

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

К.В. Гоголинский

М.п. «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2017 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

## Хроматографы газовые промышленные

МАГ модели КС 50.360-000, КС 50.360-000-01, КС 50.310-000-01

### Методика поверки

МП 242-1616-2013

с Изменением № 1

Руководитель научно-исследовательского отдела  
государственных эталонов  
в области физико-химических измерений  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Ю.А. Кустиков

Разработал  
Руководитель сектора  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 Т.А. Попова

г. Санкт-Петербург  
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые промышленные МАГ модель КС 50.360-000 (часть 1) и МАГ модель КС 50.360-000-01, МАГ модель КС 50.310-000-01 (часть 2), изготовленные в ООО НТФ «БАКС», Россия, как находящиеся в эксплуатации, так и вновь выпущенные.

Настоящая методика поверки устанавливает методы и средства первичной поверки хроматографов газовых промышленных МАГ модель КС 50.360-000, МАГ модель КС 50.360-000-01 и МАГ модель КС 50.310-000-01 при выпуске из производства, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками - 1 год.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## **Часть 1**

**Хроматографы газовые промышленные  
МАГ модель КС 50.360-000**

## 1.1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения операций		
			первичная поверка		периодическая поверка
			при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	
1.	Внешний осмотр	1.6.1	Да	Да	Да
2.	Опробование, определение разрешения двух соседних хроматографических пиков серосодержащих компонентов в газе горючем природном (ГПП)	1.6.2	Да	Да <sup>1)</sup>	Нет <sup>1)</sup>
3.	Определение соответствия ПО	1.6.3	Да	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
4.	Определение абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений	1.6.4	Да	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
5.	Определение изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа	1.6.5	Да	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
6.	Проверка приемлемости полученных результатов измерений	1.6.6	Нет	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
7.	Определение метрологических характеристик по документу на методику измерений		Нет	Да <sup>2)</sup>	Да <sup>2)</sup>

**Примечания**  
<sup>1)</sup> Проводится при отсутствии аттестованной методики измерений с использованием хроматографа.  
<sup>2)</sup> Проводится при наличии аттестованной методики измерений с использованием хроматографа.

1.1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

1.1.3 Допускается проводить поверку хроматографа по методикам (методам), внедренным на предприятии для данных моделей хроматографов и аттестованным в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009, регламентирующим определение серосодержащих компонентов в составе газовых смесей (см. примечания к таблице 1).

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 1.2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.2.1 При проведении поверки должны быть применены следующие средства:

- Термометр ТЛ-2 по ГОСТ 28498-90. Диапазон измерений 0 – 50°C, цена деления 0,1°C, (№53986-13 по Госреестру СИ РФ).
- Барометр-анероид М-110 ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ).
- Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М по ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ).
- Поверочные газовые смеси – Стандартные образцы: ГСО 9554-2010. Метрологические характеристики стандартных образцов (СО) состава, рекомендуемых для проведения поверки, приведены в таблице 2.



Таблица 2.

Определяемый компонент (химическая формула)	Номинальное значение мас- совой концентрации опреде- ляемого компонента, мг/м <sup>3</sup>	Пределы допускаемой от- носительной погрешности $\pm \delta(C)^*$ , %
Смесь № 1 ГСО 9554-2010		
Сероводород (H <sub>2</sub> S)	5 - 20	10
Метилмеркаптан (CH <sub>3</sub> SH)		
Этилмеркаптан (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SH)		
Пропилмеркаптан (C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH)		
Изопропилмеркаптан (C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH)		
Втор-бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Трет-бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Изобутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Смесь № 2 ГСО 9554-2010		
Сероводород (H <sub>2</sub> S)	20 - 50	7
Метилмеркаптан (CH <sub>3</sub> SH)		
Этилмеркаптан (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SH)		
Пропилмеркаптан (C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH)		
Изопропилмеркаптан (C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH)		
Втор-бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Трет-бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Изобутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
* – соответствует относительной расширенной неопределенности $U_o(C)$ , %, при коэффициенте охвата $k=2$		
Пр и м е ч а н и е – В качестве матрицы могут использоваться азот, гелий или метан		

1.2.2 Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в установленном порядке и имеющих характеристики не хуже указанных.

1.2.3 Все средства должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО действующие паспорта.

### 1.3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

1.3.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды от 15 до 25 °С;

атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;

при относительной влажности воздуха (без конденсации влаги) не более 80 %.

1.3.2 Напряжение линии питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

## **1.4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ**

1.4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования:

- требования техники безопасности при эксплуатации баллонов со сжатыми газами должны соответствовать «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденным постановлением № 11 Госгортехнадзора России от 25.03.2014;
- к поверке допускаются уполномоченные лица, имеющие удостоверение поверителя, изучившие настоящую методику поверки, эксплуатационную документацию на хроматографы, ознакомленные ГОСТ Р 52931-2008, ГОСТ 8.578-2014, знающие правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением и имеющие квалификационную группу по электробезопасности не ниже III;
- помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией;
- в помещении запрещается пользоваться открытым огнем и курить;
- для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке сервис-инженера фирмы-изготовителя или его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего хроматограф (под контролем поверителя);
- требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации хроматографа.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

## **1.5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

1.5.1 При подготовке к поверке необходимо провести следующие операции:

- выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- выдержать хроматограф и баллоны с поверочной газовой смесью при температуре поверки не менее 24 ч;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;
- обеспечить условия проведения поверки согласно разделу 1.3 настоящей методики;
- ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф, описанием программного обеспечения и настоящей методикой поверки;
- проверить, что хроматограф подготовлен к работе согласно указаниям Руководства по эксплуатации;
- проверить дату проведения последней градуировки хроматографа, выполненной согласно ГОСТ Р 53367-2009.

## **1.6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### **1.6.1 Внешний осмотр**

1.6.1.1 При внешнем осмотре следует установить:

- отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность хроматографа;
- правильность установки прибора;
- соответствие комплектации хроматографа, согласно технической документации на него;
- правильность подключения технологических газов и соответствие их характеристик требованиям по чистоте;
- четкость маркировки хроматографа, согласно технической документации на него;
- исправность средств управления, настройки и коррекции.



