

**УТВЕРЖДАЮ**

Директор НИИП «Экан»  
В.В. Кащеев  
2007 г.



**СОГЛАСОВАНО**

Руководитель ЦИ СИ ФГУП «ВНИИМС»  
В.Н. Яншин  
2007 г.



## ИНСТРУКЦИЯ

# ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ ПОРТАТИВНЫЕ «ФГХ»

## МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 16615-07

МОСКВА 2007 г.

Настоящие методические указания распространяются на портативный газовый хроматограф ФГХ с фотоионизационным детектором и устанавливают методы и средства его первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал - 1 год.

## 1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта проверки	Обязательность проведения операций при:		
		выпуске из производства	выпуске из ремонта	Эксплуатации и хранении
1. Внешний осмотр	3.1	да	да	да
2. Опробывание	3.2	да	да	да
3. Определение предела детектирования.	3.2.3.	да	да	да
4. Определение метрологических характеристик:	3.3			
определение относительного среднего квадратического отклонения площади и времени выхода пика;	3.3.1	да	да	да <sup>2</sup>
определение изменения площади и времени выхода пика бензола за 8 ч непрерывной работы хроматографа	3.3.2	да 1)	да	да 2)

1) Для ФГХ, подвергаемым периодическим испытаниям.

2) При отсутствии нормативно-технической документации на методику выполнения измерений.

1.2. При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки и материалы:

- установка динамическая "Микрогаз" 5Е2.966.057 ТУ с переходной камерой объемом не менее 1,0 л;
- секундомер двухстрелочный типа СДПР-1-2-010 по ГОСТ 5072-79;
- бюретка 1-2-100-02 на 0,1; 1,0; 10,0 мл по ГОСТ 20292-74;
- газохроматографическая капиллярная колонка  $l=20-25$  м,  $d=0,22$  мм, с привитой неподвижной метилсиликоновой фазой SE-30 толщиной 0,1-0,2 мкм;
- бензол по ТУ 6-09-779-76;
- термометр ртутный стеклянный с диапазоном измерений (0-50)°С по ГОСТ 2045-71;
- особо чистый газообразный азот по ГОСТ 9293-74.

Кроме того, для подготовки стандартных образцов в воздухе могут использоваться: герметичная стеклянная или металлическая камера (объем не менее 100 л) с закрепленным внутри нее вентилятором типа ВН-2 для перемешивания воздуха, воздуходувка (насос) для откачки из камеры паровоздушной смеси, микрокроспирцы типа "Газохром 101" (ТУ25.05-2152-76) на 1 мкл., шприцы медицинские типа А-2 ГОСТ 18137-77, аттестованный фотоионизационный (или

аналогичный) детектор (например ФГ-1, выпускаемый НПП "Экан",) для контроля процесса испарения вещества и достижения равномерности распределения паров вещества по объему камеры, бензол - ГСО 2914-84.

Указанные средства поверки должны быть поверены или аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.002-86 и ГОСТ 8.326-78.

## 2. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

2.1. При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия по ГОСТ 26703-87:

- температура окружающего воздуха ( $293 \pm 5$ ) К, ( $20 \pm 5$ ) °С;
- относительная влажность окружающего воздуха от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 96 до 108,7 КПа;
- напряжение переменного тока, питающего хроматограф и динамическую установку "Микрогаз" - ( $220 \pm 5$ ) В;
- частота переменного тока - ( $50 \pm 1$ ) Гц;
- необходимые значения давления газов на входе в хроматограф (при использовании внешнего баллона с газом-носителем) и установку "Микрогаз":
- газа-носителя от 0,2 до 0,3 МПа;
- воздуха от 0,2 до 0,3 МПа;

2.2. Перед проведением поверки должны быть выполнены подготовительные работы.

2.2.1. Хроматограф должен быть налажен и подготовлен в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации.

2.2.2. Установка динамическая "Микрогаз" должна быть налажена и подготовлена аттестованная ампула с бензолом в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации 2.966.057 ТО.

