

СОГЛАСОВАНО

Главный метролог

ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»

В. А. Лапшинов

М.п. «26» февраля 2024 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы газовые МЗ

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-312-2024

1. Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые МЗ (далее – хроматографы), предназначенные для качественного и количественного анализа (измерения) содержания компонентов, входящих в состав органических и неорганических смесей веществ, в соответствии с аттестованными методами (методиками) измерений.

1.1 Настоящая методика поверки устанавливает методы и средства первичной поверки хроматографа перед вводом в эксплуатацию, после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.2 Настоящая методика поверки обеспечивает прослеживаемость поверяемого хроматографа к следующим государственным первичным эталонам:

- к Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 (далее - ГЭТ 154-2019), что выполняется путём реализации на хроматографе методик измерений с применением стандартных образцов утверждённого типа состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в изеооктане ГСО 11057-2018 (таблица В.3 Приложения В настоящей методики), прослеживаемых к ГЭТ 154-2019, согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений (далее - СИ) содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утверждённой Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2315 от 31.12.2020;

- к Государственному первичному эталону единиц единицы 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 ГЭТ 208-2024 (далее - ГЭТ 208-2024), что выполняется путём реализации на хроматографе методик измерений с применением стандартных образцов утверждённого типа состава гексадекана ГСО 7289-96 (таблица В.3 Приложения В настоящей методики) и стандартных образцов утвержденного типа состава пестицида ГАММА-ГХЦГ (линдана) ГСО 8890-2007, прослеживаемых к ГЭТ 208-2024, согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания органических и элементоорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 988 от 10.06.2021 г.

1.3 Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – прямые и косвенные измерения поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.4 На основании письменного заявления владельца хроматографа в свободной форме, допускается проведение периодической поверки отдельных детекторов, с указанием в сведениях о поверке информации об объёме проведенной поверки в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

2. Перечень операций поверки средства измерений

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

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
2.1 Контроль условий поверки	да	да	8.1

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
2.2 Подготовка к поверке средства измерений	да	да	8.2
2.3 Опробование средства измерений	да	да	8.3
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	10
4.1 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	да	да	10.1
4.2 Определение предела детектирования	да	да	10.2
4.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика)	да	да	10.3
4.4 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 24 часа непрерывной работы	да	да	10.4

3. Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающей среды
атмосферное давление
относительная влажность воздуха

от +15 °С до +30 °С;
от 85 до 106 кПа;
от 20 % до 70 %

4. Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации хроматографа и имеющие навыки работы с хроматографом.

4.2 Для получения результатов измерений, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего (эксплуатирующего) хроматограф (под контролем поверителя).

5. Метрологические и технические требования к средствам поверки

При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средство измерений: - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °С до +30 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ °С;	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 рег. № 71394-18

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	<p>- атмосферного давления в диапазоне от 85 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью: $\pm 0,3$ кПа</p> <p>- относительной влажности воздуха в диапазоне от 20% до 70 % с погрешностью ± 2 %</p>	
п. 10 Определение метрологических характеристик	<p>Стандартные образцы (СО) состава гексадекана с молярной долей от 99,0% до 100,0 %. Границы допускаемого значения абсолютной погрешности $\pm 0,06\%$ при доверительной вероятности 0,95 – детекторы ДТП и ПИД;</p> <p>Стандартные образцы состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана) с массовой долей от 98 % до 100 %. Границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 0,06\%$ при доверительной вероятности 0,95 – детектор ЭЗД;</p> <p>Стандартные образцы состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в изеооктане с массовой концентрацией метилпаратиона от $1,0 \cdot 10^{-4}$ до 0,10 мг/см³. Допускаемые значения относительной расширенной неопределенности $U_0=10\%$ при $k=2$ и $P=0,95$ – детектор ПФД.</p>	<p>Государственные стандартные образцы (характеристики приведены в Приложении В)</p>
	Весы неавтоматического действия, класс точности I «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания не менее 200 г	Весы лабораторные электронные CE 124-C рег. № 50838-12
	Средства измерений объема вместимостью 20 и 100 см ³ , не хуже 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74	Колбы мерные вместимостью 20 и 100 см ³ по ГОСТ 1770-74
	Средства измерений объема вместимостью 1 и 5 см ³ , не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91	Градуированные пипетки вместимостью 1 и 5 см ³ по ГОСТ 29227-91
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018
	Изооктан квалификации «х.ч.» по ТУ 2631-026-44493179-98 с содержанием основного вещества не менее 98%	Изооктан квалификации «х.ч.» по ТУ 2631-026-44493179-98
	Гексан квалификации «ч.д.а» по ТУ 2631-158-44493179-13 или CAS №110-54-3, содержание основного вещества не менее 99%	Гексан квалификации «ч.д.а» по ТУ 2631-158-44493179-13 или CAS №110-54-3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
<p>Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</p>		

6. Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации.

