

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**

Согласовано

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



Е.П. Собина

02 2024 г.

«ГСИ. Хроматографы газовые Sintescon

Методика поверки»

МП 74-241-2023

Екатеринбург

2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ Гольнец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в феврале 2024 г.

Содержание

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	6
3	Перечень операций поверки	7
4	Требования к условиям проведения поверки	8
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	8
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	8
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	10
8	Внешний осмотр средства измерений	10
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	10
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	12
11	Определение метрологических характеристик средства измерений	12
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	13
13	Оформление результатов поверки.....	15
	Приложение А.....	16
	Приложение Б	18

Государственная система обеспечения единства измерений Хроматографы газовые Sintecon Методика поверки	МП 74-241-2023
--	-----------------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые Sintecon (далее – хроматографы), выпускаемые Panna (Changzhou) Instrument Co., Ltd, Китай, и устанавливает методы и средства поверок.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость хроматографа к государственным первичным эталонам единиц величин, реализующаяся путем применения стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к:

- ГЭТ 208-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 10.06.2021 г. № 988;

- ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 и приказом Росстандарта от 17.05.2021 г. № 761;

- ГЭТ 154-2019 «Государственному первичному эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» в соответствии с приказом Росстандарта от 31.12.2020 г. № 2315.

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

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки хроматографов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблицах 1 - 3.

Таблица 1 - Метрологические характеристики (уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, дрейф нулевого сигнала, предел детектирования)

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, не более, для хроматографов, оснащенных детекторами: детектором по теплопроводности (ДТП), В пламенно-ионизационным детектором (ПИД), А электронно-захватным детектором (ЭЗД), Гц пламенно-фотометрическим детектором (ПФД I, ПФД II), А гелиевым ионизационным детектором пульсирующего разряда (ГИПРД), А хемилюминесцентным детектором для определения серы (ХДС), А	 $5,0 \cdot 10^{-4}$ $1,0 \cdot 10^{-13}$ 3 $2,0 \cdot 10^{-10}$ $2,0 \cdot 10^{-11}$ $5,0 \cdot 10^{-11}$
Дрейф нулевого сигнала, не более, для хроматографов, оснащенных детекторами: детектором по теплопроводности (ДТП), В/ч пламенно-ионизационным детектором (ПИД), А/ч электронно-захватным детектором (ЭЗД), Гц/ч пламенно-фотометрическим детектором (ПФД I, ПФД II), А/ч гелиевым ионизационным детектором пульсирующего разряда (ГИПРД), А/ч хемилюминесцентным детектором для определения серы (ХДС), А/ч	 $55 \cdot 10^{-4}$ $2,5 \cdot 10^{-12}$ 15 $7,0 \cdot 10^{-9}$ $5,0 \cdot 10^{-10}$ $1,2 \cdot 10^{-9}$
Предел детектирования, не более, для хроматографов, оснащенных детекторами: детектором по теплопроводности (ДТП)*, г/см ³ пламенно-ионизационным детектором (ПИД)*, г/с электронно-захватным детектором (ЭЗД)**, г/с пламенно-фотометрическим детектором (ПФД I, ПФД II)***, г/с по фосфору по сере гелиевым ионизационным детектором пульсирующего разряда (ГИПРД), млрд ⁻¹ (ppb)**** хемилюминесцентным детектором для определения серы (ХДС)***, г/с	 $5,0 \cdot 10^{-10}$ $4,5 \cdot 10^{-12}$ $1,0 \cdot 10^{-14}$ $1,0 \cdot 10^{-12}$ $3,0 \cdot 10^{-11}$ 100 $1,5 \cdot 10^{-12}$
Примечания к таблице: пределы детектирования установлены с применением: * Гексадекана при вводе жидких проб, пропана при вводе с помощью крана или газоплотного шприца ** Линдана *** Паратионметила при вводе жидких проб, сероводорода при вводе с помощью крана или газоплотного шприца **** Метана	

Таблица 2 - Метрологические характеристики хроматографов, оснащенных масс-спектрометрическим детектором (МСД)

Наименование характеристики	Значение
Отношение сигнал/шум*, не менее	1500:1
Диапазон измерений масс, а.е.м.	от 1 до 1200
* Отношение сигнал/шум установлены с применением гексахлорбензола	