Примечание – Проверку комплектности хроматографа проводят только при первичной проверке при выпуске из производства.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

Считают, что хроматограф выдержал внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

### **1.6.2 Опробование. Определение разрешения двух соседних хроматографических пиков компонентов ГГП.**

1.6.2.1 Определение следует проводить после выхода хроматографа на режим, используя поверочную газовую смесь №2 ГСО 9554-2010.

Примечание - Допускается проводить периодическую проверку хроматографа по п. 1.6.2 с использованием поверочной газовой смеси с значением массовой концентрации компонентов, близким к значению массовой концентрации компонентов в анализируемом газе.

Проверку степени газохроматографического разделения проводят для следующих пар компонентов:

- трет-бутилмеркаптан – пропилмеркаптан;
- втор-бутилмеркаптан – изобутилмеркаптан;

Примечание - Проверку степени газохроматографического разделения для указанных пар компонентов в п. 1.6.2 при первичной проверке проводят обязательно, при периодической факультативно.

1.6.2.2 На вход хроматографа подают поверочную газовую смесь и продувают линию подачи газа. Запускают поверочную смесь и регистрируют хроматограмму смеси.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

Разрешение двух соседних пиков компонентов вычисляют по формуле

$$R_{AB} = \frac{|t_y^A - t_y^B|}{\lambda_{0.5A} + \lambda_{0.5B}}, \quad (1)$$

где:  $t_y^A, t_y^B$  – времена удерживания компонентов  $A$  и  $B$ , разрешение  $R_{AB}$  которых определяется, с;

$\lambda_{0.5A}, \lambda_{0.5B}$  – значения ширины пиков  $A$  и  $B$  на половине высоты, с.

Считают, что хроматограф выдержал проверку по п.1.6.2, если вычисленное значение разрешения  $R_{AB}$  двух соседних хроматографических пиков компонентов поверочной газовой смеси не менее:

- трет-бутилмеркаптан – пропилмеркаптан 1,1;
- втор-бутилмеркаптан – изобутилмеркаптан 1,0.

### 1.6.3 Определение соответствия программного обеспечения

1.6.3.1 Определение соответствия программного обеспечения (ПО) следует проводить по номеру версии (идентификационного номера) и контрольной сумме расчетного модуля (Хеш-коды) программного обеспечения.

С помощью кнопки «Инфо» основного рабочего окна программы открывается диалоговое окно «Информация о ПО», рисунок 1.

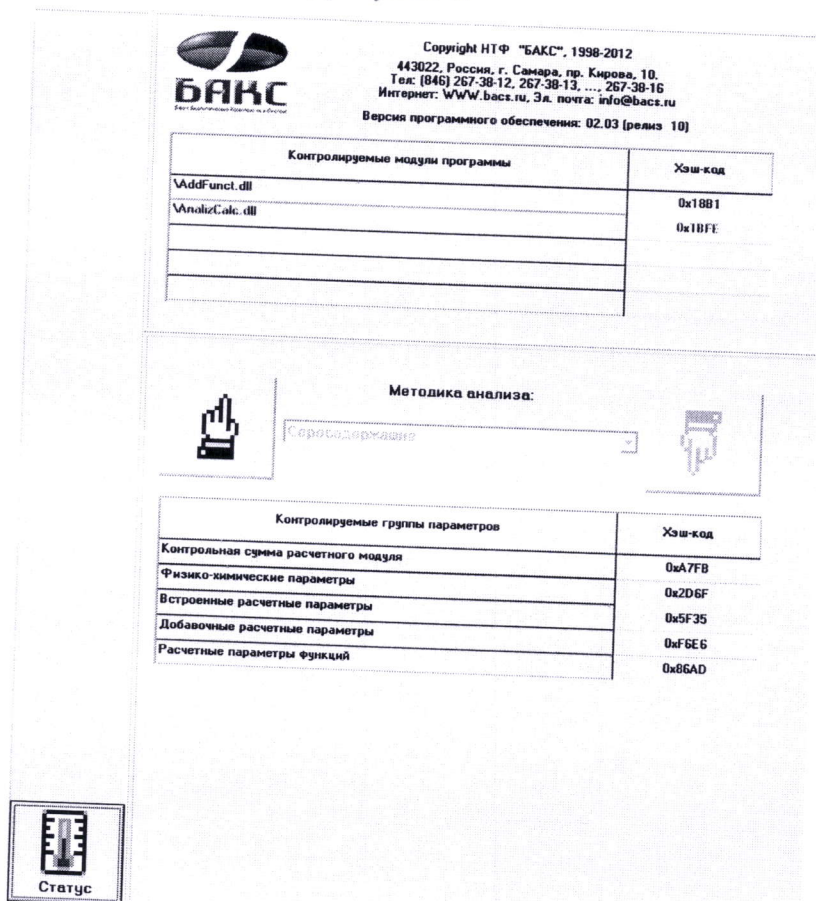


Рисунок 1 – Вид диалогового окна «Информация о ПО».

Верхняя часть диалогового окна отображает версию программного обеспечения, а также информация о компании - изготовителе. Верхняя таблица отображает перечень контролируемых динамических библиотек и их контрольные суммы (Хеш-код). Нижняя таблица отображает перечень Хеш-кодов контролируемых блоков настроек для выбранной методики анализа (аналитической задачи). В первой строке нижней таблицы указана контрольная сумма метрологически значимой части ПО, ниже указан полный набор Хеш-кодов подтверждающих постоянство значения контрольной суммы расчетного модуля.

Считают, что хроматограф выдержал поверку по п.1.6.3, если данные диалогового окна «Информация о ПО», номер версии и контрольная сумма расчетного модуля (Хеш-код) ПО, соответствуют данным, номеру и Хеш-коду, приведенным на рисунке 1.

В случае изменения установленного программного обеспечения, номер версии и контрольную сумму расчетного модуля (Хеш-код) ПО, указанные в диалоговом окне «Информация о ПО», сравнивают с номером версии и контрольной суммой, приведенными в свидетельстве на новое программное обеспечение.



### 1.6.4 Определение абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений

1.6.4.1 Первичную поверку хроматографа по п. 1.6.4 данной методики следует проводить с использованием двух поверочных газовых смесей, состав которых приведен в таблице 2.

