


УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора

ФБУ «Марийский ЦСМ»

 А.Г. Учайкин
«06» октября 2017 г.



ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ «КРИСТАЛЛІ 2000М»

Методика поверки

214.2.840.030-03Д

г. Йошкар-Ола

2017 г.

ПЕРЕЧЕНЬ ПРИНЯТЫХ СОКРАЩЕНИЙ

В настоящей инструкции применены следующие сокращения:

ГСО – государственный стандартный образец;

ПИД – пламенно-ионизационный детектор;

ПФД – пламенно-фотометрической детектор;

ПФД-S – пламенно-фотометрической детектор (серный канал);

ПФД-P – пламенно-фотометрической детектор (фосфорный канал);

ДТП – детектор по теплопроводности;

ДТХ – детектор термохимический;

ТИД – термоионный детектор;

МСД – масс-спектрометрический детектор;

МВИ – методика выполнения измерений;

СИ – средство измерения;

СО – стандартный образец;

НД – нормативный документ;

ТУ – технические условия;

ТДС – термодесорбер;

ПК – персональный компьютер;

ПО – программное обеспечение;

ПГС – поверочная газовая смесь;

СКО – среднее квадратическое отклонение;

РЭ – руководство по эксплуатации;

ЭЗД – электронно-захватный детектор.

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые «Кристалл 2000М» ТУ 9443-001-12908609-2016 (далее – хроматографы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 2 года.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

В случае применения многоколоночных (мультидетекторных) схем поверку выполняют в соответствии с приложением А.

Поверку хроматографа с масс-спектрометрическим детектором (МСД), выполняют в соответствии с приложением Б.

При комплектовании хроматографа аспиратором, поверку аспиратора выполняют в соответствии с приложением Е.

Допускается периодическая поверка хроматографа с меньшим или большим количеством детекторов, чем указано в спецификации при поставке, на основании письменного заявления владельца хроматографа с соответствующей записью в свидетельстве о поверке и (или) формуляре.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	Да	Да	Да
Подтверждение соответствия программного обеспечения	6.4	Да	Да	Да
Опробование:	6.2			
- определение уровня флуктуационных шумов	6.2.1	Да	Да	Да ¹⁾
- определение дрейфа нулевого сигнала	6.2.2	Да	Да	Да ¹⁾
- определение предела детектирования	6.2.3	Да	Да	Да ¹⁾
Определение метрологических характеристик:	6.3			
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	6.3.1	Да	Да	Да ¹⁾
- определение изменения выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы хроматографа	6.3.2	Нет	Да	Нет

Продолжение таблицы 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
- определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений*	6.3.3	Нет	Нет	Да ²⁾
¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке.				
²⁾ При наличии НД на методику измерений.				

*МВИ – для средств измерений, используемых в государствах, входящих в Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации.

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

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 – Средства поверки

Наименование	Техническая характеристика
Весы неавтоматического действия ГОСТ Р 53228-2008	Наибольший предел взвешивания 200 г. Класс точности высокий (П).
Микрошприц SGE-Chromatex-02-10 мкл Рег. № 39206-08 ТУ 4321-011-12908609-08	Вместимость 10 мкл, значение относительного СКО случайной составляющей погрешности дозирования не более 1 %.
СО состава газовой смеси C ₃ H ₈ /N ₂ (He, Ar, H ₂) ГСО 10322-2013	Объемная доля пропана от 0,1 до 0,5 %
СО состава газовой смеси H ₂ /N ₂ ГСО 10259-2013	Объемная доля водорода от 0,1 до 0,5 %
Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828-83	Массовая доля основного вещества не менее 99,0 %
СО состава пестицида гамма-ГХЦП (линдана) ГСО 8890-2007	Массовая доля основного вещества не менее 98,0 %
СО состава пестицида гексахлорбензола ГСО 9106-2008	Массовая доля основного вещества не менее 99,8 %
СО состава бензола ГСО 7141-95	Массовая доля основного вещества не менее 99,3 %
СО состава пестицида фенитротриона ГСО 7415-97	Массовая доля основного вещества не менее 98,0 %
Гексан, «х.ч.» ТУ 6-09-4521-84	Массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.
Октан, «х.ч.» ТУ 6-09-661-76	Массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.
Нонан, «х.ч.» ТУ 2631-153-44493179-13	Массовая доля основного вещества не менее 99,0 %.

Допускается использование других химически чистых веществ, для которых нормируются метрологические характеристики в соответствии с нормативными документами изготовителя (при условии наличия аналогов, находящихся в Реестре утвержденных типов стандартных образцов Российской Федерации или выпускаемых по межгосударственным стандартам).

2.2 При проведении поверки применяют вспомогательные материалы и оборудование, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Вспомогательные материалы, оборудование

Наименование	Технические характеристики
Барометр-анероид БАММ-1 Рег. № 5738-76	Диапазон измерений от 80 до 106 кПа, ПГ $\pm 0,2$ кПа
Прибор комбинированный Testo-608-N1 Рег. № 53505-13	Диапазон измерений: - относительной влажности воздуха от 15 до 85 %, ПГ ± 3 %; - температуры воздуха от 0 до плюс 50 °С, ПГ $\pm 0,5$ °С
Вольтамперфазометр цифровой Ретометр Рег. № 29125-05	Диапазон измерений: - напряжения от 40 до 600 В, ПГ $\pm(0,005X+1,2)$ В - частоты от 20 до 100 Гц, ПГ $\pm 0,1$ Гц
Бюретка типа 1-2-100-0,2 по ГОСТ 29251	Класс точности 2, вместимость 100 см ³
Колбы мерные по ГОСТ 1770-74	Класс точности 2, вместимость 25, 50, 100, 500 см ³
Пипетки по ГОСТ 29227-91	Класс точности 2, вместимость 0,1; 1,0; 2,0; 10,0 см ³
Азот особой чистоты ГОСТ 9293-74	Объемная доля основного вещества не менее 99,996 %
Азот 6.0 ТУ 2114-009-45905715-2011	Объемная доля основного вещества не менее 99,9999 %
Гелий газообразный, марка А ТУ 51-940-80	Объемная доля основного вещества не менее 99,995 %
Аргон газообразный, высший сорт ГОСТ 10157-76	Объемная доля основного вещества не менее 99,992 %
Водород технический*, марка А по ГОСТ 3022-80	Объемная доля основного вещества не менее 99,99 %
Водород сорт 1 ГОСТ 51673	Объемная доля основного вещества не менее 99,999 %
Воздух** по ГОСТ 17433-80	Класс загрязненности I
Оксид алюминия активный, марка АОА-1, ГОСТ 8136-85	Фракция от 0,25 до 0,50 мм

Продолжение таблицы 3

Наименование	Технические характеристики
Гелий газобразный марки 60 ТУ 0271-001-45905715-2016	Объемная доля основного вещества не менее 99,9999 %
Хроматон N-AW DMCS	Фракция от 0,125 до 0,160 мм
Молекулярные сита СаА (5 А)	Фракция от 0,2 до 0,4 мм
Жидкая фаза SE-30	-
Колонки газохроматографические*** (стеклянные или металлические)	Длина от 1 до 3 м, внутренний диаметр от 2 до 3 мм
Колонки капиллярные типа НР-5 (5% фенил)-метил-силикон	30 м×0,25 мм×0,25 мкм
<p>* Или генератор водорода 214.4.464.014 ** Или компрессор воздуха 214.2.933.002 *** При наличии нормативной документации на методики измерений технические характеристики колонок должны соответствовать требованиям методики измерений. Допускается проводить поверку на капиллярных колонках с учетом указаний, приведенных в соответствующих разделах данной методики.</p>	

2.3 Допускается использовать другие средства поверки, вспомогательные материалы и оборудование, метрологические и технические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей инструкции.

Допускается проводить поверку хроматографа только по одному из контрольных веществ, заявленных для данного детектора.

3 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 Поверителем хроматографа может быть физическое лицо – сотрудник юридического лица или индивидуального предпринимателя, аккредитованного на право выполнения работ по поверке средств измерений, проводящий поверку в порядке, установленном действующими нормативными документами в области обеспечения единства средств измерений.

3.2 Поверитель должен быть ознакомлен с эксплуатационными документами на поверяемый хроматограф.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При проверке хроматографа должны соблюдаться действующие «Правила устройства электроустановок» (ПУЭ), «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» (ПТЭЭП), «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок», «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», «Гигиенические требования к устройству и эксплуатации радиоизотопных приборов», «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» (ОСПОРБ-99/2010).