6.2 При проведении поверки хроматограф должен быть надежно заземлен.

7. Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре проверяют:

- отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на процесс поверки хроматографа;
- правильность установки хроматографа;
- соответствие комплектации хроматографа, согласно эксплуатационной документации на него;
- правильность подключения технологических газов и соответствие их характеристик требованиям по чистоте;
- возможность идентификации средства измерений по маркировке;
- исправность органов управления, настройки и коррекции.

7.2 Результат внешнего осмотра считается положительным, если хроматограф соответствует требованиям, перечисленным в п. 7.1. Если перечисленные требования не выполняются, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

8. Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки выполняют в соответствии с п. 3.1

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 При подготовке к поверке необходимо провести следующие операции:

- ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф, описанием программного обеспечения и настоящей методикой поверки;
- убедиться, что хроматограф подготовлен к работе согласно указаниям Руководства по эксплуатации;
- убедиться, что выполнены мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- убедиться, что поверочные смеси выдержаны при температуре поверки не менее 24 ч.;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 Включить хроматограф, дождаться выхода на рабочий режим (все подключения и задание режимов работы выполнить в соответствии с эксплуатационной документацией). Условия режима хроматографирования при поверке приведены в таблице Б.1. Приложения Б.

8.3.2 Проводят регистрацию нулевой линии в течение 10 минут. Определяют уровень шума нулевого сигнала на зарегистрированной хроматограмме, при этом единичные выбросы длительностью более 1 с не учитывают. Принимают значение уровня шума равным амплитуде (размаху) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд.

8.3.3 Результат опробования хроматографа считается положительным, если значение измерения по п. 8.3.2 удовлетворительно и информация о неисправностях отсутствует. Если перечисленные условия не выполняются, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

9. Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции.

Сравнивают идентификационные данные ПО с идентификационными данными, указанными в описании типа средства измерений.

Для этого необходимо в интерфейсе программного обеспечения хроматографа нажать кнопку "Помощь", а затем нажать "Информация о версии".

9.2 Результат подтверждения соответствия программного обеспечения хроматографа считается положительным, если номер версии программного обеспечения хроматографа не ниже указанного в описании типа средств измерений. Если номер версии ПО не соответствует номеру, указанному в описании типа, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

10. Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

10.1.1 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.

10.1.2 Для определения уровня флуктуационных шумов проводят регистрацию нулевой линии в течение 10 минут, при этом единичные выбросы длительностью более 1 с не учитывают.

10.1.3 Результат определения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала считается положительным, если максимальная амплитуда (размах) повторяющихся колебаний нулевого сигнала для проверяемого детектора не превышает значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, указанного в таблице А.1.

10.2 Определение предела детектирования

10.2.1 Для определения предела детектирования вручную микрошприцем или с помощью автоинжектора в хроматограф не менее пяти раз вводят поверочный раствор, соответствующий проверяемому детектору. Процедуры приготовления поверочных растворов описаны в приложении Г.

10.2.2 Регистрируют и обрабатывают хроматограмму при помощи ПО.

10.2.3 Определяют площадь пика контрольного вещества (далее — S), выраженную в соответствующих для каждого детектора единицах (мкВ, пА, Гц).

10.2.4 Пределы детектирования вычисляют по формулам, приведенным в таблице 3.

Таблица 3. Формулы для вычисления предела детектирования

Тип детектора	Формула	Размерность	Номер формулы
ДТП	$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{S \cdot q}$	г/см ³	(1)
ПВД	$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{S}$	г/с	(2)
ПФД	$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{S}$	г/с	(3)
ЭЗД	$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{S}$	г/см ³	(4)

где C_{min} – предел детектирования ($г/см^3$, $г/с$);

Δ_x - уровень шума, определяемый на ровном участке рабочей хроматограммы (не в зоне пика), зафиксированный в соответствии с требованиями п.8.3.2.

G - масса введенного контрольного вещества, выраженная в граммах;

Q - объемный расход газа-носителя, $см^3/с$;

S - площадь пика.

10.2.5 Масса контрольного компонента G , $г/см^3$, определяется по формуле (5)

$$G = \frac{C_k \cdot V \cdot K}{K_d}, \quad (5)$$

где: C_k – массовая концентрация контрольного вещества в смеси, $г/см^3$.

V – объем введенной контрольной смеси, $см^3$;

K – коэффициент, учитывающий содержание фосфора, азота и серы в метафосе, равный соответственно 0,118; 0,053; и 0,122. В остальных случаях коэффициент принимают равным единице;

K_d - коэффициент деления пробы, который используется при работе со сбросом пробы (делением потока), рассчитываемый по формуле (6)

$$K_d = 1 + \frac{V_c}{V_k} \quad (6)$$

Где V_c – расход газа-носителя по линии сброса пробы, $см^3/мин$,

V_k – расход газа-носителя через колонку, $см^3/мин$.