**Примечание** – Допускается проводить периодическую поверку хроматографа по п. 1.6.4 с использованием одной поверочной газовой смеси с массовой концентрацией компонентов, соответствующей рабочему диапазону измерений.

1.6.4.2 Определение абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений проводят после выхода хроматографа на режим. Условия поверки приведены в п. 1.3 данной методики поверки.

#### (Измененная редакция, Изм. № 1)

1.6.4.3 На вход хроматографа подают поверочную газовую смесь и проводят измерения в соответствии с методикой измерения ГОСТ Р 53367-2009. Смесь вводят в хроматограф не менее 3 раз.

1.6.4.4 По отчетам программного обеспечения о результатах измерения массовой концентрации компонентов для каждой пробы рассчитывают значение абсолютной погрешности по формуле

$$\Delta_{ji} = C_{j\partial} - C_{ji}, \quad (2)$$

где  $C_{j\partial}$  – действительное значение массовой концентрации  $j$ -го компонента, указанное в паспорте на поверочную газовую смесь, мг/м<sup>3</sup>;

$C_{ji}$  – измеренное значение массовой концентрации  $j$ -го компонента, мг/м<sup>3</sup>.

За абсолютную погрешность хроматографа принимают максимальное по модулю значение  $\Delta_{ji}$ , рассчитанное по формуле (2).

Считают, что хроматограф выдержал поверку п.1.6.4, если полученное значение абсолютной погрешности хроматографа не превышает пределов, вычисляемых по формулам таблицы 3.

Таблица 3.

Наименование компонента	Относительная расширенная неопределенность $U_0(C)$ , %, при $k = 2$	Пределы допускаемой абсолютной погрешности $\pm \Delta^*$ , %
Сероводород (H <sub>2</sub> S)	30 – 0,2·C <sub>j∂</sub>	$\frac{U_0(C) \cdot C_{j\partial}}{100}$
Метилмеркаптан (CH <sub>3</sub> SH)		
Этилмеркаптан (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SH)		
Пропилмеркаптан (C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH)		
Изопропилмеркаптан (C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> SH)		
Втор-бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Трет-бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		
Бутилмеркаптан (C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SH)		

\*соответствует абсолютной расширенной неопределенности результата измерения молярной доли компонента  $U(C)$ , %, при коэффициенте охвата  $k=2$ .

### 1.6.5 Определение изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа.

1.6.5.1 Порядок и условия определения изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа указаны в пунктах 1.6.4.1 и 1.6.4.2 данной методики.

**Примечание** – Допускается проводить периодическую поверку хроматографа по п. 1.6.5 с использованием одной поверочной газовой смеси с массовой концентрацией компонентов, соответствующей рабочему диапазону измерений.

1.6.5.2 На вход хроматографа подают поверочную газовую смесь и проводят измерения в соответствии с методикой измерения ГОСТ Р 53367-2009. Смесь вводят в хроматограф не менее 3 раз.

1.6.5.3 Через 24 ч непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по п. 1.6.5.2 данной методики.

Фиксируют измеренные значения массовой концентрации компонента и вычисляют абсолютную погрешность по формуле (2) для всех результатов измерений. За абсолютную погрешность хроматографа принимается максимальное по модулю значение  $\Delta_{ji}$ , рассчитанное по формуле (2).

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

**Примечание** – Допускается при определении изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа использовать результаты, полученные при определении абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений по п. 1.6.4 данной методики.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

Считают, что хроматограф выдержал поверку по п.1.6.5, если для каждого  $j$ -го компонента поверочной смеси полученные значения абсолютной погрешности не превышают пределов, вычисляемых по формулам таблицы 3.

### 1.6.6 Проверка приемлемости полученных результатов измерений

1.6.6.1 Проверку приемлемости полученных результатов измерений проводят при периодической поверке хроматографа с использованием одной поверочной газовой смеси, с массовой концентрацией компонентов, соответствующей рабочему диапазону измерений.

1.6.6.2 Условия определения приемлемости полученных результатов измерения указаны в п. 1.6.4.2 данной методики.

1.6.6.3 На вход хроматографа подают поверочную газовую смесь и проводят измерения в соответствии с методикой измерения ГОСТ Р 53367-2009. Смесь вводят в хроматограф не менее 3 раз.

**Примечание** – Допускается при проверке приемлемости полученных результатов измерений использовать результаты, полученные при определении абсолютной погрешности хроматографа в рабочем диапазоне измерений по п. 1.6.4.1 данной методики

1.6.6.4 Используя отчеты программного обеспечения о результатах измерения массовой концентрации компонентов пробы проводят проверку приемлемости трех последовательных измерений по значению относительного размаха  $R_{Cj}$ :

Значение относительного размаха  $R_{Cj}$ , % вычисляют по формуле

$$R_{Cj} = \frac{(C_{j\max} - C_{j\min})}{C_{j\text{ср}}} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $C_{j\max}$ ,  $C_{j\min}$  и  $C_{j\text{ср}}$  — максимальное, минимальное и среднеарифметическое значения массовой концентрации компонента, полученные при трех измерениях, мг/м<sup>3</sup>.



Считают, что хроматограф выдержал поверку по п.1.6.6, если  $R_{Cj}$  не превышает допускаемых значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4.

Диапазон массовой концентрации, мг/м <sup>3</sup>	1,0 – 20	20 – 50
$R_{Cj}$ , %, при n=3	14	10

## 1.7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

1.7.1 При проведении поверки составляют протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении А.

1.7.2 Хроматограф, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно Приказу Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (далее Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815).

1.7.3 При отрицательных результатах поверки аннулируют предыдущее свидетельство о поверке, эксплуатацию хроматографа запрещают и выдают извещение установленной формы согласно Приказу Минпромторга России от 02.07.2015 № 1815 с указанием причин непригодности.

1.7.4 Знак поверки хроматографа наносится на свидетельство о поверке.  
(Измененная редакция, Изм. № 1)

## **Часть 2**

**Хроматографы газовые промышленные  
МАГ модель КС 50.360-000-01 и МАГ модель КС 50.310-000-01**



## 2.1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

2.1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 5.

Таблица 5.