2.2.3. При использовании новой колонки при поверке хроматографа, колонка должна быть предварительно откондиционирована в течение 8 часов при непрерывной продувке азотом с расходом 1 см<sup>3</sup>/мин и при температуре колонки 423 К (150°С).

2.2.4. При первом включении хроматографа с ФИД и установки динамической "Микрогаз" должна быть проведена их приработка в течение не менее 8 часов в режимах, соответствующих условиям поверки.

При нестабильности нулевого сигнала и площадей пиков бензола время приработки приборов увеличить до 24 часов.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

3.1. Внешний осмотр.

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности ФГХ паспортным данным;
- четкость маркировки разъемных соединений;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

3.2. Опробование включает определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и значения предела детектирования.

3.2.1. Опробование выполняется при следующих условиях:

- температура колонки – в соответствии с паспортными данными (п.9);
- температура переходной камеры - комнатная;
- расход газа-носителя через колонку - в соответствии с паспортными или методическими данными;
- напряжение питания ФГХ - ( $220 \pm 10$ ) В при питании от сети,  
(11 - 13) В при питании от встроенных аккумуляторов;
- температура термостата установки динамической "Микрогаз" - 353 К (80° С);

- расход газа-разбавителя воздуха через термостат установки (режим без разбавления) -  $(200 \pm 20)$  см<sup>3</sup>/мин (необходимо рассчитать точное значение расхода для установления заданного значения концентрации бензола).

3.2.2. Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала проводят после 0,5 часа выхода хроматографа на режим.

Уровень флуктуационных шумов определяется по записи нулевого сигнала в течение 30 с в режиме "БАЗОВАЯ ЛИНИЯ" (см. инструкцию по эксплуатации на ФГХ) или в режиме "ПРОБА" (в этом случае для определения уровня шумов необходимо выбрать участок хроматограммы длительностью 30 с с установившейся нулевой линией после ввода пробы краном-дозатором и без хроматографических пиков веществ, присутствующих в анализируемой атмосфере).

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимается равным максимальной амплитуде колебаний нулевого сигнала в течение времени наблюдения с периодом не более 5 с и записывается с размерностью мВ или А (значение в мВ необходимо разделить на значение измерительного сопротивления, указанного в паспорте ФГХ). При измерении амплитуды шумов необходимо учитывать возможный дрейф нулевого сигнала.

Допускается исключение из набранного массива наблюдений до 3-х максимальных значений колебаний сигнала, соответствующих случайным колебаниям нулевого сигнала.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала Iш ФГХ должен быть не более 2.10-13 А.

3.2.3. Определение предела детектирования ФГХ по бензолу проводится после выхода на режим хроматографа и установки динамической "Микрогаз".

Вход переходной камеры соединяется с выходом установки "Микрогаз", а через 5-6 мин. вход крана-дозатора (штуцер "ОТБОР") соединяется с выходом переходной камеры,

В соответствии с инструкцией по эксплуатации в ФГХ последовательно с интервалом 20-30 с вводятся 13 проб паровоздушной смеси бензола из переходной камеры. При превышении скорости отбора проб компрессором ФГХ (500 мл/мин) значения потока газа-разбавителя в установке "Микрогаз", интервал между вводом последовательных проб должно быть достаточным для восстановления заданной концентрации бензола в камере.

Определяются времена удерживания бензола  $t_i$  и амплитуды (площади)  $X_i$  пиков бензола. Рассчитываются средние арифметические значения амплитуды  $X_{\text{бенз.}}$  и времени выхода  $t_{\text{бенз.}}$  пика бензола из десяти последовательных измерений. Первые два значения амплитуды и времени выхода пика из 13 наблюдений в расчетах не используются.

Рассчитывается количество введенного бензола  $m$  краном-дозатором в колонку по формуле:

$$m = V I / Q,$$

где  $I$  - поток массы бензола для аттестованной ампулы, г/мин;

$V$  - объем дозы крана-дозатора, см<sup>3</sup>;

$Q$  - расход воздуха через термостат установки "Микрогаз", см<sup>3</sup>/мин;

Расход воздуха измеряется с помощью бюретки 1-2-100-02 и секундомера.