Таблица 3 – Метрологические характеристики хроматографов (относительное среднеквадратическое отклонение (СКО) выходного сигнала)

Детектор	Относительное СКО выходного сигнала, %, не более			
	Автоматическое дозирование пробы		Ручное дозирование пробы	
	по времени удерживания	по площади пика	по времени удерживания	по площади пика
ДТП	0,2	3,0	0,3	4,0
ПВД	0,2	3,0	0,3	4,0
ЭЗД	0,3	4,0	0,4	6,0
ПФД I	0,3	4,0	0,4	6,0
ПФД II	0,3	6,0	0,4	8,0
ГИПРД	-	-	0,5	8,0
ХДС	0,3	6,0	0,4	8,0
МСД	3,0	8,0	4,0	10,0

2 Нормативные ссылки

В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России № 2906 от 28.08.2020 г. «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта от 10.06.2021 г. № 988 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 17.05.2021 № 761 «О внесении изменения в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

Приказ Росстандарта от 31.12.2020 № 2315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ТУ 2631-007-45579693-2001 1,2-дихлорэтан для хроматографии. Технические условия

ТУ 2631-008-45579693-2002 Изоктан для хроматографии. Технические условия

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 4.

Таблица 4 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений:			
- уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	да	да	11.1
- относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала хроматографа	да	да	11.2
- предела детектирования	да	да	11.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, хроматограф бракуется.

3.3 Поверка по отдельному измерительному каналу (детектору) в соответствии с пунктом 18 приложения №1 к Приказу Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» проводится на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от 15 до 30;
- относительная влажность воздуха, %, не более 85

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке хроматографа допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и руководством по эксплуатации (далее – РЭ) на хроматограф.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 5.

Таблица 5 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15°C до 35°C с пределами допускаемой погрешности измерений температуры не более ± 1 °C и относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 85 % с пределами допускаемой погрешности измерений относительной влажности воздуха ± 2 %	гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
	интервал аттестованных значений массовой концентрации гексадекана от 0,19 до 0,21 мг/см ³ , доверительные границы относительной погрешности $\pm 2,0$ %, при $P=0,95$	стандартный образец состава гексадекана ГСО 7289-96

Продолжение таблицы 5

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	интервал аттестованных значений массовой концентрации паратион-метила от 50 до 150 мкг/см ³ , доверительные границы относительной погрешности $\pm 2\%$, при $P=0,95$	стандартный образец состава паратион-метила в гексане ГСО 11378-19
	Весы лабораторные электронные LE225D, рег.№ 28158-04, I (специальный) класс точности по ГОСТ OIML R 76-1, дискретность отчета не более 0,1 мг Колбы мерные 2-100 (25, 50) -2 ГОСТ 1770-91 Пипетки 1-1-2-0,5(1,2,5, 10) ГОСТ 29227-91 Растворители: Н-гексан «ХЧ» ТУ 2631-005-45579693-2001 Изооктан «ХЧ» ТУ 2631-008-45579693-2002	
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая концентрация гексадекана 100 мг/л 1000 мг/л	контрольный раствор гексадекана, приготовленный из ГСО 11731-2021 и гексана в качестве растворителя
	Массовая концентрация линдана 3 и 5 пг/мкл	контрольный раствор линдана, приготовленный из ГСО 12102-2022 и изооктана в качестве растворителя
	Массовая концентрация паратион-метила 10,5 мг/л	контрольный раствор паратион-метила, приготовленный из ГСО 11378-19 и изооктана в качестве растворителя
	Массовая концентрация гексахлорбензола 10 пг/мкл 1 пг/мкл	контрольный раствор гексахлорбензола, приготовленный из ГСО 12101-2022 и изооктана в качестве растворителя
	Массовая концентрация пропана в гелии или азоте от 1000 до 100000 млн ⁻¹	ГСО 10772-2016 стандартные образцы состава искусственной газовой смеси, содержащей углеводородные газы
	Массовая концентрация сероводорода в гелии или азоте от 1 до 100 млн ⁻¹	ГСО 10771-2016 стандартные образцы состава искусственной газовой смеси с серосодержащими газами
	Массовая концентрация метана в гелии от 5 до 15 млн ⁻¹	ГСО 10772-2016 стандартные образцы состава искусственной газовой смеси, содержащей углеводородные газы