4.2 В помещении, где проводится проверка хроматографа количество горючих газов и легковоспламеняющихся веществ должно быть в количествах недостаточных для создания взрывоопасной смеси.

4.3 Источниками опасности хроматографа являются:

- источник бета-излучения (при наличии в составе хроматографа детектора ЭЗД);
- токоведущие части хроматографа, находящиеся под напряжением;

- газовые магистрали высокого давления (1,0 МПа);

- внутренние поверхности термостатов хроматографа, имеющие высокую температуру;

- вакуумная камера и вакуумные магистрали МСД, находящаяся под вакуумом;
- газы-реагенты для химической ионизации МСД (метан, изобутан, аммиак);
- газобразный водород.

4.4 В детектор ЭЗД установлен источник бета-излучения радионуклидный закрытый Никель-63. Детектор опломбирован навесной металлической пломбой.

ВНИМАНИЕ: ДЕТЕКТОР ЭЗД НЕ РАЗБИРАТЬ. ПЛОМБУ НЕ СРЫВАТЬ!

4.5 Все составные части хроматографа, имеющие силовые цепи, должны быть заземлены.

4.6 При открытых верхней крышке и дверке термостата запрещается прикасаться руками к нагретым частям термостата, а также производить замену колонок, детекторов и т.д. до их полного остывания.

4.7 При работе с водородом, проведении анализов горючих, вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться меры пожарной безопасности и правила техники безопасности, предусмотренные в специальных инструкциях, разработанных потребителем в соответствии со спецификой применяемых веществ.

4.8 Отбор газа из баллона должен производиться через редуктор, предназначенный для данного газа. По окончании работы вентиль на баллоне необходимо плотно закрыть.

5 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

5.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды (20±5) °С;
- относительная влажность не более 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа, изменяющееся в процессе поверки не более чем на ±5 кПа;
- напряжение переменного тока (220±5) В;
- частота переменного тока (50±1) Гц;
- механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работу хроматографа, должны отсутствовать.

5.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовлены соответствующие контрольные растворы. Инструкция по приготовлению контрольных растворов приведена в приложении В;
- подготовлены колонки в соответствии с нормативной документацией по проведению анализа. Подготовка колонок описана в приложении Д;
- проведена проверка герметичности газовых линий согласно указаниям руководства по эксплуатации хроматографа.

При наличии нормативной документации на методики измерений подготовительные работы должны быть проведены в соответствии с требованиями раздела о подготовке к проведению измерений МВИ.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают следующее:

- соответствие комплектности хроматографа и номеров блоков формуляру;
- отсутствие вмятин и нарушения покрытия;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

6.2 Опробование

6.2.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала детекторов проводится с помощью программы «Хроматэк Аналитик», согласно требованиям эксплуатационной документации. При проверке уровня шумов задается фильтрация 1 Гц.

При проверке хроматографов с детекторами ДТП и ДТХ используют газ-носитель гелий, ДТП повышенной чувствительности и ДТП микро – гелий или аргон, ПИД – азот, ЭЗД микро – азот 6,0, при проверке других детекторов – гелий или азот. Все работы, относящиеся к проверке хроматографа, выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Хроматограф включают, задают значения параметров поверки, согласно таблице 4.

При наличии нормативной документации на методики измерений, режимы поверки должны соответствовать требованиям раздела о порядке проведения измерений методики.

Таблица 4 – Значения параметров

Детектор	Наименование параметра	Значение параметра*
ПИД	Температура термостатов, °С:	
	- колонок	60±20
	- детектора	160±10
	- испарителя	150±10
	Расход газа-носителя (азот), см ³ /мин	25±10
ПФД	Температура термостатов, °С:	
	- колонок	200±20
	- детектора	200±20
	- испарителя	250±20
	Расход газа-носителя (азот или гелий), см ³ /мин	20±10
ТИД	Температура термостатов, °С:	
	- колонок	190±20
	- детектора	300±50
	- испарителя	250±20
	Расход газа-носителя (азот), см ³ /мин	25±10
ДТП стандартного исполнения, ДТП повышенной чувствительности	Температура термостатов, °С:	
	- колонок	80±20
	- детектора	80±20
	- испарителя	160±20
	Расход газа-носителя (гелий или аргон), см ³ /мин	25±10

Продолжение таблицы 4

Детектор	Наименование параметра	Значение параметра*
ДТП микро, ДТП микро повышенной чувствительности	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя	60±20 80±20 160±20
	Расход газа-носителя (гелий марки 60 или аргон), см ³ /мин	1,5±1,0
ДТХ	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя	60±20 120±50 160±20
	Расход газа-носителя (гелий, азот, аргон, воздух), см ³ /мин	25±15
ЭЗД стандартного исполнения	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя	190±20 250±20 250±20
	Расход газа-носителя (азот), см ³ /мин Ток ЭЗД, отн. ед.	30±10 125±25
ЭЗД микро	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя	200±20 260±20 250±20
	Расход газа-носителя (азот марка 6.0), см ³ /мин Поддув (азот марка 6.0), см ³ /мин Анодный газ (азот марка 6.0), см ³ /мин Ток ЭЗД, отн. ед.	1,5±1,0 5±3 5±3 125±25

* Расходы вспомогательных газов (воздух, водород, поддув газа-носителя) задают в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации хроматографа для соответствующих детекторов.

Значения параметров, указанные в таблице, приведены для справок и могут быть изменены в процессе поверки. Оптимальные значения параметров фиксируются в хроматограммах первичной поверки, поставляемых с ЭД на хроматограф.

Дрейф нулевого сигнала и уровень флуктуационных шумов определяют через 2 ч после задания соответствующего режима поверки.

Уровень флуктуационных шумов определяют следующим образом.

Производят запись шумов в течение интервала времени не менее 1 мин для каждого детектора (снимают хроматограмму без ввода пробы). Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов ПИД, ПФД, ТИД [в амперах (А)] и детекторов ДТП (всех модификаций), ДТХ [в вольтах (В)] определяются с помощью программы «Хроматэк Аналитик» по формуле

$$\Delta'_x = \frac{\Delta_x}{K_{гр}}, \quad (1)$$

где Δ_x – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора, при этом коле-

бания, имеющие характер одиночных импульсов длительностью не более 1 с, не учитываются, В;

K_{np} – коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала:

для ПИД и ТИД

$$K_{np} = 3,9 \cdot 10^5 \text{ В/А};$$

для ПФД

$$K_{np} = 7,2 \cdot 10^6 \text{ В/А};$$

для ДТП (все модификации) и ДТХ

$$K_{np} = 1,0 \cdot 10^3 \text{ В/В}.$$

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала Δ_x ЭЗД (всех модификаций) [в амперах (А)] определяют по формуле

$$\Delta_x' = \frac{\Delta_x \cdot K_{np}}{U_{\text{вых}}}, \quad (2)$$

где $U_{\text{вых}}$ – выходной сигнал усилителя, В;

K_{np} – коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала.

$$K_{np} = 0,4 \cdot 10^9 \text{ В/Ом}$$

Полученные значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов должны быть не более:

ПИД	$1,3 \cdot 10^{-14}$ А;
ПФД	$2,0 \cdot 10^{-11}$ А;
ТИД	$1,5 \cdot 10^{-13}$ А;
ДТП стандартного исполнения	$1,0 \cdot 10^{-7}$ В на гелии; $1,5 \cdot 10^{-7}$ В на аргоне;
ДТП повышенной чувствительности	$1,0 \cdot 10^{-7}$ В на гелии; $1,5 \cdot 10^{-7}$ В на аргоне;
ДТП микро	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В на гелии; $2,0 \cdot 10^{-7}$ В на аргоне;
ДТП микро повышенной чувствительности	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В на гелии; $2,0 \cdot 10^{-7}$ В на аргоне;
ДТХ	$4,0 \cdot 10^{-6}$ В;
ЭЗД стандартного исполнения	$5,0 \cdot 10^{-13}$ А;
ЭЗД микро	$1,0 \cdot 10^{-12}$ А;

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

Дрейф нулевого сигнала определяют следующим образом.

В течение 1 ч регистрируют хроматограмму без ввода пробы.

Значения дрейфа нулевого сигнала детекторов ПИД, ПФД, ТИД, [в амперах в час (А/ч)] и детекторов ДТП (всех модификаций), ДТХ [в вольтах в час (В/ч)] определяют по формуле

$$\Delta_y' = \frac{\Delta_y}{K_{np}}, \quad (3)$$

где Δ_y – смещение уровня нулевого сигнала, зарегистрированное на выходе усилителя входного сигнала детектора, В.

