сероводороду в метане, г/с	8,0·10 <sup>-13</sup>
ФИД (лампа КрРВ), по бензолу, г/с	2,0·10 <sup>-13</sup>
ПРД, по метану в гелии, г/с	2,2·10 <sup>-13</sup>
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/с	5,0·10 <sup>-13</sup>
ППФД, по сере, гS/с	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>

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.7. Определение соотношения сигнал/шум для МСД выполняют при дозировании соответствующей контрольной смеси (таблица 7).

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. Сбор данных для расчета соотношения сигнал/шум проводят в ходе последовательных вводов контрольного раствора. Число вводов контрольного раствора должно быть не менее 5 раз. Перед началом введения контрольного раствора проводят автоматическую настройку МСД. Количество вводимого контрольного раствора 1 мм<sup>3</sup>. При регистрации сигнала МСД используют режим сбора данных по выбранным ионам. Соотношение сигнал/шум определяют с помощью системы обработки данных. Ввод пробы осуществлять в режиме «без деления потока» методом пульсирующего ввода. Температура испарителя 300 °С, температура интерфейса МСД 250 °С, температура источника ионов МСД 230 °С, температура квадруполя МСД 150 °С. режим программирования температуры термостата колонок: 90 °С – 3 мин, конечная температура 230 °С – 1 мин, скорость нагрева 10 °С/мин. Расход газа-носителя (гелия) 1,0 мл/мин в режиме постоянного потока. Использовать хроматографическую колонку (5% фенилметилсиликон) 30м x 0,25 мм x 0,25 мкм.

Результаты поверки считать положительными, если среднее значение соотношения сигнал/шум из пяти измерений соответствует критериям, приведенным в таблице 7.

Таблица 7 – 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>	150:1 (по m/z 238.8)

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3.3 Определение метрологических характеристик

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

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

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

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

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

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

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

Значения ОСКО площадей пиков не должно превышать значений, указанных в таблице 8.

Таблица 8 – Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала (площади, времени удерживания) в изотермическом режиме при ручном и автоматическом дозировании

Наименование характеристики	Значение
Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала хроматографа ( время удерживания) при автоматическом дозировании, %, не более:	
ПИД, ПИД повышенной чувствительности, ЭЗД, МСД	0,1
ДТП	1
Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала хроматографа ( площадь пика) при при автоматическом дозировании, %, не более:	
ПИД ( колонка насадочная/колонка капиллярная)	1
ПИД повышенной чувствительности капиллярная колонка	1
ЭЗД, ДТП	1
МСД	4
Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала хроматографа ( время 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
Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала хроматографа ( площадь пика) при ручном дозировании, %, не более:	
ПИД ( колонка насадочная/колонка капиллярная)	2/4
ПИД повышенной чувствительности ( колонка насадочная/колонка капиллярная)	2/4
ДТП проточный (газовый кран/жидкость в испаритель)	1/2
ДТП проточный, повышенной чувствительности (газовый кран/жидкость в	1/2



ПИД повышенной чувствительности (колонка насадочная/колонка капиллярная)	2/4
ДТП проточный (газовый кран/жидкость в испаритель)	1/2
ДТП проточный, повышенной чувствительности (газовый кран/жидкость в испаритель)	1/2
ДТП полудифузионный, 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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

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

#### 4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

1. Сведения о результатах поверки комплекса хроматографического газового «Хромос ГХ-1000» передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.
2. При удовлетворительных результатах поверки, по заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку, на средство измерений наносится знак поверки, и (или) выдается свидетельство о поверке средства измерений, и (или) в паспорт (формуляр) СИ вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки. Знак поверки наносится давлением на специальную мастику.
3. При неудовлетворительных результатах поверки, СИ признают непригодным к применению, и, по заявлению владельца СИ или лица, представившего его на поверку, выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

Операции поверки, режимы и средства поверки при специальных анализах.

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.)