№ п/п	Операции поверки	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций		
			первичная поверка		периодическая поверка
			при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	
1	Внешний осмотр	2.6.1	Да	Да	Да
2	Опробование:				
	- определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	2.6.2.2	Да	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
	- определение дрейфа нулевого сигнала	2.6.2.3	Да	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
	- определение предела детектирования	2.6.2.4	Да	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
3	Определение метрологических характеристик:				
	- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	2.6.3.1	Да	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
	- определение изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа	2.6.3.2	Да	Да <sup>1)</sup>	Да <sup>1)</sup>
4	Определение метрологических характеристик по документу на методику измерений	—	Нет	Да <sup>2)</sup>	Да <sup>2)</sup>

**Примечания**  
<sup>1)</sup> Проводится при отсутствии аттестованной методики измерений с использованием хроматографа.  
<sup>2)</sup> Проводится при наличии аттестованной методики измерений с использованием хроматографа.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшая поверка прекращается.

2.1.3 Допускается проводить поверку хроматографа по методикам (методам), внедренным на предприятии для данных моделей хроматографов и аттестованным в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (см. примечания к таблице 5).

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2.2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.2.1 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 6.

Таблица 6.

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки	
2.6	Термометр ТЛ-2 по ГОСТ 28498-90. Диапазон измерений 0 – 50 °С, цена деления 0,1 °С. (№53986-13 по Госреестру СИ РФ).	
2.6	Барометр-анероид М-110 ТУ 25.04-1799-75 (№3745-73 по Госреестру СИ РФ).	
2.6	Психрометр аспирационный МВ-4-М или МВ-4-2М по ТУ 25-1607.054-85 (№10069-01 по Госреестру СИ РФ).	
Приложение Б	Весы лабораторные по ГОСТ 53228-2008. Высокий класс точности, максимальная нагрузка 200 г.	
Приложение Б	Шприцы медицинские по ГОСТ 22967-90. Вместимость 20 см <sup>3</sup>	
Приложение Б	Колбы мерные по ГОСТ 1770 Класс точности 2, вместимость 25, 50, 100, 500 см <sup>3</sup>	
Приложение Б	Пипетки по ГОСТ 29227. Класс точности 2, вместимость 0,1; 1,0; 2,0; 10,0 см <sup>3</sup>	
Приложение Б	Гексан для хроматографии химически чистый. Технические условия ТУ 6-09-4521-84.	
Приложение Б	Гептан нормальный эталонный. Технические условия. ГОСТ 25828-83	
	Поверочные СО	
	МАГ модель КС 50.360-000-01	МАГ модель КС 50.310-000-01
2.6	ГСО 10538-2014	ГСО 10538-2014; ГСО 10525-2014; ГСО 10540-2014, гексан в гептане (0,5-1,0 мг/см <sup>3</sup> и/или 20 -25 мг/см <sup>3</sup> (Приложение Б))

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2 Допускается применение средств поверки, не приведенных в перечне средств поверки, но обеспечивающих определение характеристик с требуемой точностью.

2.2.3 Все средства поверки должны быть поверены в установленном порядке и иметь действующие свидетельства о поверке, а поверочные смеси - действующие паспорта.

### 2.3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие требования безопасности:

- требования техники безопасности при эксплуатации баллонов со сжатыми газами должны соответствовать «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением», утвержденным постановлением № 11 Госгортехнадзора России от 25.03.2014;
- помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией;
- в помещении запрещается пользоваться открытым огнем и курить;
- к поверке допускаются уполномоченные лица, имеющее удостоверение поверителя, изучившие настоящую методику поверки, эксплуатационную документацию на хроматографы, ознакомленные ГОСТ Р 52931-2008, ГОСТ 8.578-2014, знающие правила безопасной



эксплуатации сосудов, работающих под давлением и имеющие квалификационную группу по электробезопасности не ниже III;

– для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего хроматограф (под контролем поверителя).

– требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации хроматографа.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

## **2.4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ**

2.4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды от 15 до 25 °С;

атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;

при относительной влажности воздуха (без конденсации влаги) не более 80 %.

2.4.2 Напряжение линии питания должно быть устойчивым и свободным от скачков.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

## **2.5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ**

2.5.1 При подготовке к поверке необходимо провести следующие операции:

– выполнить мероприятия по обеспечению условий безопасности;

– выдержать хроматограф и баллоны с поверочными газовыми смесями при температуре поверки не менее 24 ч;

– подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;

– обеспечить условия проведения поверки согласно разделу 2.4 настоящей методики;

– ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф, описанием программного обеспечения и настоящей методикой поверки;

– проверить, что хроматограф подготовлен к работе согласно указаниям руководства по эксплуатации.

## **2.6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ**

### **2.6.1 Внешний осмотр.**

2.6.1.1 При внешнем осмотре следует установить:

– отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность хроматографа;

– правильность установки прибора;

– соответствие комплектации хроматографа, согласно технической документации на него;

– правильность подключения технологических газов и соответствие их характеристик требованиям по чистоте;

– четкость маркировки хроматографа, согласно технической документации на него;

– герметичность газовых коммуникаций, в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа;

– исправность органов управления, настройки и коррекции.

**П р и м е ч а н и е** – Проверку комплектности хроматографа проводят только при первичной поверке при выпуске из производства.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

Считается, что хроматограф выдержал поверку, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

## 2.6.2 Опробование

2.6.2.1 Опробование следует проводить в соответствии с требованиями технической документации на хроматограф газовый промышленный серии «МАГ». Хроматограф включают и после выхода на режим определяют уровень шумов, дрейф нулевого сигнала и предел детектирования. Условия измерений должны соответствовать п. 2.4 данной методики.

### 2.6.2.2 Определение флуктуационных шумов нулевого сигнала.

Определение флуктуационных шумов нулевого сигнала следует проводить без ввода поверочного образца в хроматограф. Уровень шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с. Колебания, имеющие характер одиночных импульсов длительностью не более 1с, не учитываются.

Значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала ( $\Delta_x^*$ , В) определяют по формуле

$$\Delta_x^* = \frac{\Delta_x}{K_{np}}, \quad (4)$$

где  $\Delta_x$  – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительность импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированное на входе усилителя выходного сигнала детектора, В;

$K_{np}$  – коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала в соответствии с технической документации на хроматограф,  $K_{np}=1$ .