Значение дрейфа нулевого сигнала детекторов ЭЗД (всех модификаций) [в амперах в час (А/ч)] определяют по формуле

$$\Delta_y' = \frac{\Delta_y \cdot K_{np}}{U_{\text{вых}}}, \quad (4)$$

Полученные значения дрейфа нулевого сигнала детекторов должны быть не более:

ПИД	$4 \cdot 10^{-13}$ А/ч;
ПФД	$1 \cdot 10^{-10}$ А/ч;
ТИД	$1 \cdot 10^{-11}$ А/ч;
ДТП стандартного исполнения	$1 \cdot 10^{-5}$ В/ч;
ДТП повышенной чувствительности	$1 \cdot 10^{-5}$ В/ч;
ДТП микро	$1 \cdot 10^{-5}$ В/ч;
ДТХ	$1 \cdot 10^{-4}$ В/ч;
ЭЗД стандартного исполнения	$2 \cdot 10^{-11}$ А/ч;
ЭЗД микро	$2 \cdot 10^{-11}$ А/ч.

В случае, если на хроматограмме не наблюдается увеличения дрейфа, допускается сокращать время поверки до 20 мин. При этом в ПО хроматографа автоматически производится перерасчет измеренного значения дрейфа на 1 ч.

Поверку дрейфа нулевого сигнала допускается совмещать с проверкой уровня флуктуационных шумов. При этом для расчета уровня шумов выбирается участок хроматограммы продолжительностью не менее 1 мин.

6.2.3 Для определения предела детектирования вводят в хроматограф пять или более раз соответствующий проверяемому детектору контрольный образец (таблица 5). Жидкие пробы вводят при помощи дозатора автоматического жидкостного или микрошприца, газовые - газовым краном-дозатором, шприцем или дозатором автоматическим газовым.

Объем вводимой жидкой пробы составляет от $1 \cdot 10^{-3}$ до $3 \cdot 10^{-3}$ см³, объем газовой пробы составляет от 0,125 до 2,000 см³.

Значения параметров поверки и газ-носитель приведены в таблице 4.

Ввод проб выполняют, сохраняя темп ввода, время нахождения иглы в испарителе и т.д.

Определение предела детектирования допускается совмещать с определением относительного СКО.

Таблица 5 – Контрольные образцы, колонки

Детектор	Контрольный образец, концентрация	Колонки, наполнение
ПИД	Гептан в октане (нонане) от 0,5 до 1,5 мг/см ³	Насадочная, хроматон N-AW-DMCS SE-30
	Пропан в азоте (гелии) от 0,1 до 0,5 %	Насадочная, оксид алюминия АОА-1
ДТП стандартного исполнения, ДТП повышенной чувствительности	Гептан в октане (нонане) от 0,5 до 1,5 мг/см ³	Насадочная, хроматон N-AW-DMCS SE-30
	Пропан в азоте (гелии) от 0,1 до 0,5 %	Насадочная, оксид алюминия АОА-1
	Водород в азоте от 0,6 до 1,0 %	Насадочная, молекулярные сита СаА (5 А)
ДТП микро, ДТП микро повышенной чувствительности	Гептан в октане (нонане) от 0,5 до 1,5 мг/см ³	Капиллярная, SE-30 (HP-1)
	Пропан в азоте (гелии), от 0,1 до 0,5 %	Капиллярная, SE-30 (HP-PLOTQ)
	Водород в азоте, от 0,6 до 1,0 %	Капиллярная, молекулярные сита СаА (5 А)

Продолжение таблицы 5

Детектор	Проба, концентрация	Колонки, наполнение
ДТХ	Водород в азоте от 0,6 до 1,0 %	Насадочная, молекулярные сита СаА (5 А)
ЭЗД стандартного исполнения	Линдан в гексане (4,0–5,0)·10 ⁻⁵ мг/см ³	Насадочная, хроматон N-AW-DMCS SE-30
ЭЗД микро	Линдан в гексане (4,0–5,0)·10 ⁻⁵ мг/см ³	Капиллярная, SE-30 (HP-1)
ТИД, ПФД	Фенилтионин в гексане (0,9–1,1)·10 ⁻² мг/см ³	Насадочная, хроматон N-AW-DMCS SE-30

Предел детектирования C_{\min} , г/с (кроме ДТП (всех модификаций) и ДТХ) рассчитывают по формуле

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_s \cdot G}{S} \quad (5)$$

для детекторов ДПП (всех модификаций), и ДТХ в г/см³ – по формуле

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_s \cdot G}{S \cdot V_{zn}} \quad (6)$$

где G – масса контрольного вещества, г;

\bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика, В·с;

V_{zn} – расход газа-носителя, см³/с.

Масса контрольного компонента при использовании жидкой пробы ($G_{жс}$) определяется по формуле

$$G_{жс} = V_{жс} \cdot C_{н} \cdot C_0 \quad (7)$$

где $V_{жс}$ – объем жидкого контрольного образца, см³;

$C_{н}$ – концентрация контрольного образца, мг/см³;

C_0 – коэффициент учитывающий содержание углерода в гексане равный 0,837 (для детектора ПФД), фосфора и серы в фенилтионине (для детекторов ПФД, ТИД), равный соответственно 0,112 и 0,116.

При использовании других средств проверки (для детекторов ПФД и ТИД), отличных от указанных в п. 2.1, коэффициенты, учитывающие содержание фосфора и серы должны быть скорректированы.

В остальных случаях (для детекторов ДПП (всех модификаций), ДТХ, ЭЗД) коэффициент принимается равным единице.

При использовании газовой пробы масса контрольного вещества (G_z) в граммах, определяется по формуле

$$G_z = V_z \cdot \frac{0,01P \cdot M \cdot C_z \cdot C_0}{R(T + 273)} \quad (8)$$

где V_z – объем газовой пробы, см³;

P – атмосферное давление, Па;

M – молярная масса. Для пропана $M = 44$ г/моль,
сероводорода $M = 34$ г/моль,
водорода $M = 2$ г/моль;

C_0 – коэффициент, учитывающий содержание серы в сероводороде (для детектора ПФД-S), равный 0,941, содержание углерода в пропане (для детектора ПИД) равен 0,818
В остальных случаях коэффициент принимается равным единице.

C_x – объемная доля контрольного вещества в газовой смеси, %;

R – газовая постоянная, $R = 8,3 \cdot 10^6$ Па·м³·моль⁻¹·К⁻¹;

t – температура окружающей среды, °С.

Для специальных анализов (Приложение А) предел детектирования C_{\min} , % определяют по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot C_i \cdot \Delta_x}{h_i}, \quad (9)$$

где C_{\min} – предел детектирования по компонентам газовых смесей, %;

C_i – объемная доля i -го компонента в контрольном веществе, %;

h_i – среднее арифметическое значение высоты пика, В.

Допускается проводить определение флукуационных пумов, предела детектирования и относительного СКО при установленной в хроматограф капиллярной колонке. Предел детектирования рассчитывается с учетом коэффициента деления пробы.

$$G = \frac{G_u}{K_{\text{дн}}} \quad (10)$$

где G_u – масса контрольного компонента, вводимого в испаритель, г;

$K_{\text{дн}}$ – коэффициент деления пробы.

Коэффициент $K_{\text{дн}}$ для ручного расчета равен

$$K_{\text{дн}} = 1 + \frac{V_{\text{сб}}}{V_{\text{к}}} \quad (11)$$

где $V_{\text{к}}$ – расход газа-носителя через капиллярную колонку, см³/мин;

$V_{\text{сб}}$ – расход газа-носителя на сброс пробы, см³/мин.

Коэффициент $K_{\text{дн}}$ рассчитывается с помощью программы «Хроматэк Аналитик» в зависимости от параметров колонки (длины, диаметра), давления (скорости, расхода) газа-носителя на входе в капиллярную колонку.