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь паспорт с действующим сроком годности.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 5.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида хроматографа сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений хроматографа, четкость обозначений и маркировки;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Хроматограф подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 При проведении поверки хроматографов, предусматривающих инжектор для ввода проб шприцом для жидкости или автоматический дозатор, в соответствии с инструкцией по применению и таблицей 6 приготовить стандартные образцы, указанные в таблице 5:

- ГСО 11731-2021 состава н-гексадекана;
- ГСО 11378-19 состава паратион- метила в гексане;
- ГСО 12102-2022 состава гамма-гексахлорцикло-гексана (линдана);
- ГСО 12101-2022 состава гексахлорбензола.

Приготовление смесей – по приложению А.

Таблица 6 – Детекторы, контрольное вещество, концентрация

Детектор	Контрольное вещество, концентрация	Растворитель
ПИД (пламенно-ионизационный детектор)	гексадекан 100 мг/л	гексан
ДТП (детектор по теплопроводности)	гексадекан 1000 мг/л	гексан
ЭЗД (электронно-захватный детектор)	линдан 3 и 5 пг/мкл	изооктан
ПФД (пламенно-фотометрический детектор)	паратион-метил 10,5 мг/л	изооктан
ХДС (хемилюминесцентный детектор для определения серы)	паратион-метил 2 мг/л	изооктан
ГИПРД (гелиевый ионизационный детектор пульсирующего разряда)	гексадекан 100 мг/л	гексан
МСД (масс-спектрометрический детектор)	гексахлорбензол 10 и 1 пг/мкл	изооктан

9.3 При проведении поверки хроматографов, предусматривающих использование кран-дозатора или шприца для ввода газовых проб, в соответствии с инструкцией по применению и таблицей 7 приготовить стандартные образцы – поверочные газовые смеси, указанные в таблице 5:

ГСО 10772-2016 стандартные образцы состава искусственной газовой смеси, содержащей углеводородные газы;

ГСО 10771-2016 стандартные образцы состава искусственной газовой смеси с серосодержащими газами.

Таблица 7 – Детекторы, контрольное вещество, концентрация

Детектор	Контрольное вещество, концентрация	Основной компонент
ПИД (пламенно-ионизационный детектор)	пропан от 1000 до 100000 млн ⁻¹	гелий или азот
ДТП (детектор по теплопроводности)		
ПФД (пламенно-фотометрический детектор)	сероводород от 1 до 100 млн ⁻¹	гелий или азот
ГИПРД (гелиевый ионизационный детектор пульсирующего разряда)	метан от 5 до 15 млн ⁻¹	гелий

9.4 Включить хроматограф и дождаться успешного завершения процедуры самотестирования, либо отдельно проверить герметичность газовых линий хроматографа в соответствии с РЭ.

Рекомендуемое время выхода детекторов, установленных в хроматографах, на рабочий режим:

- ДТП, ПИД, ГИПРД, ПФД I, ПФД II не менее 2 часов;
- ЭЗД, ХДС, МСД – до 24 часов, но не менее 4 часов.

9.5 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 5.
Запустить пробную процедуру измерения.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) хроматографа. Идентификационные данные ПО выводятся на дисплей ПК при запуске хроматографа или при обращении к соответствующему подпункту меню ПО.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 8.

Таблица 8 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение для		
	внешнего ПО для модификаций GC A100.1, GC A500.1 и GC A500.2	встроенного ПО для модификации GC A500.1 и GC A500.2	внешнего ПО для GC A500.1 и GC A500.2, оборудованных масс- спектрометрическим детектором
Идентификационное наименование ПО	Bridge	- .	MS Explorer (MS Explorer Acquire System и MS Explorer Data Analyst)
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже V2.6.0.1	не ниже 0.1	не ниже V1.0.2.5
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на рабочий режим и принимают его равным максимальной амплитуде (размаху) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд. Для определения уровня флуктуационных шумов проводят регистрацию нулевой линии в течение 10 минут, при этом единичные выбросы длительностью более 1 с не учитывают.

