



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора
ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»

С.А. Денисенко

М.п.



«26»

ИЮНЯ

2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений
Хроматографы газовые EXPEC G-Chrom 2306

Методика поверки
РТ-МП-205-16-2025

г. Москва
2025 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые EXPEC G-Chrom 2306 (далее - хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается:

- к единице массовой доли, воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 208-2024 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Росстандарта от 28.12.2024 г. № 3158, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО;

- к единице массы (кг), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 3-2020 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО;

- к единице массовой концентрации, воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 154-2019 в соответствии с государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Росстандарта от 31.12.2020 № 2315.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
2. Подготовка к поверке средства измерений	Да	Да	8
3. Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
4. Опробование средства измерений:			10
- определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ПФД	Да	Да ¹⁾	10.1
- определение предела детектирования	Да	Да ¹⁾	10.2
- определение отношения сигнал/шум масс-спектрометрического детектора	Да	Да ¹⁾	10.3
5. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	Да	Да	11
- определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала	Да	Да ¹⁾	11.1
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа	Да	Да ¹⁾	11.2
- определение показателей точности результатов измерений	Нет	Да ²⁾	11.3

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
6. Оформление результатов поверки	Да	Да	12
Примечания: ¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09. ²⁾ При наличии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.			

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Поверка по отдельному измерительному каналу (детектору) в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «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, предоставившего его на поверку.

Информация об объеме проведенной поверки передается в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФ ОЕИ).

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|--|----------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | от +15 до +35 |
| - относительная влажность воздуха (без конденсации), % | от 20 до 90 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего хроматограф (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8, 11	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °C до 35 °C с абсолютной погрешностью не более ± 1 °C	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-H1, рег. № 53505-13

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 % Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-H1, рег. № 53505-13 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
10.1, 10.2	Средства измерений времени в диапазоне измерений от 0 до 60 мин с абсолютной погрешностью не более ± 5 с	Секундомер механический СОСпр-36-2-000, рег. № 83109-21
Стандартные образцы, средства измерений, мерная посуда, вспомогательные средства, реактивы и материалы для приготовления контрольных растворов и проведения измерений		
10.3, 11.1, 11.2	Контрольные растворы: метилпаратиона в гексане; линдана в гексане; гексадекана в гексане; гексахлорбензола в изеооктане Вспомогательные средства поверки: - весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г; - шприцы Hamilton, рег. № 63779-16; - микрошприцы «SGE» вместимостью 10 мкл, ТУ 4321-011-12908609-08; - колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, ГОСТ 1770-74; - пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-5, ГОСТ 29169-91; - азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74, или генератор чистого (нулевого) азота; - гелий марки "А", ТУ 0271-135-31323949-2005; - воздух нулевой, ТУ 6-21-5-82 или генератор чистого (нулевого) воздуха; - водород марки "А", ГОСТ 3022-88 или генератор чистого водорода; - гексан марки х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98; - изеооктан марки Э1 СТП ТУ СОМР 3-042-06; - колонки хроматографические капиллярные с неподвижной фазой (5%-фенил)-метилполисилоксан. В качестве тестовых колонок могут быть использованы как колонки, рекомендованные заводом-изготовителем, так и любые другие типы колонок любых других производителей, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемых хроматографов с требуемой точностью.	Контрольные растворы, приготовленные по методике, приведенной в приложении А, на основе ГСО 11056-2018 ГСО 12102-2022 ГСО 11731-2021 ГСО 9106-2008

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений для поверки должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ) хроматографа.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа и детекторов;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость надписей на лицевой панели;
- к хроматографу должны быть подведены газы надлежащей чистоты и в соответствии с РЭ хроматографа.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовительные работы выполняют в соответствии с РЭ хроматографов.

8.2 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

8.3 Проверяют условия проведения поверки, измеряя температуру, давление и влажность.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения MassExpert, Data Analysis software и GC Elaboration.

9.1.1 Запускают программное обеспечение (ПО) прибора. Название ПО указано в верхней части открывающегося окна. Открывают вкладку Help/About. В открывающемся окне высвечивается номер версии ПО.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	MassExpert	GC Elaboration	Data Analysis software
Идентификационное наименование ПО	MassExpert	GC Elaboration	Data Analysis software
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	MassExpert. P001.V01A.001	Acquisition.V1.1.A Analysis V1.1.A	Py.Analyse. P001.V01A.001
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-

9.2 Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 3.

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При опробовании определяют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, предел детектирования детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ПФД и отношение сигнал/шум масс-спектрометрических детекторов.

10.1 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ПФД.