Полученные значения предела детектирования должны быть не более:

ПИД	1,1 · 10 ⁻¹² г/с по углероду в углеводородах (гептане, пропане и др.);
ПФД-Р	1,0 · 10 ⁻¹³ г/с по фосфору в фосфорорганических соединениях;
ПФД-S	8,0 · 10 ⁻¹³ г/с по сере в сероорганических соединениях;
ТИД	1,5 · 10 ⁻¹⁴ г/с по фосфору в фосфорорганических соединениях;
ДТП стандартного исполнения	2,0 · 10 ⁻⁹ г/см ³ по гептану или пропану
ДТП повышенной чувствительности	4,0 · 10 ⁻¹⁰ г/см ³ по гептану или пропану
ДТП повышенной чувствительности	1,0 · 10 ⁻¹⁰ г/см ³ по водороду;

ДТП микро	$1,0 \cdot 10^{-9}$ г/см ³ по гептану или пропану
ДТП микро	$8,0 \cdot 10^{-10}$ г/см ³ по водороду;
ДТП микро повышенной чувствительности	$4,0 \cdot 10^{-10}$ г/см ³ по гептану или пропану
ДТП микро повышенной чувствительности	$1,0 \cdot 10^{-10}$ г/см ³ по водороду;
ДТХ	$1,8 \cdot 10^{-10}$ г/см ³ по водороду;
ЭЗД стандартного исполнения	$1,7 \cdot 10^{-14}$ г/с по линдану;
ЭЗД микро	$3,9 \cdot 10^{-15}$ г/с по линдану.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) выходного сигнала определяют с помощью программы «Хроматэк Аналитик» при условиях, указанных в таблице 4, с применением контрольных образцов, приведенных в таблице 5. Одновременно допускается выполнять определение предела детектирования.

Относительное СКО выходного сигнала определяют для всех информативных параметров выходного сигнала, для которых эта характеристика нормирована (времени удерживания (t), высоты (h) или площади пика (S)).

Вводят в хроматограф пять или более раз контрольный образец, соответствующий поверяемому детектору. С помощью ПО определяют значения выходного сигнала (t_i, h_i, S_i), находят их средние арифметические значения ($\bar{t}, \bar{h}, \bar{S}$).

Значение относительного СКО $\sigma_t, \sigma_h, \sigma_s, \%$ определяют по формулам:

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (12)$$

$$\sigma_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (13)$$

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (14)$$

где n – число результатов измерений, полученное после исключения аномальных результатов.

Для определения аномальных результатов рассчитывают среднее квадратическое отклонение информативных параметров выходного сигнала x ($\bar{t}, \bar{h}, \bar{S}$) по формуле

$$x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}} \quad (15)$$

где \bar{y} – среднее арифметическое значение информативного параметра выходного сигнала.

Находят отношение для подозреваемого в аномальности результата наблюдений U_i по формуле

$$U_i = \frac{|y_i - \bar{y}|}{x} \quad (16)$$

Полученный результат сравнивают с величиной β из таблицы 6 для данного объема выборки.

Таблица 6 – Предельные значения β

N	3	4	5	6	7	8	9	10	11
β	1,15	1,46	1,67	1,82	1,94	2,03	2,11	2,18	2,23

Продолжение таблицы 6

N	12	13	14	15	16	17	18	19	20
β	2,29	2,33	2,37	2,41	2,44	2,48	2,50	2,53	2,56

Если $U_i \geq \beta$, то результат наблюдения аномален и его исключают из серии измерений.

Полученные значения относительного СКО должны быть не более, указанных в таблице 7.

Таблица 7 – Относительное СКО выходного сигнала

Тип детектора	Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) выходного сигнала хроматографа, не более				
	при дозировании с помощью автоматического дозатора		при ручном дозировании		
	по времени удерживания	по площади пика	по времени удерживания	по высоте пика	по площади пика
ПИД	0,1 %	1 %	2 %	2 %	2 %
ПФД	0,2 %	1 %	2 %	4 %	4 %
ТИД	0,2 %	2 %	2 %	4 %	4 %
ДТП (все модификации)	0,2 %	1 %	2 %	2 %	2 %
ДТХ	0,2 %	1 %	2 %	2 %	2 %
ЭЗД (все модификации)	0,1 %	1 %	2 %	4 %	4 %

6.3.2 Определение изменения выходного сигнала хроматографа за 8 ч непрерывной работы проводят следующим образом.

Выполняют операции по п. 6.3.1 и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала $\bar{X}(t, \bar{h}, \bar{S})$.

Через 8 ч непрерывной работы хроматографа снова проводят измерения по п. 6.3.1 и определяют средние арифметические значения параметров $\bar{X}_t(t, \bar{h}_t, \bar{S}_t)$.

Относительное изменение параметров выходного сигнала (времени удерживания, высоты, и площади пика) δ_t , %, за 8 ч непрерывной работы определяют по формуле

$$\delta_t = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (17)$$

Полученные значения изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа δ , должны быть не более:

ПВД	$\pm 5\%$;
ПФД	$\pm 10\%$;
ТИД	$\pm 10\%$;
ДТП (все модификации)	$\pm 5\%$;
ДТХ	$\pm 10\%$;
ЭЗД (все модификации)	$\pm 10\%$;

6.3.3 Определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений, проводят в условиях и на образцах для контроля, указанных в НД на методику измерений.

Задают значения параметров хроматографа, установленные в НД на методику измерений. Вводят в хроматограф контрольный образец, указанный в методике.

Полученный результат измерения (С) должен удовлетворять условию:

$$|C - C_q| \leq K, \quad (18)$$

где C_q – действительное значение содержания компонента в контрольном образце;

K – норматив контроля, установленный в НД на методику измерения.

6.4 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.4.1 В хроматографах газовых «Кристалл 2000М» возможно применение двух версий ПО, идентификационные данные которых приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Идентификационное наименование ПО	Хроматэк Аналитик
Номер версии (идентификационный номер) ПО	2.6.0.9 и выше	3.0.0.2 и выше
Цифровой идентификатор ПО	b55a8ef086260598cb47893e25a34799	183cfadacae1872240739164795ebcb4
Идентификационное наименование файлов ПО	AnlCheckup.dll	Analytic3Core.dll
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5	

С помощью программы MS Windows «Проводник» находят в папке установки ПО «Хроматэк Аналитик» файл AnlCheckup.dll и открывают диалог «Свойства файла».

– Файл AnlCheckup.dll должен иметь версию 2.6.0.9 и выше

– Файл Analytic3Core.dll должен иметь версию 3.0.0.2 и выше

6.4.2 Определение хэш-кода файла метрологически значимого модуля ПО.

На установочном диске с ПО «Хроматэк Аналитик» входят в папку «Utils» и запускают программу md5summer.exe. Выбирают папку, в которую было установлено ПО «Хроматэк Аналитик» (см. документ Программное обеспечение «Хроматэк Аналитик»). Руководство пользователя 214.00045-51И). Нажимают «Create sums». Выбирают файл AnlCheckup.dll (для «Хроматэк Аналитик» версии 2.6.0.9 и выше) или Analytic3Core.dll

(для «Хроматэк Аналитик» версии 3.0.0.2 и выше). Нажимают «Add». Нажимают «ОК». Сохраняют под любым именем файл с расширением *.md5.

Открывают с помощью программы блокнота сохраненный файл с расширением *.md5 и сравнивают приведенный там хэш-код, со значением, указанным в таблице 8.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Положительные результаты первичной поверки хроматографа оформляют записью в формуляре хроматографа, удостоверенной подписью и клеймом поверителя. К формуляру прилагают хроматограммы с указанием значений параметров режима, полученные при поверке.

7.2 Результаты периодической поверки хроматографа заносят в протокол поверки по форме, указанной в приложении Г.

7.3 При положительных результатах периодической поверки оформляют свидетельство о поверке установленной формы или (и) вносят запись в формуляр хроматографа о прохождении периодической поверки, заверенную подписью и клеймом поверителя.

7.4 На хроматограф, не прошедший поверку, выдается извещение о непригодности с указанием причины непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

Операции поверки, режимы и средства поверки при специальных анализах

Специальными являются анализы при проведении которых применяется газовая схема хроматографа, собранная на предприятии-изготовителе и предназначенная для определенного анализа в соответствии с нормативной документацией (ГОСТ, РД, МУ, ТУ, методик измерения и др.).

К специальным анализам относятся:

1) анализ многокомпонентных смесей – проводится при одновременном вводе пробы (последовательно или параллельно) в две (или более) хроматографические колонки (при необходимости разделения компонентов пробы на нескольких хроматографических колонках);

2) анализ методом реакционной хроматографии – проводится при преобразовании веществ разделенных хроматографической колонкой каталитическим реактором – метанатором.

1 Опробование

1.1 Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала хроматографов, предназначенных для специальных анализов, определяют по формулам, приведенным в п.п. 6.2.1, 6.2.2 настоящей методики.

1.2 Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала детектора ПИД в составе хроматографов, предназначенных для проведения специальных анализов (методом реакционной хроматографии), определяются с метанатором, работающим при пониженной температуре и их измеренные значения не должны превышать указанных в п. 6.2.1 и 6.2.2 настоящей методики.

В протокол поверки хроматографа вносится уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала детектора ПИД с метанатором, работающим при пониженной температуре.