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ модель КС 50.360-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.2.2, если полученное значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала не превышает значения  $2,0 \cdot 10^{-6}$  В (2,0 мкВ).

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ модель КС 50.310-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.2.2, если полученное значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала не превышает значения  $2,0 \cdot 10^{-6}$  В (2,0 мкВ).

### 2.6.2.3 Определение дрейфа нулевого сигнала.

Определение дрейфа нулевого сигнала следует проводить в течение 1 часа, без ввода поверочного образца в хроматограф, регистрируя хроматограмму.

За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение уровня нулевого сигнала в течение 1 часа.

Значение дрейфа нулевого сигнала ( $\Delta_y^*$ , В/ч) определяют по формуле

$$\Delta_y^* = h_k - h_n, \quad (5)$$

где  $h_n$  - положение нулевой линии в начале цикла измерения зарегистрированное на хроматограмме, В;

$h_k$  - положение нулевой линии в конце цикла измерения зарегистрированное на хроматограмме, В.

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ модель КС 50.360-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.2.3, если полученное значение дрейфа нулевого сигнала не превышает значения  $1,5 \cdot 10^{-5}$  В/ч (15 мкВ/ч).

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ модель КС 50.310-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.2.3, если полученное значение дрейфа нулевого сигнала не превышает значение, указанные в таблице 7.



Таблица 7

Тип детектора	Дрейф нулевой линии, В/ч, не более
Детектор по теплопроводности (ДТП)	$6 \cdot 10^{-5}$
Электрохимический детектор (ЭХД)	$1,5 \cdot 10^{-5}$
Термохимический детектор (ТХД)	$6 \cdot 10^{-5}$

(Измененная редакция, Изм. № 1)

**2.6.2.4 Определение предела детектирования**

Определение предела детектирования следует проводить после выхода хроматографа на режим. Условия измерений должны соответствовать п. 2.4 данной методики. В качестве поверочной газовой смеси для хроматографа газового промышленного МАГ модель КС 50.360-000-01 используют 10538-2014. Для хроматографа газового промышленного МАГ модель КС 50.310-000-01 поверочный стандартный образец (СО) выбирают в зависимости от типа детектора, газа-носителя и способа дозирования пробы, согласно таблице 8.

Таблица 8

Тип детектора	Тип дозирующего устройства	Газ-носитель	Контрольный компонент	Номер в Госреестре и состав СО	
ДТП	Кран-дозатор	Гелий или водород	Азот	10540-2014 – азот в гелии	
			Пропан	10540-2014 – пропан в гелии	
		Аргон или азот	Водород	10540-2014 – водород в азоте или аргоне	
			Пропан	10540-2014 – пропан в гелии	
	Инжектор-испаритель	Гелий или водород	Гелий	10540-2014 – гелий в азоте или аргоне	
			Пропан	10525-2014 – пропан в бутане,	
ЭХД	Кран-дозатор	Воздух	Гексан	гексан в гептане (0,6 – 1,0 мг/см <sup>3</sup> ) (Приложение Б)	
			Аргон или азот	Гексан	гексан в гептане (20– 25 мг/см <sup>3</sup> ) (Приложение Б)
			Сероводород	10538-2014 – сероводород в азоте метане	
ТХД	Кран-дозатор	Воздух или гелий с поддувом воздуха	Этилмеркаптан	10538-2014 – этилмеркаптан в азоте метане	
			Водород	10540-2014 – водород в азоте	
			Пропан	10540-2014 – пропан в гелии	

Метрологические характеристики стандартных образцов, рекомендуемых для проведения поверки, приведены в таблице 9.

Таблица 9 – Метрологические характеристики СО для проведения поверки хроматографа.

№ ГСО	Компонентный состав	Номинальное значение объемной (молярной) доли или массовой концентрации компонента	Единицы измерений	Пределы допускаемой относительной погрешности $\pm\delta$ , %
Хроматограф газовый промышленный МАГ модель КС 50.360-000-01				
10538-2014	этилмеркаптан (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SH)	0,00010 - 0,0020	% об	8
	азот (N <sub>2</sub> )	остальное		

Продолжение таблицы 9

№ ГСО	Компонентный состав	Номинальное значение объемной (молярной) доли или массовой концентрации компонента	Единицы измерений	Пределы допускаемой относительной погрешности $\pm\delta$ , %
Хроматограф газовый промышленный МАГ модель КС 50.310-000-01				
при дозировании газовой пробы (кран-дозатор)				
10540-2014	пропан (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> )	0,1-2,0	% мол.	2
	азот (N <sub>2</sub> )	0,1-0,5		2
	гелий (He)	остальное		
10540-2014	пропан (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> )	0,1-0,5	% мол.	2
	гелий (He)	остальное		-
10540-2014	водород (H <sub>2</sub> )	0,5-1,0	% мол.	2
	азот (N <sub>2</sub> )	остальное		-
10540-2014	гелий (He)	0,1-0,5	% мол.	2
	азот (N <sub>2</sub> )	остальное		
10538-2014	сероводород (H <sub>2</sub> S)	0,0005-0,0015	% мол.	8
	этилмеркаптан (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> SH)	0,0005-0,0015		8
	метан (CH <sub>4</sub> )	остальное		
при дозировании жидкой пробы (инжектор-испаритель)				
10525-2014	пропан (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> )	0,1-0,5	% мол.	5
	бутане (C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> )	остальное		
Поверочная смесь №1 (Приложение Б)	гексан (C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> )	0,5-1,0	мг/см <sup>3</sup>	10
	гептан (C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> )	остальное		
Поверочная смесь №2 (Приложение Б)	гексан (C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> )	20-25	мг/см <sup>3</sup>	10
	гептан (C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> )	остальное		

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

Примечание - Допускается проводить периодическую поверку хроматографа по п. 2.6.2.4 с использованием одной поверочной смеси с значением молярной доли компонентов или с массовой концентрацией компонентов, близким к значению молярной доли компонентов в анализируемой пробе.