Значение предела детектирования ПД по бензолу, г, рассчитывается по формуле:

$$\text{ПД} = 2 I_{\text{ш}} m / X,$$

где  $I_{\text{ш}}$  - уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала по п.3.2.2, мВ;

$X$  - амплитуда пика бензола, мВ.

Предел детектирования ФГХ по бензолу должен быть не более  $3 \cdot 10^{-13}$  г (за исключением приборов, выполненных по требованию Потребителя с пониженной чувствительностью для анализа пром.выбросов; точное значение предела детектирования приводится в паспорте).

### 3.3. Определение метрологических характеристик

3.3.1. Определение среднего квадратического отклонения ОСКО  $X_i$  амплитуды (площади) пика бензола выполняется при условиях по п. 3.2.1. и п. 3.2.3 и с использованием измеренных значений  $X_i$  по п.3.2.3.

Значение ОСКО  $X$ , рассчитывается по формуле:

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum (\bar{X} - X_i)^2}{n - 1}}$$

где  $n$  - число наблюдений,  $n > 9$ .

Значение ОСКО  $X_i$  должно быть не более  $\pm 8\%$ .

3.3.2. Определение среднего квадратического отклонения ОСКО  $t_i$  времени выхода пика бензола выполняется при условиях по п. 3.2.1. и п. 3.2.3 и с использованием измеренных значений  $t_i$  по п.3.2.3 и формулы п.3.3.1.

Значение ОСКО  $t_i$  должно быть не более  $\pm 3\%$ .

3.3.3. Определение изменения площади пика бензола за 8 часов непрерывной работы ФИД проводится в условиях по пп. 3.2.1 и 3.2.3.

После выхода хроматографа на режим проводят последовательно 13 измерений площади пика бензола и рассчитывается их среднее значение  $X_0$ , мВ.с для десяти последовательных наблюдений. Через 8 часов непрерывной работы ФГХ измерения повторяются и рассчитывается среднее значение  $X$ , мВ.с.

Изменение площади пика  $X_t$  бензола за 8 часов непрерывной работы ФГХ, %, определяется по формуле:

$$X_{8ч} = \frac{X - X_0}{X_0} \cdot 100\% .$$

В течение 8 часов не допускается корректировка рабочих параметров хроматографа и установки динамической "Микрогаз".

Значение  $X_t$  должно быть не более  $\pm 12\%$ .

3.3.4. Определение изменения времени выхода пика бензола за 8 часов непрерывной работы ФИД проводится в условиях по пп. 3.2.1 и 3.2.3.

После выхода хроматографа на режим проводят последовательно 13 измерений времени выхода пика бензола и рассчитывается их среднее значение  $t_0$ , с для десяти последовательных наблюдений. Через 8 часов непрерывной работы ФГХ измерения повторяются и рассчитывается среднее значение  $t$ , с.

Изменение времени выхода пика  $t$  бензола за 8 часов непрерывной работы ФГХ, %, определяется по формуле:

$$t_{8ч} = \frac{t - t_0}{t_0} \cdot 100\% .$$

В течение 8 часов не допускается корректировка рабочих параметров хроматографа и установки динамической "Микрогаз".

Значение  $t_{8ч}$  должно быть не более  $\pm 3\%$ .

#### 4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

- 4.1. Результаты поверки ФГХ заносятся в протокол по форме, приведенной ниже.
- 4.2. Положительные результаты государственной первичной поверки оформляют в паспорте, удостоверенной подписью поверителя.
- 4.3. Положительные результаты ведомственной первичной поверки оформляют записью в паспорте в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.
- 4.4. Положительные результаты государственной периодической поверки оформляют выдачей свидетельства установленной формы.
- 4.5. Положительные результаты ведомственной периодической поверки оформляют в порядке, установленном метрологической службой.
- 4.6. ФГХ, не удовлетворяющие требованиям настоящей инструкции к выпуску в обращение и применение не допускаются и на них выдают извещение с указанием причин непригодности.