10.1.1 Хроматограф включают и устанавливают режимные параметры в соответствии с РЭ.

10.1.2 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 15 минут, при этом единичные выбросы длительностью более 1 с не учитывают, или используют ПО хроматографа.

Значения уровня флуктуационных шумов детекторов, входящих в состав хроматографа, не должны превышать значений приведенных в таблице 4.

Таблица 4 - Значения уровня флуктуационных шумов детекторов

Детектор	Уровень флуктуационных шумов
ПИД	$2,5 \cdot 10^{-14}$ А
ДТП	$5 \cdot 10^{-4}$ В
ЭЗД	$5 \cdot 10^{-6}$ В
ПФД	$1 \cdot 10^{-12}$ А

10.2 Определение предела детектирования

10.2.1 Устанавливают режимные параметры хроматографа в соответствии с таблицей 5.

При проведении поверки хроматографа используют контрольные смеси веществ, указанные в таблице 6. Смеси приготавливают согласно Приложению А к настоящей методике поверки или используют готовые.

Таблица 5 - Параметры хроматографа при работе с детекторами ПИД, ДТП, ПФД, ЭЗД

Детектор	Наименование параметра	Значение параметра
ПИД	Температура инжектора, °С	200
	Режим газа-носителя	Постоянный поток
	Поток по колонке, мл/мин	1,9
	Начальная температура термостата колонок, °С	50
	Продолжительность выдержки при 50 °С, мин	0
	Скорость подъема температуры до 200 °С, °С/мин	20
	Продолжительность выдержки при 200 °С, мин	5
	Температура детектора, °С	250
	Объем ввода пробы, мкл	1
ДТП	Температура инжектора, °С	200
	Режим газа-носителя	Постоянный поток
	Поток по колонке, мл/мин	1,9
	Начальная температура термостата колонок, °С	50
	Продолжительность выдержки при 50 °С, мин	0
	Скорость подъема температуры до 200 °С/мин	20
	Продолжительность выдержки при 200 °С, мин	5
	Температура детектора, °С	200
	Объем ввода пробы, мкл	1
ПФД	Температура инжектора, °С	200
	Режим газа-носителя	Постоянный поток
	Поток по колонке, мл/мин	2
	Начальная температура термостата колонок, °С	40
	Продолжительность выдержки при 40 °С, мин	0
	Скорость подъема температуры до 150 °С, °С/мин	25
	Продолжительность выдержки при 150 °С, мин	0
	Скорость подъема температуры до 190 °С, °С/мин	5
	Продолжительность выдержки при 190 °С, мин	3
	Температура детектора, °С	200
	Объем ввода пробы, мкл	1

Детектор	Наименование параметра	Значение параметра
ЭЗД	Температура инжектора, °С	200
	Режим газа-носителя	Постоянный поток
	Поток по колонке, мл/мин	1,5
	Начальная температура термостата колонок, °С	60
	Продолжительность выдержки при 60 °С, мин	1
	Скорость подъема температуры до 200 °С, °С/мин	20
	Продолжительность выдержки при 200 °С, мин	6
	Температура детектора, °С	200
	Объем вводимой пробы, мкл	1
Примечание - Допускается применять иные режимные параметры хроматографа, обеспечивающие полное разделение пиков контрольного компонента и растворителя, при этом время выхода целевого пика не должно превышать 10-15 минут. В качестве газа-носителя может применяться гелий, азот, аргон или водород в зависимости от области применения хроматографа.		

10.2.2 Вводят в инжектор-испаритель вручную микрошприцем или с помощью автодозатора 1 мкл контрольного раствора в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6 - Контрольные смеси веществ

Детектор	Контрольное вещество/растворитель	Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм ³	Объем вводимой пробы, мкл
ДТП	Гексадекан/гексан	1000	1
ПВД	Гексадекан/гексан	100	1
ПФД	Метилпарафенил/гексан	10	1
ЭЗД	Линдан/гексан	0,05	1
МСД	Гексахлорбензол/изооктан	0,01	1

10.2.3 Измеряют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала на участке хроматограммы, предшествующем выходу контрольного вещества. Уровень флуктуационных шумов (Δ_X) принимают равным максимальной амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с (при этом единичные выбросы не учитываются) или определяют ПО хроматографа.

10.2.4 Измеряют не менее 6 раз выходной сигнал - площадь пика контрольного вещества S .

10.2.5 Предел детектирования вычисляют по формулам

для ЭЗД в г/с

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

где G – масса вещества, г; $G = C \cdot V \cdot 10^{-6}$ (C – массовая концентрация контрольного вещества, г/дм³, V – объем пробы, мм³);

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

Δ_X – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала, мкВ.