1.3 Для определения предела детектирования детектора ПИД с метанатором вводится проба в соответствии с таблицей А2 приложения А. Максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала определяется при рабочей температуре метанатора. Предел детектирования рассчитывается по формуле 9 настоящей методики поверки.

Предел детектирования детектора ПИД с метанатором должен быть не более $1 \cdot 10^{-4}$ % оксида углерода или диоксида углерода.

В протокол поверки хроматографа вносится значение предела детектирования детектора ПИД с метанатором, при рабочей температуре и значении рабочей температуры метанатора.

2 Определение метрологических характеристик

2.1 Метрологические характеристики: относительное СКО выходного сигнала, изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа определяют в соответствии с подразделами 6.3.1 и 6.3.2 настоящей методики поверки.

2.2 Определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений определяется согласно п. 6.3.3 настоящей методики поверки.

3 Режимы поверки

3.1 Режимы поверки приведены в таблице А2 приложения А.

3.2 Режимы проверки при программировании температуры термостата колонок приведены в таблице А1.

Таблица А1 – Режимы проверки при программировании температуры термостата колонок

Наименование параметра	Значение параметра
Температура первой изотермы термостата колонок	$(60 \pm 20) ^\circ\text{C}$
Время первой изотермы	(5 ± 1) мин
Скорость изменения температуры термостата колонок в режиме программирования	$(10 \pm 5) ^\circ\text{C}/\text{мин}$
Температура второй изотермы термостата колонок	$(180 \pm 20) ^\circ\text{C}$
Температура термостатов детекторов	$(200 \pm 20) ^\circ\text{C}$
Расход газа-носителя	$(20 \pm 5) \text{ см}^3/\text{мин}$

В режиме программирования термостата колонок на хроматограмме не должно быть пиков, мешающих определению компонентов контрольных образцов.

3.3 Для определения предела детектирования вводят в хроматограф пять или более раз соответствующий проверяемому детектору контрольный образец, в соответствии с таблицей 5 настоящей методики или таблицей А2 приложения А. Все действия и расчеты выполняются согласно подразделу 6.2.3 настоящей методики.

Время переключения колонок, режимы анализа для хроматографов с переключением колонок приводятся в хроматограммах, полученных при проведении первичной проверки на предприятии-изготовителе.

4 Дополнительные средства проверки

4.1 Дополнительные средства проверки хроматографов, предназначенных для специальных анализов, и режимы проверки приведены в таблице А2.

Таблица А2 – Дополнительные средства и значения параметров проверки хроматографов для специальных анализов

Детектор	Проба, концентрация.* газ-носитель, расход	Наполнение колонки.** Температура колонки, детектора, испарителя (метанатора)***
ПИД (с метанатором)	Проверочная газовая смесь (ГСО ПГС) оксид углерода в азоте (аргоне), от 0,01 до 0,1 % Газ-носитель аргон (азот, гелий, водород) $(25 \pm 10) \text{ см}^3/\text{мин}$	Молекулярное сито СаА, NaX. Температура: колонки $(60 \pm 20) ^\circ\text{C}$; детектора $(180 \pm 20) ^\circ\text{C}$; метанатора от 310 до 330 $^\circ\text{C}$ (100 $^\circ\text{C}$)
ПИД (с метанатором)	ГСО ПГС диоксид углерода в азоте (аргоне), от 0,01 до 0,1 % Газ-носитель аргон (азот, гелий, водород) $(25 \pm 10) \text{ см}^3/\text{мин}$	Hayesep (Porapak). Температура: колонки $(60 \pm 20) ^\circ\text{C}$; детектора $(180 \pm 20) ^\circ\text{C}$; метанатора от 310 до 330 $^\circ\text{C}$ (100 $^\circ\text{C}$)
ПИД	ГСО ПГС пропан в азоте (гелий), от 0,15 до 1,5 % Газ-носитель аргон (азот, гелий, водород) $(25 \pm 10) \text{ см}^3/\text{мин}$	Hayesep (Porapak); Температура: колонки $(60 \pm 20) ^\circ\text{C}$; детектора $(180 \pm 20) ^\circ\text{C}$

Продолжение таблицы А2

Детектор	Проба, концентрация.* газ-носитель, расход	Наполнение колонки.** Температура колонки, детектора, испарителя (ме- танатора)***
ДТП стандартного ис- полнения, ДТП повышенной чувствительности	ГСО ПГС пропан в азоте (гелий), от 0,15 до 1,5 % Газ-носитель гелий (водород) (25 ± 10) см ³ /мин	Hayesep (Porapak). Температура: колонки (60 ± 20) °С; детектора (180 ± 20) °С
ДТП стандартного исполнения, ДТП повышенной чувствительности	ГСО ПГС водород в аргоне, от 0,01 до 0,5 % Газ-носитель аргон, (25 ± 10) см ³ /мин	Молекулярное сито СаА, NaX. Температура: колонки (60 ± 20) °С; детектора (180 ± 20) °С
ДТП стандартного исполнения, ДТП повышенной чувствительности	ГСО ПГС азот в гелии (метане), от 0,01 до 1,5 % Газ-носитель гелий (водород) (25 ± 10) см ³ /мин	Молекулярное сито СаА, NaX. Температура: колонки (60 ± 20) °С; детектора (180 ± 20) °С
ПФД	ГСО ПГС сероводород в азоте от 0,002 до 0,02 %. Газ-носитель гелий (азот) (40 ± 20) см ³ /мин	Hayesep (Porapak). Температура: колонки (60 ± 20) °С; детектора (180 ± 20) °С
<p>*Относительная погрешность концентрации компонентов в ГСО ПГС должна быть не более ±10 %. Проверку хроматографов, предназначенных для специальных анализов, допускается проводить по указанным в таблице А2 компонентам. Указанные компоненты могут содержаться в стандартных образцах многокомпонентных смесей, аттестованных в установленном порядке. При этом, диапазон концентраций компонентов должен соответствовать диапазону, указанному в таблице А2.</p> <p>**Колонки насадочные металлические или стеклянные длиной (1–3) м, внутренним диаметром (2–3) мм.</p> <p>Допускается применение хроматографических колонок, поставляемых предприятием-изготовителем с хроматографом, обеспечивающих требуемое разделение поверочных смесей. Хроматографические колонки должны иметь паспорт с обязательным приложением хроматограммы снятой на данной колонке. Допускается проводить проверку на капиллярных колонках с учетом указаний, приведенных в соответствующих разделах настоящей методики.</p> <p>***Указаны рабочая температура метанатора и температура метанатора при определении уровня флуктуационных шумов (в скобках).</p>		

4.2 Эффективность колонок, указываемая в паспорте на колонку, рассчитывается по формуле

$$N = 5,545 \cdot \left(\frac{t_{\text{уд}}}{a}\right)^2 / L, \quad (1)$$

где N – эффективность колонки, тт/м;

$t_{\text{уд}}$ – время удерживания, с;

a – ширина пика на половине его высоты, с;

L – длина колонки, м

4.3 При наличии нормативной документации на методику измерений режимы поверки должны соответствовать требованиям раздела о порядке проведения измерений методики. В соответствующем разделе протокола поверки хроматографа указываются данные о режимах поверки, хроматографических колонках и контрольном образце.

Перечень компонентов, значения и единицы измерения предела детектирования, метрологические характеристики по компонентам, не указанным в данной методике поверки, должны соответствовать значениям, указанным в нормативной документации (ГОСТ, РД, МУ, ТУ, методик измерений и т.д.) на проведение анализа.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Операции, режимы и средства поверки хроматографа с масс-спектрометрическим детектором

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 В данном приложении указаны операции, режимы и средства поверки хроматографа газового «Кристалл 2000М» с детектором МСД.

1.2 При поверке все подключения, задание режимов работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации на хроматограф и руководством по эксплуатации на МСД.

1.3 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице Б1.

Таблица Б1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта приложения Б	Проведение операции при		
		выпуске из производства	выпуске из ремонта	периодической поверке
Внешний осмотр	3.1	Да	Да	Да
Опробование – определение предела детектирования	3.2, 3.3 ¹⁾	Да	Да	Да ²⁾
Определение метрологических характеристик:	3.4			
– определение относительного СКО выходного сигнала	3.4.1	Да	Да	Да ²⁾
– определение изменения выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы	3.4.2	Да	Да	Нет
¹⁾ Определение предела детектирования при отсутствии испарителя и наличии термодесорбера (далее – ТДС). ²⁾ При отсутствии утвержденной в установленном порядке НД на методику измерения.				

1.4. Допускается изменение приведенной в таблице Б1 последовательности испытаний.