За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение средней линии нулевого сигнала в течение 20 минут.

Режимы измерений при определении метрологических характеристик для хроматографов с различными детекторами приведены в Приложении Б.

11.2 Определение предела детектирования

При определении предела детектирования в инжектор-испаритель микрошприцом (или с помощью автосамплера) вводят от 1 до 10 мкл контрольной смеси по таблице 6 для соответствующего детектора. Воспроизводят хроматограмму на дисплее персонального компьютера.

По полученной хроматограмме определить площадь пика контрольного вещества (далее - S), выраженную в соответствующих для каждого детектора единицах (В·с, А·с, Гц·с).

Примечание - При использовании режима деления потока (сплит S) следует учитывать введенный коэффициент в качестве делителя (S+1).

11.3 Определение чувствительности (отношения сигнал/шум масс-спектрометрического детектора МСД)

Режимы измерений при определении метрологических характеристик для хроматографов с детекторами МСД приведены в Приложении Б.

Для определения отношения сигнал/шум используют контрольный раствор гексохлорбензола в изеооктане с концентрацией гексохлорбензола 10 мкг/л.

Объем вводимой пробы – 1 мм³. Вводят пробу в инжектор микрошприцом (допускается использовать устройство автоматического ввода проб) и с помощью ПО определяют отношение сигнал/шум. Проводят еще не менее 4 измерений.

11.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

Вводят в инжектор – испаритель один и тот же объем в пределах от 1 до 10 мкл жидкой контрольной смеси с помощью микрошприца (автодозатора) и воспроизводят на дисплее персонального компьютера хроматограмму.

Фиксируют время удерживания и площадь пика контрольного вещества.

Повторяют операцию пять раз. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

По результатам измерений, полученным по п. 11.1, определить уровень флуктуационных шумов в соответствии с РЭ.

За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение средней линии нулевого сигнала в течение 20 минут.

Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

12.2 Определение предела детектирования

Предел детектирования $C_{\min}$ (г/с), рассчитывают на основании данных, полученных по 11.1 и 11.2, для всех детекторов по формуле (1), для ПИД (г/см³) по формуле (2), для ГИПРД детектора по формуле (3):

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S} \quad (1)$$

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S \cdot V_{\text{ГН}}} \quad (2)$$

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot C}{H} \quad (3)$$

где G – масса контрольного компонента, г;

S – среднее арифметическое значение площади пика, выраженное в соответствующих для каждого детектора единицах (В·с, А·с, Гц·с);

ΔX – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, полученный после стабилизации режима работы хроматографа (по п.11.1), выраженный в соответствующих для каждого детектора единицах (В, А, Гц);

$V_{\text{ГН}}$ – расход газа-носителя, см³/с;

C – концентрация контрольного вещества в газовой смеси, млн⁻¹;

H – высота пика (В, А, Гц).

Массу контрольного компонента определяют по формуле

$$G = G_k \cdot V \quad (4)$$

где G_k – массовая концентрация контрольного вещества в смеси, г/см³

V – объем введенной контрольной смеси, см³

Найденные значения $C_{\min}$ не должны превышать значений пределов детектирования, указанных в таблице 1.

12.3 Проверка чувствительности (отношения сигнал/шум масс-спектрометрического детектора МСД)

Проверка чувствительности осуществляется на основании данных, полученных по 11.3. За отношение сигнал/шум принимают наименьшее из полученных значений. Результаты определения считают положительными, если полученные значения отношения сигнал/шум удовлетворяют требованиям таблицы 2.

12.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала хроматографа

По результатам измерений, полученным по п.11.4, с помощью программного обеспечения определить ОСКО выходного сигнала по площади пика и времени удерживания.

Возможно провести расчет вручную по формулам:

$$ОСКО_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

$$ОСКО_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}} \quad (6)$$

где – t_i , S_i – i -ое значение результатов измерений времени удерживания и площади пика соответственно;

$\bar{t}$, $\bar{S}$ – среднее арифметическое значение времени удерживания, площади пика соответственно;

n – количество измерений.