На вход хроматографа, согласно таблицам 8 и 9, подают стандартный образец. Жидкие пробы вводят при помощи инжектора-испарителя, газовые при помощи крана-дозатора. Запускают поверочную смесь и регистрируют хроматограмму. Смесь вводят в хроматограф не менее 6 раз, фиксируют значения выходного сигнала (площадь пика) и вычисляют среднее арифметическое значение площади пика ( $\bar{S}$ , ед. сч.).

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Предел детектирования  $C_{\min}$  (г/см<sup>3</sup>.) рассчитывают по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{en}}, \quad (6)$$

где  $G$  – масса контрольного компонента, г;



$\bar{S}$  – среднее арифметическое значение площади пика, В·с или ед. сч.;  
 $V_{гн}$  – расход газа - носителя, см<sup>3</sup>/с;  
 $\Delta_x$  – экспериментально полученное значение уровня флуктуационных шумов, В.

Массу контрольного компонента при дозировании жидкой пробы  $G_{жс}$  определяют по формуле

$$G_{жс} = V_{жс} \cdot C \cdot K, \quad (7)$$

где  $V_{жс}$  – объем введенной в хроматограф смеси, см<sup>3</sup>;  
 $C$  – концентрация контрольного компонента, г/см<sup>3</sup>;  
 $K$  – коэффициент принимается равным единице.

Массу контрольного компонента при дозировании газовой пробы  $G_г$  определяют по формуле

$$G = 0,01 \cdot \frac{P \cdot M \cdot V_g \cdot C_0}{R \cdot (t + 273,15)}, \quad (8)$$

где  $V_g$  – объем введенной в хроматограф смеси, см<sup>3</sup>;  
 $C_0$  – объемная доля контрольного компонента, %;  
 $P$  – атмосферное давление в момент измерения, Па;  
 $M$  – молекулярная масса контрольного компонента, г/моль;  
 $t$  – температура термостата, °С;  
 $R$  – универсальная газовая постоянная,  $R = 8,3 \cdot 10^6$  Па·см<sup>3</sup>/(моль·К).

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ модель КС 50.360-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.2.4, если полученное значение предела детектирования по этилмеркаптану не превышает значения  $1,5 \cdot 10^{-10}$  г/см<sup>3</sup>.

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ модель КС 50.310-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.2.4, если полученное значение предела детектирования не превышает значения, указанные в таблице 10.

Таблица 10

Детектор	Газ-носитель	Предел детектирования, г/см <sup>3</sup> , не более
ДТП	гелий или водород	$4 \cdot 10^{-9}$ по пропану, азоту или гексану
	аргон или азот	$1 \cdot 10^{-9}$ по водороду или гелию $5 \cdot 10^{-8}$ по пропану или гексану
ЭХД	воздух	$1,5 \cdot 10^{-11}$ по сероводороду или $3 \cdot 10^{-11}$ по этилмеркаптану
ТХД	воздух или гелий с поддувом воздуха	$2 \cdot 10^{-10}$ по пропану или $5 \cdot 10^{-10}$ по водороду

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 2.6.3 Определение метрологических характеристик.

#### 2.6.3.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала.

Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала следует проводить после выхода хроматографа на режим. Условия измерений должны соответствовать п. 2.4 данной методики. В качестве поверочной газовой смеси для хроматографа газового промышленного МАГ модель КС 50.360-000-01 используют ГСО 10538-2014. Для хроматографа газового промышленного МАГ модель КС 50.310-000-01 поверочный СО выбирают в зависимости от типа детектора, газа-носителя и способа дозирования пробы, согласно таблице 8.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

На вход хроматографа, согласно таблицам 8 и 9, подают стандартный образец. Жидкие пробы вводят при помощи инжектора-испарителя, газовые при помощи крана-дозатора. Запускают поверочную смесь и регистрируют хроматограмму. Смесь вводят в хроматограф не менее 10 раз, фиксируют полученные значения выходного сигнала (площадь пика) и вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала ( $\bar{S}$ , ед. сч.).

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала ( $\sigma$ , %) рассчитывают по формуле

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

где  $S_i$  – значение параметра выходного сигнала (площадь пика), ед. сч.

**П р и м е ч а н и е** – допускается совмещать данную операцию с определением предела детектирования.

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ КС 50.360-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.3.1, если рассчитанное значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площадь пика) по этилмеркаптану не превышает 4 %.

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ КС 50.310-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.3.1, если рассчитанное значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площадь пика) по контрольному компоненту не превышает значения, указанные в таблице 11.

Таблица 11

Детектор	Способ дозирования пробы	Предел относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) ( $\sigma$ , %)
ДТП	при дозировании жидкой пробы (инжектор-испаритель)	2
	при дозировании газовой пробы (кран-дозатор)	1
ЭХД	при дозировании газовой пробы (кран-дозатор)	2
ТХД	при дозировании газовой пробы (кран-дозатор)	1

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**

### 2.6.3.2 Определение изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа.

Определение изменения выходного сигнала следует проводить после выхода хроматографа на режим. Условия измерений должны соответствовать п. 2.4 данной методики. В качестве поверочной газовой смеси для хроматографа газового промышленного МАГ модель КС 50.360-000-01 используют ГСО 10538-2014, для хроматографа газового промышленного МАГ модель КС 50.310-000-01 в зависимости от типа детектора, газа-носителя и способа дозирования пробы, согласно таблице 8, выбирается необходимый стандартный образец.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

На вход хроматографа, согласно таблицам 8 и 9, подают стандартный образец. Жидкие пробы вводят при помощи инжектора-испарителя, газовые при помощи крана-дозатора. Запускают поверочную смесь и регистрируют хроматограмму. Смесь вводят в хроматограф не менее 3 раз, фиксируют полученные значения выходного сигнала (площадь пика) и вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала ( $\bar{S}$ , ед. сч.).



Через 24 ч непрерывной работы хроматографа поверочную смесь вводят в хроматограф не менее 3 раз, фиксируют полученные значения выходного сигнала (площадь пика) и вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала ( $\bar{S}_{24}$ , ед. сч.).