Специальные анализы:

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 поверки должна быть проведена градуировка хроматографического комплекса, согласно п.10.12 СТО 03-7.76-2016, «Установление градуировочных характеристик»

### 1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 1- Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
1. Внешний осмотр	3.1	Да	Да	Да
2. Опробование	3.2.			
2.1 Проверка прочности электрической изоляции	3.2.1	Да	Да*	Нет
2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции	3.2.2	Да	Да*	Нет
2.3 Проверка качества заземления	3.2.3.	Да	Да*	Нет
2.4 Проверка идентификационных данных программного обеспечения	3.2.4	Да	Да	Да
2.5 Тестирование на отсутствие ошибок	3.2.5	Да	Да	Да
2.6 Определение уровня флуктуационных шумов и уровня дрейфа	3.2.6	Да	Да	Да
2.7 Проверка качества разделения колонок и разметки хроматограмм	3.2.7	Да	Да	Да
2.8. Определение предела детектирования	3.2.8	Да	Да	Да

Наименование операции	Номер подраздела пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
3.Контроль метрологических характеристик	3.3.	Да	Да	Да
3.1.Проверка повторяемости результатов единичных измерений (при последовательных определений)	3.3.1	Да	Да	Да
3.2.Контроль точности результатов измерений	3.3.2	Да	Да	Да

1)- при утверждении типа

\* - если производился ремонт электрических цепей

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

Таблица 2 - Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки, обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
3.2.1	Прибор для испытания электрической прочности УПУ-10, погрешность измерения $\pm 4\%$ , диапазон измерений: (0-10) кВ
3.2.2	Мегаомметр М4100/4 по ТУ 24-04-2130-78, Класс точности -1, диапазон измерений (5-3.10 <sup>6</sup> ) кОм, регистрационный № 3424-73 в ФИФ.
3.2.3	Мультиметр цифровой АРРА-105N, пределы измерений переменного напряжения (4-400) В, погрешность $\pm (0,005 \cdot X + 5к)$ , предел измерения переменного тока (40 мА- 10 А), погрешность $\pm(0,02 \cdot X + 5к)$ , регистрационный №21501-07 в ФИФ.
3.2.3	Вольтамперметр М2044, погрешность измерения $\pm 0,2 \%$ , диапазон измерений от 0 до 30 А, регистрационный № 10077-85 в ФИФ
3.2.1-3.3.2	Термогигрометр Testo 622: диапазон измерения абсолютного давления от 300 до 1200 гПа, погрешность $\pm 5$ гПа, диапазон измерения температур от минус 10 °С

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
	до плюс 60 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,4$ °С, диапазон измерения влажности от 10 до 95 %, абсолютная погрешность $\pm 3$ %, регистрационный № 53505-13 в ФИФ.
3.2.6 -3.3.2	Колонка стальная, 1 м х 3 мм, сорбент - молекулярные сита СаА 5А°, фракция 60/80 меш.
3.2.6 -3.3.2	Колонка стальная, 1 м х 3 мм, сорбент - НayeSep N 80/100 меш.
3.2.6 -3.3.2	Колонка стальная, 0.22 м х 5 мм, сорбент - молекулярные сита СаА 5А°, фракция 60/80 меш.
3.2.6 -3.3.2	Колонка стальная, 0.2 м х 2 мм, сорбент – стекловолокно (слой 1 см).
3.2.6 -3.3.2	Гелий газообразный, марка «А» по ТУ 0277-135-31323949, объемная доля основного вещества 99,995 %
3.2.6 -3.3.2	Воздух сжатый по ГОСТ 17433-80
3.2.6 -3.3.2	Азот жидкий по ГОСТ 9293

1.3 При проведении поверки используется – контрольная газовая смесь ГСО 10532-2014, применяемая для контроля точности измерений, согласно СТО 03-7.76-2016.

Компонентный состав контрольной газовой смеси - ГСО 10532-2014 приведен в таблице 3.