1.5 Требования к квалификации поверителей приведены в разделе 3, требования безопасности приведены в разделе 4, условия поверки и подготовка к ней приведены в разделе 5 настоящей методики. Отклонение температуры окружающей среды во время поверки МСД должно быть не более, чем ± 1 °С.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Средства поверки для хроматографа с масс-спектрометрическим детектором МСД приведены в таблице Б2.

Таблица Б2 – Средства поверки для хроматографа с МСД

Наименование	Техническая характеристика
Микрошприц SGE-Chromatec-02-10 мкл, ТУ 4321-011-12908609-08 Рег. № 39206-08	Вместимость 10 мкл, значение относительного СКО случайной составляющей погрешности дозирования не более 1 %.
СО состава пестицида гексахлорбензола ГСО9106-2008	Массовая доля основного вещества не менее 99,8 % Концентрация $1,0 \cdot 10^{-3}$ мг/см ³ . * Растворитель изооктан
СО состава пестицида гексахлорбензола ГСО9106-2008	Массовая доля основного вещества не менее 99,8 % Концентрация от $1,0 \cdot 10^{-4}$ мг/см ³ до $1,0 \cdot 10^{-3}$ мг/см ³ Растворитель изооктан или гексан
СО состава бензола ГСО 7141-95	Массовая доля основного вещества не менее 99,3 % Концентрация $1,0 \cdot 10^{-3}$ мг/см ³ . Растворитель ацетон
Изооктан ос.ч. ТУ 6-09-921-76	Массовая доля основного вещества не менее 99,5 %
Ацетон ос.ч. ТУ 6-09-3513-869	Массовая доля основного вещества не менее 99,8 %
Колонка капиллярная ВР5MS или ВРХ5	Длина 15 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки фазы 0,25 мкм
Колонка капиллярная ВР-Volatile	Длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки фазы 1 мкм
Сорбционная трубка	Tenax TA 35/60 mesh

* Допускается при определении предела детектирования применять раствор гексахлорбензола концентрацией $1,0 \cdot 10^{-6}$ мг/см³ или $1,0 \cdot 10^{-4}$ мг/см³.

2.2 При проведении поверки применяют вспомогательные материалы и оборудование, указанные в таблице Б.2.

Таблица Б.2 – Вспомогательные материалы, оборудование

Наименование	Техническая характеристика
Барометр-анероид БАММ-1 Рег. № 5738-76	Диапазон измерений от 80 до 106 кПа, ПГ ±0,2 кПа
Прибор комбинированный Testo-608-Н1 Рег. № 53505-13	Диапазон измерений: - относительной влажности воздуха от 15 до 85 %, ПГ ±3 %; - температуры воздуха от 0 до 50 °С, ПГ ±0,5 °С
Вольтамперфазометр цифровой Ре-тометр Рег. № 29125-05	Диапазон измерений: - напряжения от 40 до 600 В, ПГ ±(0,005X+1,2) В - частоты от 20 до 100 Гц, ПГ ±0,1 Гц
Бюретка типа 1-2-100-0,2 по ГОСТ 29251	Класс точности 2, вместимость 100 см ³
Весы неавтоматического действия ГОСТ Р 53228-2008	Наибольший предел взвешивания 200 г Класс точности высокий (П).
Колбы мерные по ГОСТ 1770-74	Класс точности 2, вместимость 25, 50, 100, 500, 1000 см ³
Пипетки по ГОСТ 29227-91	Класс точности 2, вместимость 0,1; 1,0 см ³

Продолжение таблицы Б2

Наименование	Техническая характеристика
Гелий газобразный, марка А ТУ 51-940-80	Объемная доля основного вещества не менее 99,995 %

При наличии НД на методику измерения технические характеристики колонок должны соответствовать требованиям раздела о средствах измерений методики. Допускается проводить поверку на капиллярных колонках с учетом указаний, приведенных в соответствующих разделах настоящей методики

2.3 Допускается использовать другие средства поверки, вспомогательные материалы и оборудование, метрологические и технические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей инструкции

3 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают следующее:

- соответствие комплектности хроматографа и номеров блоков формуляру;
- отсутствие вмятин и нарушения покрытия;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки

3.2 Опробование – определение предела детектирования (чувствительности) по гексахлорбензолу.

3.2.1 Для определения предела детектирования по гексахлорбензолу устанавливают значения параметров хроматографа и МСД, приведенные в таблице Б3.

Таблица Б3– Значения параметров

Наименование параметра	Значение параметра
Хроматограф	
Температура испарителя:	от 220 до 320 °С
Температура термостата штуцеров (при наличии)	от 200 до 320 °С
Температура термостата колонки и температуры переходных линий термостата колонок (при наличии) в режиме программирования:	
– начальная температура	(40–90) °С – 1 мин
– конечная температура	(225–320) °С – 5 мин
– скорость нагрева	от 10 до 30 °С/мин
Режим ввода пробы	
- при определении отношения сигнал / шум	«без деления потока»
- при определении СКО	«с делением потока»
Расход газа-носителя (гелия) через колонку	от 1 до 1,5 см ³ /мин
МСД	
Режим ионизации	электронный
Интервал сканирования	
- при определении отношения сигнал / шум	от 50 до 300 а.е.м.
- при определении СКО	от 50 до 300 а.е.м, или 284 а.е.м, или 286 а.е.м

Продолжение таблицы Б3

Наименование параметра	Значение параметра
МСД	
Время сканирования - при определении отношения сигнал / шум - при определении СКО	0,2 с не более 0,1 с на единичной массе
Температура переходной линии	от 200 до 320 °С
Температура ионного источника	от 200 до 320 °С
Примечания 1 Режимы проверки, указанные в таблице, приведены для справок и могут быть изменены в процессе поверки. При этом оптимальные режимы проверки фиксируются в хроматограммах первичной поверки, поставляемых с хроматографом. 2 При наличии НД на методику измерения режимы поверки должны соответствовать требованиям раздела о порядке проведения измерений методики. В хроматограммах поверки указываются данные о режимах поверки, хроматографических колонках и контрольном образце.	

3.2.2 Вводят в испаритель хроматографа с помощью микрошприца, вместимостью 10 мкл $1,0 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$ гексахлорбензола концентрацией $1,0 \cdot 10^{-5} \text{ мг/см}^3$ в изооктане не менее пяти раз.

3.2.3 С помощью программного обеспечения МСД определяют отношение сигнал/шум для гексахлорбензола по хроматограмме иона с M/Z 284 а.е.м. или 286 а.е.м.

3.2.4 Полученное значение отношения сигнал/шум должно быть не менее 1500:1.

3.2.5 Значение отношения сигнал/шум, измеренное при периодической поверке, может отличаться от значения, измеренного при первичной поверке, но не более чем в 5 раз.

3.3 Опробование – определение предела детектирования по бензолу

3.3.1 Для определения предела детектирования (чувствительности) по бензолу устанавливают режим работы хроматографа, ТДС и МСД, согласно таблицы Б4.

Таблица Б4– Режим работы хроматографа с ТДС и МСД

Наименование параметра	Значение параметра
Хроматограф	
Температура термостата колонки:	от 100 до 150 °С
Температура переходных линий термостата колонок	от 100 до 150 °С
Температура термостата штуцеров	от 200 до 260 °С
Режим ввода пробы	«с делением потока»
Деление потока пробы	от 10 до 30 раз
Расход газа-носителя (гелия) через колонку	от 1 до 1,5 см ³ /мин
ТДС	
Температура крана	от 150 до 200 °С
Температура переходной линии ТДС	от 150 до 250 °С

Продолжение таблицы Б4

Наименование параметра	Значение параметра
ТДС	
Подготовка: Температура трубки (начальная) Температура ловушки (нижняя) Расход газа-носителя Десорбция: Температура трубки Расход продувочного газа Время десорбции Анализ: Температура ловушки (верхняя) Скорость нагрева Время нагрева	от 15 до 40 °С от минус 10 до минус 5 °С 5,0 см ³ /мин от 200 до 250 °С 20 см ³ /мин 5 минут 250 °С 2000 °С/мин 2 минуты
МСД	
Режим ионизации Интервал сканирования Время сканирования Температура переходной линии Температура ионного источника	электронный от 50 до 250 а.е.м. 0,2 с от 200 до 260 °С 200 °С
Примечания	
1 Режимы проверки, указанные в таблице, приведены для справок и могут быть изменены в процессе проверки. Режимы проверки фиксируются в хроматограммах первичной проверки, поставляемых с хроматографом.	
2 При наличии НД на методику измерения режим проверки должен соответствовать требованиям раздела о порядке проведения измерений методики. В хроматограммах проверки указываются данные о режиме проверки, хроматографических колонках и контрольных образцах.	