Изменение выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа ( $\nu$ , %) рассчитывают по формуле

$$\nu = \frac{|\bar{S}_i - \bar{S}_{24}|}{\bar{S}_{24}} \cdot 100 \quad (10)$$

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ КС 50.360-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.3.2, если изменение выходного сигнала по этилмеркаптану хроматографа за 24 часа непрерывной работы не превышает 15%.

Считают, что хроматограф газовый промышленный МАГ КС 50.310-000-01 выдержал поверку по п. 2.6.3.2, если относительное изменение выходного сигнала по контрольному компоненту за 24 часа непрерывной работы хроматографа не превышает значения, указанные в таблице 12.

Таблица 12.

Детектор	Предел относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 24 часа непрерывной работы ( $\nu$ , %)
ДТП	3
ЭХД	4
ТХД	3

(Измененная редакция, Изм. № 1)

## 2.7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

2.7.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений. Форма протокола приведена в Приложении В.

2.7.2 Хроматограф, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признают годным к применению и выдают свидетельство о поверке согласно Приказу Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» (далее Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 №1815).

2.7.3 При отрицательных результатах поверки аннулируют предыдущее свидетельство о поверке, эксплуатацию хроматографа запрещают и выдают извещение установленной формы согласно Приказу Минпромторга России от 02.07.2015 №1815 с указанием причин непригодности.

2.7.4 Знак поверки хроматографа наносится на свидетельство о поверке.

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Приложение А

**ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ**  
**Хроматограф газовый промышленный МАГ модель**  
**КС 50.360-000**

Зав. № \_\_\_\_\_  
 Принадлежит \_\_\_\_\_  
 ИНН владельца \_\_\_\_\_  
 Дата выпуска \_\_\_\_\_  
 Дата поверки \_\_\_\_\_  
 Условия поверки:  
 температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;  
 атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;  
 относительная влажность \_\_\_\_\_ %.  
 Документ, по которому проведена поверка \_\_\_\_\_  
 Средства поверки \_\_\_\_\_

**РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_  
 -  
 2. Результаты опробования, определения степени газохроматографического разделения компонентов ГПП

Разделяемые компоненты	Номер баллона	$t_y^A$	$t_y^B$	$\lambda_{0.5A}$	$\lambda_{0.5B}$	Нормируемое значение разрешения	Вычисленное разрешение $R_{AB}$

(Измененная редакция, Изм. № 1)

3. Результаты определения соответствия ПО \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_  
 4. Результаты определения абсолютной погрешности хроматографа

Компонент пробы	Номер паспорта ПГС	Молярная доля компонента (паспортное значение), %	Предельно допустимое значение абсолютной погрешности $\pm\Delta$ , %	Первый результат измерения, мол. доля, %	Второй результат измерения, мол. доля, %	Полученное значение абсолютной погрешности $\Delta$ , %
Сероводород						
Метилмеркаптан						
Этилмеркаптан						
Пропилмеркаптан						
Изопропилмеркаптан						
Втор-бутилмеркаптан						
Трет-бутилмеркаптан						
Изобутилмеркаптан						
Бутилмеркаптан						
Сероводород						



Компонент пробы	Номер паспорта ПГС	Молярная доля компонента (паспортное значение), %	Предельно допустимое значение абсолютной погрешности $\pm\Delta$ , %	Первый результат измерения, мол. доля, %	Второй результат измерения, мол. доля, %	Полученное значение абсолютной погрешности $\Delta$ , %
Метилмеркаптан						
Этилмеркаптан						
Пропилмеркаптан						
Изопропилмеркаптан						
Втор-бутилмеркаптан						
Трет-бутилмеркаптан						
Изобутилмеркаптан						
Бутилмеркаптан						

(Измененная редакция, Изм. № 1)

5. Определение изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа

Компонент пробы	Номер паспорта ПГС	Молярная доля компонента (паспортное значение), %	Предельно допустимое значение абсолютной погрешности $\pm\Delta$ , %	Первый результат измерения, мол. доля, %	Второй результат измерения, мол. доля, %	Полученное значение абсолютной погрешности $\Delta$ , %
Сероводород						
Метилмеркаптан						
Этилмеркаптан						
Пропилмеркаптан						
Изопропилмеркаптан						
Втор-бутилмеркаптан						
Трет-бутилмеркаптан						
Изобутилмеркаптан						
Бутилмеркаптан						

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Заключение \_\_\_\_\_

Поверитель: должность, ФИО \_\_\_\_\_

(подпись)



## Приложение Б (обязательное)

Инструкция по приготовлению жидких поверочных смесей (поверочных растворов) для проверки хроматографа газового промышленного МАГ модель КС 50.310-000-01

Настоящая инструкция устанавливает методику приготовления поверочных растворов гексана (контрольного вещества) в гептане, предназначенных для проверки метрологических характеристик хроматографа. Диапазон массовой концентрации гексана в гептане: в поверочном растворе № 2 от 20 до 25 мг/см<sup>3</sup> и в поверочном растворе № 1 от 0,5 до 1,0 мг/см<sup>3</sup>. Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации гексана не превышает 10%.

### Б.1 Процедура приготовления растворов

Б.1.1 Раствор массовой концентрацией от 20 до 25 мг/см<sup>3</sup> приготавливают объемно-весовым (гравиметрическим) методом.

Б.1.2 Вещества, используемые для приготовления поверочных растворов, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

Б.1.3 Температура окружающей среды при приготовлении поверочных растворов не должна изменяться более чем на 4 °С.

Б.1.4 Определяют массу  $m_1$  мерной колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Результат взвешивания записывают до первого десятичного знака.

Б.1.5 В мерную колбу вносят от 2000 до 2500 мг гексана и вновь взвешивают колбу  $m_2$ .

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

$$m = m_1 - m_2 \quad (\text{Б.1})$$

Б.1.7 В колбу с контрольным веществом вводят от 20 до 25 см<sup>3</sup> растворителя (гептана), перемешивают содержимое и доводят объем раствора до 100 см<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают раствор.