Таблица 3 - Компонентный состав контрольной газовой смеси

Наименование поверочной смеси	Компонентный состав	Номинальное значение объемной доли компонента, %	Пределы допускаемого отклонения, $\pm$ д, % (объемная доля)	Пределы допускаемой относительной погрешности %
Контрольная смесь №4 ГСО 10532-2014	Ne	0,0010	0,0002	8
	H <sub>2</sub>	0,0005	0,0001	
	O <sub>2</sub>	0,0005	0,0001	
	N <sub>2</sub>	0,0005	0,0001	
	CH <sub>4</sub>	0,0005	0,0001	
	CO	0,0005	0,0001	
	CO <sub>2</sub>	0,0005	0,0001	
	He	остальное		

1.4 Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены в установленные сроки в соответствии с приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», (с изменениями на 28 декабря 2018 года)

1.5 Материалы и реактивы должны соответствовать требованиям, указанным в соответствующих сертификатах.

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

1.7 Расчет уровня шумов, дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования и метрологических характеристик проводят с использованием программного обеспечения "Хромос".

1.8 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.

## **2 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ**

2.1 При проведении поверки, согласно п. 5.3.1 ГОСТ 28198-89, должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды - (15-35) °С;
- относительная влажность - от 25 % до 75 %;
- атмосферное давление - от 86 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) В;
- частота переменного тока – (50  $\pm$  0,2) Гц;

### **2.2 Требования безопасности**

2.2.1. Все работы, относящиеся к поверке хроматографа, должны быть выполнены с соблюдением требований безопасности, приведенных в руководствах по эксплуатации хроматографического комплекса ХАС2.320.003 РЭ и систему криоконцентрирования СК1 ХАС 2.573.008-01 РЭ а также в приказе Минтруда России от 24.07.2013 N 328н (ред. от 15.11.2018) "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок"

2.2.2. При поверке должны быть соблюдены требования безопасности и санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (с Изменениями N 1, 2). ГОСТ и ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

2.2.3. При эксплуатации хроматограф и система криоконцентрирования СК1 должны быть заземлены.

2.3 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовка хроматографического комплекса к работе в соответствии с руководствами по эксплуатации на комплекс хроматографический газовый «Хромос ГХ-1000» ХАС 2.320.003 РЭ и на систему криоконцентрирования СК1 ХАС 2.573.008-01 РЭ.
- градуировка хроматографического комплекса в соответствии с СТО 03-7.76-2016.

### 2.3.1 Режим работы комплекса при проведении поверки

Режим работы комплекса при проведении поверки соответствует режиму хроматографического анализа в соответствии с требованиями СТО 03-7.76-2016 (пункт 9.9) и рекомендациям изготовителя комплекса хроматографического, в том числе:

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

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

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

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

### 3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливаются:

- комплектность хроматографического комплекса;
- соответствие комплектности хроматографа, системы криоконцентрирования и номеров блоков паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей, отсутствие повреждений.

### 3.2 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

### 3.2.1 Проверка прочности электрической изоляции

Прочность изоляции силовых цепей проверяется прибором для испытания электрической прочности УПУ-10 испытательным напряжением 1500 В, частотой 50 Гц.

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

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

### 3.2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции

Измерение сопротивления изоляции проводят мегаомметром М4100/4 при испытательном напряжении 500 В.

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

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

### 3.2.3 Проверка качества заземления

Проверку качества заземления хроматографа проводят измерением сопротивления при помощи мультиметра цифрового АРРА-105N и вольтметра М2044 между заземляющей клеммой и любой, доступной прикосновению, металлической нетоковедущей частью хроматографа, которая может оказаться под напряжением. Измеренное сопротивление должно быть не более

0,1 Ом.

### 3.2.4. Проверка идентификационных данных программного обеспечения

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, отобразится требуемая информация.

Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного кода -CRC-32

Таблица 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

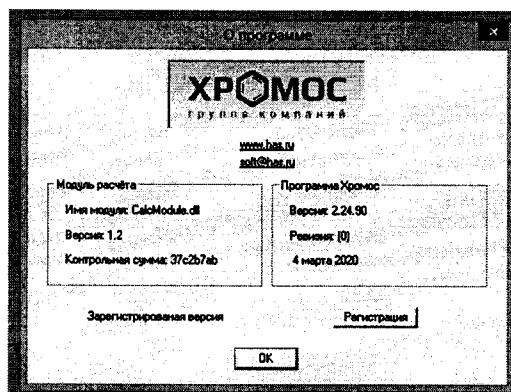


Рис.1 Пример отображения в ПО информации об идентификационных данных программного обеспечения

### 3.2.5 Тестирование комплекса на отсутствие ошибок

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

### 3.2.6 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевых сигналов детекторов ДТП1, ДТП2, ТХД.

После выхода хроматографического 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 Рис.2

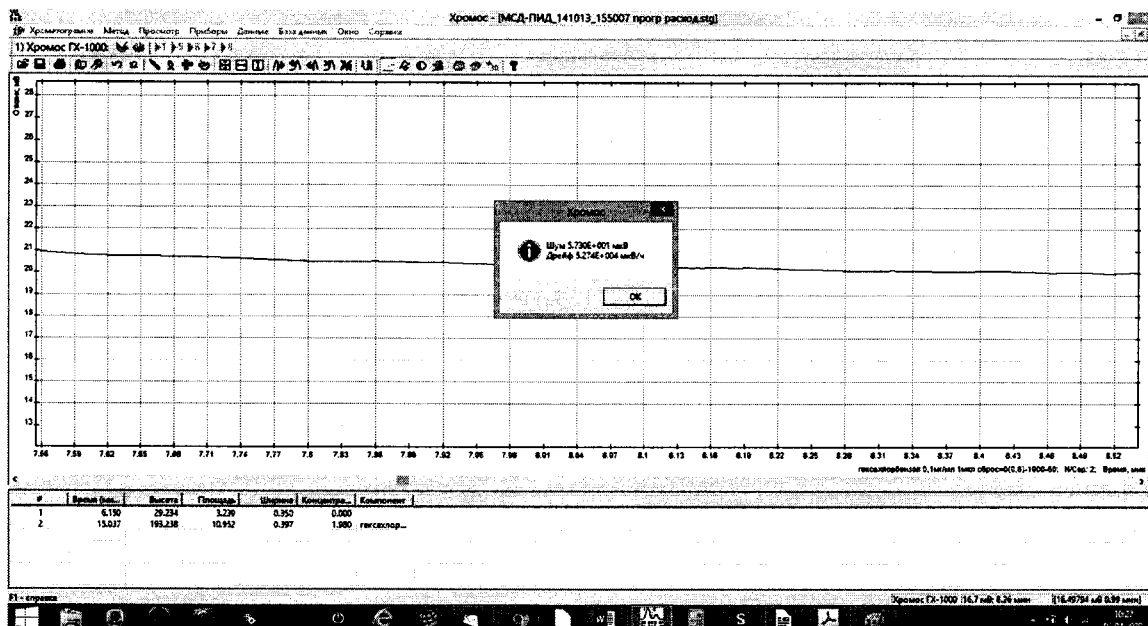


Рис.2 Пример отображения информации об уровне шумов и дрейфа нулевого сигнала

Повторить эту процедуру для каждого из каналов детектирования.

Измеренные значения уровня шумов и дрейфа для каждого из детекторов не должны превышать значений, указанных в таблице 5

Таблица 5. 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

### 3.2.7. Определение качества разделения пиков и правильности разметки пиков ПО

Осуществляют пробный ввод ГСО 10532-2014 в криоконцентратор со штатным объемом накопления  $400 \text{ см}^3$ . 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

### 3.2.8. Определение пределов детектирования детекторов ДТП1, ДТП2, ТХД

3.2.8.1 Осуществляют ввод контрольной смеси ГСО 10532-2014 в криоконцентратор со штатным объемом накопления 400 см<sup>3</sup>. Записывают хроматограммы по трем каналам детектирования.