3.3.2 Сорбционную трубку наполненную сорбентом ТелакТА 35/60 mesh устанавливают в устройство ввода в сорбционную трубку.

3.3.3 В сорбционную трубку вводят с помощью микрошприца вместимостью 10 мкл $1,0 \cdot 10^{-3}$ см³ бензола в ацетоне с концентрацией $1,0 \cdot 10^{-3}$ мг/см³.

3.3.4 Сорбционную трубку извлекают из устройства ввода в сорбционную трубку, устанавливают в термостат сорбционных трубок ТДС хроматографа и запускают анализ.

3.3.5 Пункты 3.3.2 – 3.3.4 повторяют не менее 5 раз.

3.3.6 С помощью программного обеспечения МСД определяют отношение сигнал/шум для бензола по хроматограмме иона с M/Z 78 а.е.м. При вводе пробы с делением, полученное значение отношение сигнал/шум умножают на коэффициент деления.

3.3.7 Полученное значение отношения сигнал/шум должно быть не менее 1000:1.

3.3.8 Значение отношения сигнал/шум, измеренное при периодической проверке, может отличаться от значения, измеренного при первичной проверке, но не более чем в 5 раз.

3.4 Определение метрологических характеристик

3.4.1 Определение относительного СКО параметров выходного сигнала.

При проверке применяют контрольные образцы, приведенные в таблице Б2.

Устанавливают режимы работы хроматографа и МСД, приведенные в таблице Б3 для хроматографа с испарителем или Б4 для хроматографа с ТДС. При определении метрологических характеристик по гексахлорбензолу допускается применять режим ввода пробы «с делением потока».

В хроматограф вводят контрольный образец не менее 5 раз.

С помощью программного обеспечения МСД для каждого ввода контрольной смеси определяют время удерживания и площадь пика X_i для гексахлорбензола на хроматограмме иона с M/Z 284 а.е.м. или 286 а.е.м., для бензола на хроматограмме для иона с M/Z 78 а.е.м..

Вычисляют среднее арифметическое значение параметров выходного сигнала \bar{X} : времени удерживания, площади пика.

Относительное СКО параметров выходного сигнала рассчитывают согласно п. 6.3.1 настоящей методики.

Полученное значение относительного СКО площади пика при ручном дозировании не должно превышать 6 %, а времени удерживания 2%.

Полученное значение относительного СКО площади пика при дозировании с помощью автоматического дозатора не должно превышать 4 %, а времени удерживания 0,4 %.

3.4.2 Определение относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы.

Проводят операции по п. 3.4.1 приложения Б.

Через 8 часов непрерывной работы повторяют операции по п. 3.4.1 приложения Б. Относительные изменения параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы рассчитывают согласно п. 6.3.2. настоящей методики.

Полученные значения относительного изменения параметров выходного сигнала не должны превышать ± 5 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

Инструкция по приготовлению контрольных растворов

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

Диапазон содержания массовой концентрации компонента в контрольном образце должен быть от $1 \cdot 10^{-6}$ до 10 мг/см^3 . Относительная погрешность массовой концентрации контрольного компонента не превышает 10 %.

Средства измерений, материалы и реактивы приведены в разделе 2 настоящей методики поверки.

1 Процедура приготовления растворов

1.1 Растворы с массовой концентрацией в диапазоне от 1 до 10 мг/см^3 готовят объемно - весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента (C_0) определяют по формуле

$$C_0 = \frac{m_1}{v} \quad (\text{В.1})$$

где m_1 – масса контрольного компонента, мг;
 v – объем приготовленного раствора, см^3 .

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

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

1.4 Определяют массу (m_1) мерной колбы вместимостью 100 см^3 . Результат взвешивания записывают до первого десятичного знака в мг.

1.5 В мерную колбу вносят от 100 до 1000 мг контрольного компонента и вновь взвешивают колбу (m_2).

1.6 Вычисляют массу контрольного компонента (m) в мг

$$m = m_2 - m_1 \quad (\text{В.2})$$

1.7 В колбу с контрольным компонентом вводят от 20 до 25 см^3 растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до 100 см^3 . Тщательно перемешивают раствор.

1.8 Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по формуле В.1.

1.9 Растворы с содержанием контрольного компонента от $1 \cdot 10^{-6} \text{ мг/см}^3$ до 1 мг/см^3 готовят объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов. Массовую концентрацию контрольного компонента рассчитывают по формулам

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

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

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

214.2.840.030-03Д

где n – номер ступени разбавления исходного контрольного раствора с концентрацией C_0 .
 V_1, V_2, V_n – аликвотная доля раствора с концентрацией C_0, C_1, C_{n-1} , соответственно, мг/см³.

1.10 Перед каждым разбавлением рассчитывают значение аликвотной доли раствора (V_1, V_2, V_n), исходя из заданного значения концентрации контрольного компонента (C_0, C_1, C_{n-1}) и концентрации разбавляемого раствора.

1.11 В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до 100 см³ и тщательно перемешивают.

1.12 Для уменьшения предела возможных значений погрешности приготовления контрольных растворов рекомендуется использовать мерные колбы вместимостью более 100 см³, а объем отбираемой аликвотной доли не менее 1 см³.

1.13 Для уменьшения предела возможных значений погрешности приготовления контрольных растворов при взвешивании в диапазоне 10 мг рекомендуется использовать весы погрешностью взвешивания не хуже 0,0005 г.

2 Хранение контрольных растворов

2.1 Контрольный раствор 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 дней (если иное не заявлено в паспорте на ГСО или в НД на методику измерения), смеси меньших концентраций хранению не подлежат.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(рекомендуемое)
Форма протокола поверки хроматографа

Протокол № _____
поверки хроматографа газового «Кристалл 2000М», принадлежащего

наименование организации _____

Изготовитель _____

Год изготовления _____

Порядковый номер по системе нумерации изготовителя _____

Наименование и номера блоков _____

Условия поверки

температура окружающего воздуха _____ К (°С)

атмосферное давление _____ кПа

относительная влажность _____ %

напряжение питания _____ В

1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Значение уровня шумов		Значение дрейфа	
	по ТУ	действительное	по ТУ	действительное

2 Определение предела детектирования

Детектор	Значение выходного сигнала	Значение предела детектирования	
		по ТУ	действительное

3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Детектор	Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала			Значение по ТУ		
	t_i	h_i	S_i	t	h	S	σ_t	σ_h	σ_S	σ_{t0}	σ_{h0}	σ_{S0}

4 Определение изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы

Детектор	Значение выходного сигнала		Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Значение по ТУ		Действительное значение		

5 Определение погрешности результатов измерений

Значение содержания (добавка) контрольного компонента, полученное при измерении выходного сигнала	Значение содержания контрольного компонента по паспорту (расчетное значение добавки)	Норматив контроля, установленный в НД на методику измерения

6 Особые отметки (пробы, режимы, колонки и др.)

7 Приложение (хроматограммы, полученные при поверке)

Заключение по результатам поверки _____

Выдано свидетельство (извещение о непригодности)

№ _____ от _____ 20 ____ г.

Поверку проводил _____

подпись

« ____ » _____ 20 ____ г.

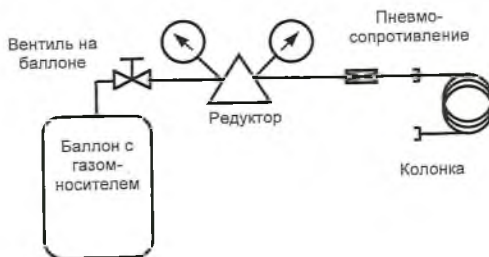
ПРИЛОЖЕНИЕ Д
(рекомендуемое)
Подготовка хроматографических колонок

Хроматограф поставляется с заполненными и протестированными колонками. При необходимости заполнения колонок пользователем самостоятельно, рекомендуется следующая типовая последовательность действий.

Продуть колонку газом-носителем при давлении (0,2-0,3) МПа от баллона с редуктором, закрывая и открывая свободный конец колонки.