Б.1.8 Рассчитывают массовую концентрацию гексана  $C_0$ , мг/см<sup>3</sup> по формуле

$$C_0 = \frac{m}{V}, \quad (\text{Б.2})$$

где  $m$  - масса контрольного вещества, мг;

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

Б.1.9 Раствор с содержанием гексана от 0,5 до 1,0 мг/см<sup>3</sup> приготавливают объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированного раствора (20 до 25 мг/см<sup>3</sup>). Массовую концентрацию контрольного вещества рассчитывают по формуле

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

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

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

где  $n$  - номер ступени разбавления исходного поверочного раствора концентрацией  $C_0$ ;

$V_1, V_2, V_n$  - аликвотная доля раствора массовой концентрацией  $C_0, C_1, C_{n-1}$  соответственно, мг/см<sup>3</sup>.

Б.1.10 Перед разбавлением рассчитывают значение аликвотной доли раствора  $V_1, V_2, V_n$ , исходя из заданного значения массовой концентрации контрольного вещества  $C_0, C_1, C_{n-1}$  и концентрации разбавляемого раствора.

Б.1.11 В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до  $100 \text{ см}^3$  и тщательно перемешивают

## Б.2 Аттестация поверочных растворов

Б.2.1 Аттестацию значений массовой концентрации гексана проводят по процедуре гравиметрического приготовления.

Б.2.2 Суммарную относительную расширенную погрешность приготовленных растворов рассчитывают по формуле

$$\Delta = 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta u_{\text{в}}^0}{\sqrt{3}}\right)^2 + \sum^n \left(\frac{\Delta u_{\text{к}}^0}{\sqrt{3}}\right)^2 + \sum^n \left(\frac{\Delta u_{\text{п}}^0}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta u_{\text{ч.в}}^0}{\sqrt{3}}\right)^2}, \quad (\text{Б.5})$$

где  $\Delta u_{\text{в}}^0$  – относительная погрешность взвешивания, %;

$\Delta u_{\text{к}}^0$  – относительная погрешность вместимости колбы, %;

$\Delta u_{\text{п}}^0$  – относительная погрешность вместимости пипетки, %;

$\Delta u_{\text{ч.в}}^0$  – относительная погрешность чистоты веществ, %.

## Б.3 Хранение поверочных растворов

Поверочные растворы хранят в чистых сухих склянках (колбах) с хорошо притертыми пробками в холодильнике при температуре от  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $8 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Срок хранения исходного раствора - от 3 до 5 дней, растворы меньших концентраций не более 48 часов.

## Б.4 Ввод поверочных растворов в хроматограф

Б.4.1 Пробу поверочного раствора вводят в хроматограф с помощью инжектора-испарителя. Для этого используют два медицинских шприца объемом не менее  $20 \text{ см}^3$  каждый, изготовленные из полипропилена или стекла.

**Внимание:** Поршень полипропиленового шприца не должен иметь резинового уплотнения.

Б.4.2 Шприцы должны быть снабжены короткими отрезками гибких трубок, плотно фиксирующимися на носиках шприцев, а также на входном и выходном штуцерах инжектора испарителя.

Б.4.3 Один шприц необходимо заполнить поверочным раствором и подсоединить к верхнему штуцеру инжектора-испарителя, второй (пустой) шприц подсоединить к его нижнему штуцеру.

Б.4.4 Убедившись, что инжектор-испаритель находится в положении «Отбор», прокачать поверочный раствор через испаритель, подавая его верхним шприцом и одновременно втягивая нижним. При этом необходимо добиться отсутствия пузырьков газа в растворе на выходе из инжектора-испарителя.

Б.4.5 После заполнения дозирующего объема инжектора-испарителя поверочным раствором вышеописанным способом необходимо запустить разовый анализ с помощью программного обеспечения хроматографа.

Б.4.6 Повторить п.п. Б.3.3-Б.3.5. до получения требуемого по Методике поверки количества результатов измерения.

**(Измененная редакция, Изм. № 1)**



## Приложение В

### ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Хроматограф газовый промышленный МАГ модель \_\_\_\_\_

Зав. № \_\_\_\_\_  
 Принадлежит \_\_\_\_\_  
 ИНН владельца \_\_\_\_\_  
 Дата выпуска \_\_\_\_\_  
 Дата поверки \_\_\_\_\_  
 Условия поверки:  
 температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;  
 атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;  
 относительная влажность \_\_\_\_\_ %.  
 Документ, по которому проведена поверка \_\_\_\_\_  
 Средства поверки \_\_\_\_\_

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_
2. Результаты опробования \_\_\_\_\_

2.1. Уровень флуктуационных шумов, мкВ

Значение параметра		
Детектор №1	Детектор №2	Допустимое значение

2.2. Дрейф нулевого сигнала, мкВ/ч

Значение параметра		
Детектор №1	Детектор №2	Допустимое значение

2.3. Результаты определения предел детектирования, г/см

Наименование	Значение предела детектирования	
	Фактическое	Допустимое значение
Детектор №1		
Детектор №2		

3. Результаты определения метрологических характеристик

3.1. Определение среднеквадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала (площади пика контрольного вещества)

Детектор №1

Номер измерения	Площадь пика, В·с	Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений $\sigma$ , %	Допустимое значение $\sigma$ , %
1.			
2.			
3.			
4.			
5.			
6.			
7.			
8.			
9.			
10.			
Среднее арифметическое значение			

Детектор № 2

Номер измерения	Площадь пика, В·с	Относительное среднеквадратическое отклонение результатов измерений $\sigma$ , %	Допустимое значение $\sigma$ , %
1.			
2.			
3.			
4.			
5.			
6.			
7.			
8.			
9.			
10.			
Среднее арифметическое значение			

3.2. Результаты определения изменения выходного за 24 часа непрерывной работы хроматографа

Детектор 1

Номер измерения выборки	Площадь пика, В·с		Относительное изменение результатов измерений $v$ , %	Допустимое значение $v$ , %
	в начале цикла	в конце цикла		
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				
6.				
7.				
8.				
9.				
10.				
Среднее арифметическое значение				



Детектор 2

Номер измерения выборки	Площадь пика, В·с		Относительное изменение результатов измерений $\nu$ , %	Допустимое значение $\nu$ , %
	в начале цикла	в конце цикла		
1.				
2.				
3.				
4.				
5.				
6.				
7.				
8.				
9.				
10.				
Среднее арифметическое значение				

(Измененная редакция, Изм. № 1)

Заключение \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

Поверитель: должность, ФИО \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_ (подпись)