для ПИД в гС/с

$$C_{\min} = k_1 \cdot \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{S}, \quad (2)$$

где k_1 – массовая доля углерода в контрольном веществе (гексадекане),

$$k_1 = 0,849.$$

для ПФД (по фосфору) в гР/с

$$C_{\min} = k_2 \cdot \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{S}, \quad (3)$$

для ПФД (по сере) в гS/с

$$C_{\min} = k_3 \cdot \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{S}, \quad (4)$$

где k_2 , k_3 – массовая доля фосфора и серы, соответственно, в метафосе (метилпаратионе).

$$k_2 = 0,118;$$

$$k_3 = 0,122;$$

для ДТП в г/см³

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{S \cdot V_{\text{гн}}}, \quad (5)$$

где $V_{\text{гн}}$ – расход газа-носителя, см³/с.

Рассчитанные по формулам 1 - 5 значения предела детектирования (C_{\min}) не должны превышать значений, приведенных в таблице 7.

Таблица 7 - Пределы детектирования

Детектор/контрольное вещество	Предел детектирования, не более
ПИД/гексадекан, гС/с	$4,5 \cdot 10^{-12}$
ДТП/гексадекан, г/см ³	$2,5 \cdot 10^{-9}$
ЭЗД/линдан, г/с	$5 \cdot 10^{-14}$
ПФД/метилпаратион, гР/с	$9 \cdot 10^{-14}$
ПФД/метилпаратион, гS/с	$1,3 \cdot 10^{-13}$

10.3 Определение отношения сигнал/шум масс-спектрометрического детектора

Определение отношения сигнал/шум проводят с использованием контрольного раствора гексахлорбензола (ГХБ), указанного в таблице 2, приготовленного по методике, приведенной в Приложении А. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение отношения сигнал/шум, приведены в таблице 8.

Таблица 8 - Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования для определения отношения сигнал/шум

Наименование параметра	Значение
Режим ввода пробы	без деления (splitless), импульсный ввод (150 кПа)
Время импульсного ввода, мин	0,75
Время инъекции, мин	1
Контрольный раствор гексахлорбензола в гексане, массовая концентрация гексахлорбензола, мкг/дм ³ : - для определения отношения сигнал/шум - для определения ОСКО	10 100
Объем дозируемой пробы, мкл	1
Программирование температуры термостата колонок	T _{нач.} 50 °C (5 мин) – 20 °C/мин – 160 °C – 30 °C/мин - 250 °C (1,5 мин)
Температура испарителя, °C	250
Температура интерфейса, °C	220
Температура ионного источника, °C	220
Регистрация сигнала в режиме сканирования (Scan)	m/z = 200 - 300
Скорость сканирования	500
Задержка включения филамента на время выхода растворителя, мин	4

Значения отношения сигнал/шум рассчитывают с помощью программного обеспечения в соответствии с РЭ. Результаты операции поверки считают положительными, если полученное значение отношения сигнал/шум не менее:

- для масс-спектрометрических детекторов EXPEC G-Chrom MS SQ и EXPEC G-Chrom MS SQ Pro при ионизации электронным ударом EI 2200:1
- для масс-спектрометрического детектора EXPEC G-Chrom MS SQ Pro при ионизации SIP 3000:1

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение ОСКО выходного сигнала

11.1.1 Вводят в инжектор-испаритель вручную микрошприцем или с помощью автодозатора 1 мкл контрольной смеси и регистрируют хроматограмму.

11.1.2 Регистрируют время удерживания в минутах (t_i) и площадь пика контрольного вещества (S_i).

11.1.3 Повторяют операции по 11.1.1 - 11.1.2 не менее шести раз.

11.1.4 Значения ОСКО выходного сигнала (времени удерживания и площади пика) вычисляют при помощи ПО или по формулам 6 - 7

$$\delta_s = \frac{100}{\bar{S}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (S_i - \bar{S})^2}{n - 1}}, \quad (6)$$

где S_i – i -тое значение площади пика;

\bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика;

n – число измерений.

$$\delta_t = \frac{100}{\bar{t}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

где t_i – i -тое значение времени удерживания;

\bar{t} – среднее арифметическое значение времени удерживания;

n – число измерений.

11.1.5 Полученные значения ОСКО выходного сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 9.