Значения ОСКО по времени удерживания, площади пика не должны превышать значений, приведенных в таблице 3.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки хроматограф признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на хроматограф и пломбирование хроматографа не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки хроматограф признают непригодным к применению.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г № 2906 с указанием состава хроматографа, а также заполняются в соответствующем разделе Паспорта хроматографа.

13.6 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего хроматограф на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению хроматографа.

И.о. зав.лаб. 241 УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Гольнец

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов на основе ГСО

А.1. Средства измерений, материалы и реактивы.

Пипетки 1-1-2-0,5(1,2,5, 10) по ГОСТ 29227-91;

Колбы мерные 2-100 (25, 50) -2 по ГОСТ 1770-91;

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

ГСО 7289-96;

ГСО 1855-91;

ГСО 11057-2018.

Н-гексан «ХЧ» ТУ 2631-005-45579693-2001;

Изооктан «ХЧ» ТУ 2631-008-45579693-2002

А.2. Процедура приготовления контрольных растворов

Растворы с массовой концентрацией 1 мг/см³ приготавливают объемно-весовым методом.

Массовую концентрацию контрольного компонента (C_0) определяют по формуле:

$$C_0 = \frac{m_i}{V} \quad (\text{A.1})$$

где: m_i - масса контрольного компонента, мг;

V - объем приготовленной смеси, см³.

Исходные вещества, используемые для приготовления растворов, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении. Температура окружающей среды при приготовлении растворов не должна изменяться более, чем на 4°C.

Определяют массу m_1 мерной колбы вместимостью 100 мл. Результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака.

В мерную колбу вносят около 100 мг контрольного компонента и вновь взвешивают колбу (m_2).

Вычисляют массу контрольного компонента (m_i) в мг.

$$m_i = m_2 - m_1 \quad (\text{A.2})$$

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

Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по (А.1).

Растворы с массовой концентрацией контрольного компонента менее 1 мг/см³ приготавливают объемным методом путем последовательного разбавления более

концентрированных растворов.

Массовую концентрацию контрольного компонента рассчитывают по формулам:

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

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

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

где: n - номер ступени разбавления исходного контрольного раствора с массовой концентрацией C_0 .

V_1, V_2, V_{n-1} – аликвоты раствора с концентрацией C_1, C_2, C_{n-1} соответственно, см³.

Перед каждым разбавлением рассчитывают значение аликвоты растворов, исходя из заданного значения концентрации контрольного компонента и концентрации разбавляемого раствора.

В мерную колбу вместимостью 100 мл вносят аликвоту разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до 100 мл и тщательно перемешивают.

А.3 Хранение контрольных растворов.

Раствор хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре от 4 °С до 8 °С. Перед введением в хроматограф растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 1 часа. Срок хранения исходного раствора не более 3 дней.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

Режимы измерений при определении метрологических характеристик для хроматографов с различными детекторами

Б.1 Режимы измерений хроматографов с различными детекторами, устанавливаемые при определении метрологических характеристик, приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 Режимы измерений хроматографов

Режим / Тип детектора	ДТП	ПВД	ЭЗД	ПФД I	ПФД II	ГИДПР	ХДС
Температура колонки, °C	140	140	190	180	175	140	175
Температура инжектора, °C	250	250	250	220	250	250	250
Температура детектора, °C	220	300	300	220	300	220	300

Скорость потока газа-носителя:

- для капиллярных колонок 1 мл/мин;
- для набивных колонок 30 мл/мин.

Б.2 Режимы измерений хроматографов с масс-спектрометрическими детекторами, устанавливаемые при определении СКО выходного сигнала, приведены в таблице Б.2.

Таблица Б.2 Режимы измерений хроматографов с МСД детекторами

Наименование параметра	Значение параметра
Ионизация электронным ударом	70 эВ
Скорость газа-носителя (гелий)	1,2 мл/мин режим постоянного потока
Температура инжектора	300 °C
Температура интерфейса	250 °C
Температура источника ионов	230 °C
Температура квадруполя	150 °C
Температурная программа колонки	от 45 °C до 300 °C, скорость 40 °C/мин
Режим сканирования масс	от 50 до 300 а.е.м.