3.2.8.2. Производят обработку пиков на хроматограммах и измеряют высоты пиков компонентов.

3.2.8.3. Повторяют операции по п.п. 3.2.8.1.-3.2.8.2. пять раз.

3.2.8.4. Вычисляют пределы детектирования для каждого компонента по формуле

$$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot C}{\bar{H}}$$

где:  $\Delta x$  – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала соответствующего детектора, мВ (см. п. 3.2.6.);

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

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

3.2.8.5. Найденные значения  $C_{min}$  при соотношении сигнал/шум=2, не должны превышать значений пределов детектирования, указанных в Таблице 6, согласно раздела 1 СТО 0307.76-2016, примечание к Таблице 1,

Таблица 6

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

### 3.3. Контроль метрологических характеристик по СТО 03-7.76-2016

#### 3.3.1. Проверка повторяемости результатов единичных измерений

Выполняют серию из 4-х измерений контрольной смеси. Сохраняют хроматограммы в папку. 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 10.1 СТО 03-7.76-2016

$$S_{O\bar{A}} = \frac{100}{\bar{A}} \cdot \sqrt{\frac{\sum(A_i - \bar{A})^2}{n(n-1)}} \quad (10.1)$$

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.

Полученное значение ОСКО не должно превышать допускаемого значения  $ОСКО=1\%$  при градуировке

$$(S_{O\bar{A}}) \leq (S_{OA}) \quad (1.2) \quad (10.2).$$

В случае невыполнения условия (10.2) получают 4 новых результата измерений площадей пиков, рассчитывают относительное среднее квадратическое значение

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

### 3.3.2. Контроль точности результатов измерений

3.3.2.1. 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.

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 14.1 СТО 03-7.76-2016

$$K_K = |C_{\text{изм}} - C_{\text{ат}}|, \quad 1.3 \quad (14.1)$$

где:  $C_{\text{изм}}$  - результат контрольного измерения объемной доли примеси в образце для контроля (%)  
- среднее арифметическое двух результатов последовательных определений, для которых выполняется условие

$$|C_1 - C_2| \leq \frac{0,01 \cdot r \cdot C_1 + C_2}{2}, \quad 1.4 \quad (12.3)$$

где:  $C_1$  и  $C_2$  - значения концентраций компонента при первом и втором измерении

$r$  - предел повторяемости. Значения  $r$  приведены в таблице 4 СТО 03-7.76-2016

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

Значение норматива контроля  $K$ :

$$K = 0,20 \cdot C_{ат}$$

При невыполнении условия:

$$K_k \leq K$$

контрольную процедуру повторяют.

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

Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме, например, приведенной в приложении Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

### Протокол поверки

Комплекса хроматографического газового «Хромос ГХ-1000» с системой криоконцентрирования СК1

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		$K=0.20 \cdot C_{\text{атт}}$
Водород		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{\text{атт}}$
Кислород + аргон		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{\text{атт}}$
Азот		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{\text{атт}}$
Метан		0,00002		1		$K=0.20 \cdot C_{\text{атт}}$
Оксид углерода		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{\text{атт}}$
Диоксид углерода		0,00001		1		$K=0.20 \cdot C_{\text{атт}}$

Заключение о годности: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

Поверитель \_\_\_\_\_  
(Измененная редакция, Изм. № 1).

## ПРИЛОЖЕНИЕ В

### Инструкция по приготовлению контрольных растворов

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

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.

#### В.1 Процедура приготовления растворов

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

$$C = \frac{m}{V}$$

где  $m$  - масса контрольного вещества, мг;

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

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

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

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

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

В.1.6 Вычисляют массу контрольного вещества  $m$ , мг, по формуле:

$$m = m_2 - m_1$$

В.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.

В.1.8 Рассчитывают массовую концентрацию контрольного вещества по Б.1.1.

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

$$C_n = \frac{C_{n-1} V_{n-1}}{100}$$

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>.

В.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  $C_{n-1}$ .

В.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.

## В.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.

(Измененная редакция, Изм. № 1).