В остальных случаях $K_d = 1$.

10.2.6 Результат определения предела детектирования считается положительным, если полученное значение предела детектирования C_{min} для проверяемого детектора не превышает значения, указанного в таблице А.1.

10.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика)

10.3.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) следует проводить после выхода хроматографа на режим.

10.3.2 Вводят в хроматограф контрольный раствор не менее 5 (от 5 до 10) раз (процедуры приготовления поверочных растворов указаны в приложении Г). Регистрируют хроматограммы.

10.3.3 Фиксируют площадь пика контрольного компонента (далее – S_i).

10.3.4 При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Государственный стандарт Российской Федерации. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», п. 3.21), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

10.3.5 Рассчитывают относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика) по формуле (7)

$$S_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

где n - число полученных результатов измерений

\bar{S} - среднеарифметическое значение площади пика, $мВ \cdot с$, $пА \cdot с$

10.3.6 Результат определения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) считается положительным, если полученное значение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) S_s для проверяемого детектора не превышает значения, указанного в таблице А.1.

Примечание – Допускается определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) совмещать с определением предела детектирования по п. 10.2.

10.4 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 24 часа непрерывной работы

Внимание! Необходимо убедиться, что запаса газа-носителя будет достаточно для работы хроматографа в течение не менее 24 часов.

10.4.1 Определение изменения выходного сигнала следует проводить после выхода хроматографа на режим.

10.4.2 После проведения операций по п. 10.2 - 10.3 через 24 ч работы хроматографа измерения повторяют, фиксируют значение выходного сигнала и вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала.

10.4.3 Рассчитывают относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 24 часа непрерывной работы по формуле (8):

$$\delta = \frac{|\bar{X}_i - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (8)$$

где δ - относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 24 часа, %;
 \bar{X}_i - среднее арифметическое значение параметров выходного сигнала через 24 часа;
 \bar{X} - среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала в начальный момент времени.

10.4.4 Результат определения относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 24 часа непрерывной работы считается положительным, если полученное значение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 24 часа непрерывной работы для проверяемого детектора не превышает значения, указанного в таблице А.1.

11. Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений.

11.2 Результаты поверки хроматографа подтверждаются сведениями, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком, установленным действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

11.3 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке по форме, установленной в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений, заверяемой подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки.

11.4 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, отрицательные результаты поверки оформляют извещением о непригодности к применению средства измерений по форме, установленной в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

Ведущий инженер по метрологии
 ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ
 Метрология»



Г.С. Володарская

Приложение А
(обязательное)

Метрологические характеристики хроматографов

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел детектирования, не более: - ПИД, г/с по гексадекану - ДТП, г/см ³ по гексадекану - ПФД, г/с по паратион-метилу (метафосу) - ЭЗД, г/см ³ по линдану	$1,74 \cdot 10^{-12}$ $2,28 \cdot 10^{-7}$ $3,05 \cdot 10^{-12}$ $4,97 \cdot 10^{-15}$
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика), %: - ПИД - ДТП - ПФД - ЭЗД	1 1 6 6
Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 24 часа непрерывной работы, %, не более: - ПИД - ДТП - ПФД - ЭЗД	2 2 15 10
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, не более: - ПИД, пА - ДТП, мкВ - ПФД, пА - ЭЗД, Гц	0,025 11,9 9,14 0,034

**Приложение Б
(обязательное)**

Хроматографические условия для проведения поверки

Таблица Б.1. Хроматографические условия для проведения поверки

Наименование характеристики	Значение			
	ДТП	ПВД	ПФД	ЭЗД
Колонка	Хроматографическая капиллярная колонка тип НР-5, длиной 30 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина фазы – 0,25 мкм (допускается применение других колонок, обеспечивающих необходимое разделение)			
Температура термостата колонок, °С	70	160	160	200
Температура инжектора, °С	230	230	230	220
Температура детектора, °С	250	230	230	250
Расход газа-носителя, мл/мин	5	2	2	2
Режим дозирования	splitless	splitless	4:1	4:1
Объем пробы, мкл	1	1	1	1
Примечание - Режим хроматографирования подбирают так, чтобы обеспечить полное разделение пиков контрольного компонента и растворителя, и чтобы время выхода целевого пика не превышало 10-15 минут.				