Таблица 9 - Пределы допускаемых значений ОСКО выходного сигнала

Детектор	Предел допускаемого ОСКО выходного сигнала хроматографа, %			
	при автоматическом дозировании		при ручном дозировании	
	по времени удерживания	по площади пика	по времени удерживания	по площади пика
ПИД	0,2	3	0,5	6
ДТП	0,2	3	0,3	6
ЭЗД	0,2	5	0,3	8
ПФД (фосфор)	0,1	5	0,3	6
ПФД (сера)	0,1	6	0,3	7
МСД	0,2	4	0,5	8

11.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа при автоматическом дозировании.

11.2.1 Проводят операции по 11.1.1 - 11.1.3 и рассчитывают средние арифметические значения параметров выходного сигнала (площади пика).

11.2.2 Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по 11.1.1 - 11.1.3 и рассчитывают средние арифметические значения параметров выходного сигнала.

11.2.3 Относительное изменение выходного сигнала δ_τ за 8 часов непрерывной работы хроматографа определяют по формуле 8

$$\delta_\tau = \frac{|\bar{X}_\tau - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (8)$$

где \bar{X} – среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика) в серии экспериментов;

\bar{X}_τ – среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика) в серии экспериментов через 8 часов непрерывной работы.

Полученные значения относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа не должны превышать значений, указанных в таблице 10.

Таблица 10 – Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа

Детектор	Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа при автоматическом дозировании, %
ПВД	± 4
ДТП	± 5
ПФД	± 10
ЭЗД	± 10
МСД	± 5

11.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ 8.563-09, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

12.2. Результаты поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФБУ «НИЦ ПМ - РОСТЕСТ»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФБУ «НИЦ ПМ - РОСТЕСТ», к.х.н.



О.Л. Рутенберг

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ**А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ**

А.1.1 ГСО 11056-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в гексане.

А.1.2 ГСО 12102-2022 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана).

А.1.3 ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола.

А.1.4 ГСО 11731-2021 состава н-гексадекана.

А.1.5 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 20 или 200 г.

А.1.6 Шприцы Hamilton, рег. № 63779-16.

А.1.7 Микрошприцы «SGE» вместимостью 10 мкл, ТУ 4321-011-12908609-088.

А.1.8 Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-500-2, ГОСТ 1770-74.

А.1.9 Пипетки 1-2-1, 1-2-2, 1-2-10, ГОСТ 29169-91.

А.1.10 Гексан марки х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98;

А.1.11 Изоктан марки Э1 СТП ТУ СОМР 3-042-06.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ**А.2.1 ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОВЕРКИ ДЕТЕКТОРОВ ДТП, ПИД, ПФД, ЭЗД**

А.2.1.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексадекана 1000 мг/дм³

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят 50 мг ГСО 11731-2021 состава н-гексадекана. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл гексана. Переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 мл. Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

Раствор используют для поверки хроматографов с детектором по теплопроводности (ДТП).

А.2.1.2 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексадекана 100 мг/дм³.

Отбирают с помощью пипетки 5 мл раствора с массовой концентрацией гексадекана 1000 мг/дм³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном. Раствор используют для поверки хроматографов с пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 30 дней.

А.2.1.3 Для поверки хроматографов с детектором ПФД используют ГСО 11056-2018 состава метафоса (метилпаратиона) с массовой концентрацией 10 мг/дм³ либо готовят аналогичный раствор разбавлением указанного стандартного образца с большей концентрацией.

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 10 дней.

А.2.1.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией линдана 10 мг/дм³.

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, помещают 5 мг ГСО 12102-2022 состава линдана. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл гексана. Переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 мл. Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

А.2.1.5 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией линдана $0,05 \text{ мг/дм}^3$.

Отбирают с помощью пипетки 1 мл раствора с массовой концентрацией линдана 10 мг/дм^3 и переносят его в мерную колбу вместимостью 200 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

Раствор линдана в гексане предназначен для поверки хроматографов с детектором ЭЗД. Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 10 дней.

А.2.2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОВЕРКИ ХРОМАТОГРАФОВ С МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТОРОМ

А.2.2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 100 мг/дм^3 .

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят 10 мг гексахлорбензола (ГСО 9106-2008). Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл изооктана, после чего переливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 100 мл. Повторяют данную операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

А.2.2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 1 мг/дм^3 .

1 мл раствора, приготовленного по А.2.2.1, отбирают пипеткой вместимостью 1 мл и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

А.2.2.3 Приготовление смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола 100 мкг/дм^3 (100 пг/мкл).

Отбирают с помощью пипетки 10 мл раствора, приготовленного по А.2.2.2, и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

А.2.2.4 Приготовление смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мкг/дм^3 (10 пг/мкл).

Отбирают с помощью пипетки 1 мл раствора, приготовленного по А.2.2.2, и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.