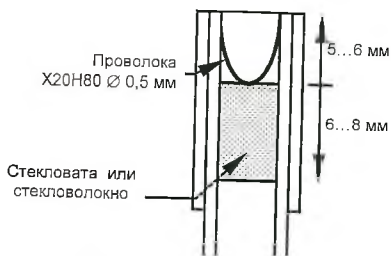
Промыть колонку и просушить:

- Заполнить колонку раствором технического моющего средства (ТМС) "Лабомид-102" ТУ 2149-051-10968286-97 в воде, поместить в ультразвуковую ванну и промыть с использованием ультразвука, одновременно прокачивая через колонку раствор ТМС.
- Промыть колонку от ТМС горячей водой в объеме до 40 объемов колонки.
- Промыть колонку слабым раствором (5 %) соляной кислоты (3-4 объема колонки) для нейтрализации остатков ТМС.
- Промыть колонку холодной водой.
- Промыть колонку дистиллированной водой.
- Продуть колонку от воды воздухом от компрессора.
- Просушить колонку в сушильном шкафу при температуре 150 °С не менее 2 часов.
- Охладить колонку.



Перед заполнением колонки:

- Конец колонки, подключаемый к вакуумному насосу, уплотнить стекловолокном или стекловатой.



- Рассчитать количество сорбента, необходимое для заполнения колонки по формуле

$$V = (3,14 \cdot D_{\text{кол}}^2 \cdot L_{\text{кол}}) / 4,$$

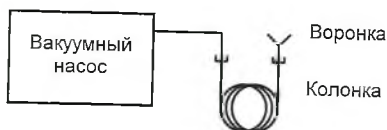
где V – объем сорбента (см^3),

$D_{\text{кол}}$ – внутренний диаметр колонки (см),

$L_{\text{кол}}$ – длина колонки (см).

Оптимальное отношение внутреннего диаметра колонки к диаметру частиц сорбента составляет 8–10 раз.

Заполнить колонки сорбентом при легком постукивании (или вибрации) по колонке, обеспечивая равномерную набивку колонки.



Не отключая вакуумного насоса, уплотнить свободный конец колонки стекловолокном или стекловатой.

Заполненные колонки установить в термостат хроматографа, не подключая к детекторам.

Кондиционировать колонки в потоке газа-носителя с расходом (15–20) $\text{см}^3/\text{мин}$ в течение 8 ч при температурах, указанных в сопроводительной документации для соответствующих неподвижных фаз или адсорбентов.

При температуре кондиционирования свыше 250 °С колонки подключать с использованием графитового уплотнения.

ПРИЛОЖЕНИЕ Е
(обязательное)

Операции, режимы и средства поверки хроматографа с аспиратором

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 В данном приложении указаны операции, режимы и средства поверки аспиратора хроматографа газового «Кристалл 2000М».

1.2 При поверке все работы необходимо выполнить в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

1.3 При проведении первичной и периодической поверок аспиратора необходимо выполнить операции, указанные в таблице Е1.

Таблица Е1– Операции поверки аспиратора

Наименование операции	Номер пункта приложения Е	Проведение операции при		
		выпуске из производства	выпуске из ремонта	периодической поверке
Внешний осмотр	4.1	Да	Да	Да
Определение основной приведенной погрешности измерения расхода	4.2	Да	Да	Да
Определение хода часов аспиратора	4.3	Да	Да	Да

1.4. Допускается изменение приведенной в таблице Е1 последовательности действий.

1.5 Требования к квалификации поверителей приведены в разделе 3, требования безопасности приведены в разделе 4, условия поверки и подготовка к ней приведены в разделе 5 настоящей методики

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 Средства поверки аспиратора приведены в таблице Е2.

Таблица Е2 – Средства поверки аспиратора

Наименование	Техническая характеристика
Расходомер газа Bronkhorst EL-Flow Рег. № 25705-10	Диапазон измерения расхода от 20 см ³ /мин до 1000 см ³ /мин приведенного к нормальным условиям, ПГ ±0,5 % от показаний +0,1 % от полной шкалы
Секундомер электронный Счет-1М, ТС2.818.002 ТУ Рег. № 6643-78	Диапазон измерения от 0,01 до 99999,9 с, предел допускаемой абсолютной погрешности измерения, не более $+(15 \cdot 10^{-3} \cdot T + 0,5 \cdot C)$ с, где Т – значение измеряемого интервала, с, С – дискретность измерений
Барометр-анероид БАММ-1 Рег. № 5738-76	Диапазон измерений от 80 до 106 кПа, ПГ ±0,2 кПа

Продолжение таблицы Е2

Наименование	Техническая характеристика
Прибор комбинированный Testo-608-Н1 Пер. № 53505-13	Диапазон измерений: - относительной влажности воздуха от 15 до 85 %, ПГ ±3 %; - температуры воздуха от 0 до плюс 50 °С, ПГ ±0,5 °С

2.2 Допускается использовать другие средства поверки, вспомогательные материалы и оборудование, метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных в таблице Е2

2.3 При использовании в качестве средства поверки расходомера газа, отличного от указанного в таблице Е2, результаты измерений расхода привести к условиям по ГОСТ 2939-63. Формулы для приведения расхода газа к условиям ГОСТ 2939-63 указаны в п.4.4 данного приложения.

2.4 Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены в соответствии с действующими нормативными документами.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться условия описанные в пункте 5.1 настоящей методики.

3.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовлены средства поверки, перечисленные в таблице Е2 по прилагаемым к ним эксплуатационным документам.
- в термостат сорбционной трубки хроматографа сорбционная трубка должна быть установлена пустая, без сорбента.
- проведена проверка герметичности газовых линий аспиратора согласно указаниям руководства по эксплуатации хроматографа.

4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1 Внешний осмотр.

4.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности;
- отсутствие вмятин и нарушения покрытия;
- чёткость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

4.2 Определение основной приведенной погрешности измерения расхода.

4.2.1 Определение основной приведенной погрешности измерения расхода аспиратора производят при помощи расходомера газа. Поверка осуществляется для значений расхода: 20, 50, 100, 150, 200 см³/мин.

4.2.2 К штуцеру хроматографа «вход пробы» с помощью трубопровода внутренним диаметром не менее 1 мм и длиной не более 2 метров, подключают расходомер газа.

4.2.3 Аспиратором устанавливают расход газа равный 20 см³/мин и запускают старт отбора, согласно ЭД.

4.2.4 Расходомером газа два раза с интервалом в 1 мин измеряют расход газа Q_i (см³/мин).

4.2.5 Проводят операции установления и измерения расходов газа для значений 50, 100, 150 и 200 см³/мин.

4.2.6 Оценку основной приведенной погрешности измерения расхода γ (%) производят для каждого i -го измерения по формуле:

$$\gamma = (Q_n - Q_i) \cdot 100 / Q_m \quad (\text{E.1})$$

где Q_n – заданный (номинальный) расход газа, см³/мин;

Q_i – действительный расход газа при i -м измерении, см³/мин;

Q_m – верхний предел измерения расхода аспиратора, см³/мин.

4.2.7 Аспиратор считают выдержавшим испытание, если основная приведенная погрешность измерения расхода γ каждого i -го измерения не превышает ± 5 %.

4.3 Определение хода часов аспиратора.

4.3.1 Подключают к разьему хроматографа «старт аспиратора» секундомер электронный.

4.3.2 Согласно руководству по эксплуатации устанавливают время отбора пробы равное 60 мин и запускают старт отбора.

4.3.3 По окончании отбора фиксируют время по секундомеру.

4.3.4 Определяют ход часов g (с/ч) по формуле:

$$g = g_i - g_n,$$

где g_i – измеренное секундомером значение времени, с;

g_n – заданное аспиратором значение времени, с.

4.3.5 Аспиратор считается выдержавшим поверку, если ход часов g не превышает ± 5 с/ч.

4.4 Приведение расхода газа к условиям по ГОСТ 2939-63.

4.4.1 В случае использования в качестве средства поверки расходомера газа, определяющего расход при условиях измерений, все результаты измерений приводят к условиям по ГОСТ 2939-63.

4.4.2 Заданный (номинальный) аспиратором расход газа Q_n^* (см³/мин), приведенный к условиям по ГОСТ 2939-63, рассчитывают по формуле:

$$Q_n^* = Q_n \cdot 293 / 273, \quad (\text{E.2})$$

где Q_n – расход газа, установленный аспиратором, см³/мин.

4.4.3 Измеренный расходомером газа расход газа Q_i^* (см³/мин) при условиях измерений приводят к условиям по ГОСТ 2969-63 по формуле:

$$Q_i^* = Q_i \cdot (P_{\text{атм}} + P_{\text{разр}}) \cdot 293 / (101,3 \cdot (273 + T)) \quad (\text{E.3})$$

где Q_i – расход газа, измеренный расходомером газа, см³/мин;

$P_{\text{атм}}$ – атмосферное давление, кПа;

$P_{\text{разр}}$ – разрежение, измеренное по вакуумметру, кПа;

T – температура окружающей среды, °С.