Приложение В
(обязательное)

Государственные стандартные образцы и растворители, используемые при поверке

Таблица В.1 – Стандартные образцы (чистые вещества), используемые при поверке

Детектор	Контрольное вещество	Интервал аттестованных номинальных значений	Границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения СО (при $P = 0,95$), %
ДТП	гексадекан (н-гексадекан)	от 99,70 % до 99,98 %	$\pm 0,06$
ПВД	гексадекан (н-гексадекан)	от 99,70 % до 99,98 %	$\pm 0,06$
ЭЗД	линдан (гамма-гексахлорцикло-гексан)	от 98 % до 100 %	$\pm 0,6$

Таблица В.2 – Стандартные образцы (смеси), используемые при поверке

Детектор	Контрольное вещество	Интервал аттестованных номинальных значений	Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k=2^*$, %
ПФД	паратион-метил (метафос)	от $1,0 \cdot 10^{-4}$ до 0,10 мг/см ³	10

* – соответствует границам относительной погрешности ($\pm \delta$) при доверительной вероятности ($P=0.95$)

Таблица В.3 – Стандартные образцы, используемые при поверке

№ ГСО	Наименование	Контрольные вещества
ГСО 7289-96	СО состава гексадекана	гексадекан
ГСО 8890-2007	СО состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана)	гамма-гексахлорцикло-гексан (линдан)
ГСО 11057-2018	СО состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в изеооктане	паратион-метил (метафос)

Приложение Г
(обязательное)

Процедура приготовления поверочных растворов

1. Поверочные растворы должны быть приготовлены в концентрациях, указанных в таблице Г.1

Таблица Г.1 – Поверочные растворы, используемые при поверке

Тип детектора	Контрольное вещество	Растворитель	Диапазоны допустимого содержания контрольного вещества, мг/дм ³
ДТП	гексадекан	гексан	от 2000 до 2500
ПВД	гексадекан	изооктан	от 20,0 до 25,0
ПФД	паратион-метил (метафос)	изооктан	от 2,00 до 3,00
ЭЗД	линдан	изооктан	от 0,030 до 0,035

2. Для приготовления поверочных растворов используют средства измерения, реактивы и материалы, указанные в таблице 2.

3. При приготовлении поверочных растворов необходимо минимизировать их контакт с воздухом, чтобы избежать изменения концентрации из-за улетучивания веществ.

4. Приготовление поверочных растворов.

4.1 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией гексадекана от 2000 мг/дм³ до 2500 мг/дм³ в гексане (для поверки ДТП).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака навеску ГСО гексадекана массой от 200,0 до 250,0 мг, растворяют в гексане. Доводят объем раствора в колбе до метки тем же растворителем, закрывают крышкой и тщательно перемешивают. Поверочный раствор используют свежеприготовленным.

4.2 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией гексадекана от 20,0 мг/дм³ до 25,0 мг/дм³ в изооктане (для поверки ПВД).

4.2.1 В мерную колбу вместимостью 100 см³ взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака навеску ГСО гексадекана массой от 20,0 до 25,0 мг, растворяют в изооктане. Доводят объем раствора в колбе до метки тем же растворителем, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

4.2.2 В мерную колбу вместимостью 100 см³ при помощи стеклянной пипетки переносят 10 см³ приготовленного по п.4.2.1 раствора гексадекана, растворяют в изооктане и доводят до метки тем же растворителем. Закрывают колбу крышкой и тщательно перемешивают. Поверочный раствор используют свежеприготовленным.

4.3 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией паратион-метила от 2,0 мг/дм³ до 3,0 мг/дм³ в изооктане (для поверки ПФД).

При содержании в ГСО паратион-метила 10 мг/дм³ поверочный раствор готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 20 см³ пипеткой вносят 5 см³ ГСО паратион-метила в изооктане, растворяют в изооктане и доводят объем раствора в колбе до метки тем же растворителем, закрывают крышкой и тщательно перемешивают. Поверочный раствор используют свежеприготовленным.

Примечание - При использовании ГСО с содержанием паратион-метила, отличным от указанного выше, поверочные растворы готовят аналогично, учитывая разницу в концентрациях при разведении.

4.4 Приготовление поверочного раствора с массовой концентрацией линдана от $0,030 \text{ мг/дм}^3$ до $0,035 \text{ мг/дм}^3$ в изооктане (для поверки ЭЗД).

4.4.1 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака навеску ГСО линдана массой от 30,0 до 35,0 мг, растворяют в изооктане. Доводят объем раствора в колбе до метки тем же растворителем, закрывают крышкой и тщательно перемешивают.

4.4.2 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 1 см^3 приготовленного по п. 4.4.1 раствора линдана, доводят до метки изооктаном и тщательно перемешивают.

4.4.3 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 1 см^3 приготовленного по п. 4.4.2 раствора линдана, доводят до метки изооктаном и тщательно перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.