Приложение 1

Протокол N

поверки портативного газового хроматографа ФГХ, модель - ,  
ТУ 016.550.001

принадлежащего \_\_\_\_\_  
Изготовитель - НПП "Экан", год изготовления " " \_\_\_\_\_ Порядковый номер - \_\_\_\_\_

1. Условия поверки Температура  
окружающего воздуха .....К (о С); Атмосферное давление .....КПа  
Относительная влажность .....% Напряжение питания .....В

2. Результаты поверки

2.1. Опробование

2.1.1. Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала.

Наименование параметров	Значение параметров	
	по паспорту	действительное
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ФГХ, А	$2 \cdot 10^{-13}$	

2.1.2. Определение предела детектирования по бензолу

Значение среднего арифметического площади пика, мВ.с	Кол.введенного бензола, г	Значение предела детектирования, г	
		по паспорту	фактическое
		$3 \cdot 10^{-13}$	

2. Определение метрологических характеристик

2.2.1. Определение среднего квадратического отклонения амплитуды (площади) пика бензола

Число наблюдений n	Значение среднего квадратического отклонения амплитуды пика, %	
	по паспорту	фактическое
	8	

2.2.2. Определение среднего квадратического отклонения времени выхода пика бензола

Число наблюдений n	Значение среднего квадратического отклонения времени выхода пика, %	
	по паспорту	фактическое
	3	

2.2.3. Определение изменения площади пика бензола за 8 часов непрерывной работы ФГХ

Значение среднего арифметического площади пика, мВ.с		Значение изменения площади пика бензола за 8 часов непрерывной работы, %	
X <sub>0</sub>	X	по паспорту	фактическое
		12	

2.2.4. Определение изменения времени выхода пика бензола за 8 часов непрерывной работы ФГХ

Значение среднего арифметического времени выхода пика, с		Значение изменения площади пика бензола за 8 часов непрерывной работы, %	
t <sub>0</sub>	t	по паспорту	фактическое
		3	

3. Заключение по результатам поверки

Выдано свидетельство (извещение о непригодности) N \_\_\_\_\_ от " " \_\_\_\_\_

Поверку провел:



## Приложение 2

### Подготовка воздушных смесей весовым методом.

Для подготовки стандартных образцов бензола в воздухе с концентрацией более 1 мг/м<sup>3</sup> весовым методом необходимы: герметичная камера (не менее 100 л) с закрепленным внутри нее вентилятором типа ВН-2 для перемешивания воздуха, воздуходувка (насос) для откачивания камеры от предыдущей пробы, микрокросшприцы типа "Газохром 101" (ТУ25.05-2152-76) на 1 и 10 мкл., шприцы медицинские типа А-2 ГОСТ 18137-77, аттестованный фотоионизационный (или аналогичный) детектор (например ФГ-1, выпускаемый НПП "Экан",) для контроля процесса испарения вещества и достижения равномерности распределения паров вещества по объему камеры, химически чистый бензол.

Перед началом работы промыть внутреннюю поверхность камеры, шприцы, поверхности вентилятора (вентилятор установлен внутри камеры и имеет тумблер внешнего включения) чистым медицинским спиртом и высушить в течение 3 часов в открытом состоянии.

Камера заполняется чистым воздухом, по ГОСТ 8.395-80 до значения атмосферного давления.

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

- с помощью шприца отобрать объем исходного чистого вещества  $V_i$  в мкл, причем концентрация  $C_i$  подготовленной смеси определяется из соотношения:

$$C_i = V_i \cdot \rho_i / V_k \text{ (мг/м}^3\text{)},$$

где  $\rho_i$  - плотность исходного вещества при данной температуре в мг/мкл,  $V_k$  - объем камеры в м<sup>3</sup>;

- ввести в камеру требуемый объем вещества  $V_i$ ;
- включить находящиеся в камере контрольный детектор и вентилятор;
- после испарения вещества и установления равномерной концентрации исследуемого вещества в камере (изменение показания контрольного детектора не более 3% в минуту) ввести пробу анализируемой смеси в хроматограф и провести анализ.
- для подготовки другой смеси удалить из камеры предыдущую с помощью воздуходувки.