Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ 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
"30" 06 2026 г.

«ГСИ. Хроматографы газовые DIVISION GC. Методика поверки»

МП 58-241-2026

Екатеринбург
2026

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 и.о. зав. лабораторией 241 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в июне 2026 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения 4
2 Нормативные ссылки 5
3 Перечень операций поверки 6
4 Требования к условиям проведения поверки 7
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку 7
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 14
13 Оформление результатов поверки 16
Приложение А 17
Приложение Б 19

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые DIVISION GC (далее – хроматографы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка хроматографов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость хроматографов к:

- ГЭТ 176-2026 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23.03.2026 года № 534;

- ГЭТ 208-2024 «Государственный первичный эталон 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 Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 года № 3158;

- ГЭТ 154-2019 «Государственный первичный эталон единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31.12.2020 года № 2315.

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений путем применения стандартных образцов утвержденного типа

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 (предел детектирования)

Наименование характеристики	Значение
Предел детектирования, не более, для хроматографов, оснащенных:	
детектором по теплопроводности (ДТП)[1], г/см^3	$2{,}5 \cdot 10^{-9}$
пламенно-ионизационным детектором (ПИД)[1], г/с	$0{,}8 \cdot 10^{-12}$
электронно-захватным детектором (ЭЗД)[2], г/с	$3{,}7 \cdot 10^{-15}$
[1] Установлено с применением гексадекана и изооктана при вводе жидких проб, пропана при вводе с помощью крана или газоплотного шприца. [2] Установлено с применением линдана и гексахлорбензола.	

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

Наименование характеристики	Значение
Чувствительность (отношение сигнал/шум)[1], не менее	3200:1
[1] Отношение сигнал/шум установлено при вводе 10 пг 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
ПИД	0,1	2,0	0,3	4,0
ЭЗД	0,1	2,0	0,3	4,0
ДТП	0,1	2,0	0,3	4,0
МСД	0,1	4,0	0,3	5,0

2 Нормативные ссылки

2.1 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 от 28.08.2020 г. № 2906 «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 23.03.2026 г. № 534 «Об утверждении Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах на основе кулонометрии и Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твёрдых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 28.12.2024 г. № 3158 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 31.12.2020 г. № 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 ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ТУ 2631-158-44493179-2013 Гексан химически чистый (ХЧ). Технические условия

ТУ 2631-179-44493179-2014 Гептан химически чистый (ХЧ). Технические условия

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 4 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик: - определение предела детектирования; - определение чувствительности (отношения сигнал/шум масс-спектрометрического детектора МСД); - определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала	да да да	да да да	11.2 11.3 11.4
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 Первичная поверка проводится в соответствии с комплектацией хроматографа детекторами, указанными в паспорте. На основании письменного заявления владельца хроматографа или лица, представившего хроматограф на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки на меньшем количестве детекторов (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

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

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке хроматографа допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с хроматографом.

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 и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности ± 5,0 %	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
	Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1	Весы неавтоматического действия MCA225S-2ORU-I, рег. № 79348-20
	Интервал допускаемых значений массовой доли н-гексадекана от 98,00 до 99,98 %, границы допускаемых значений относительной погрешности ±0,10 % при P=0,95	Стандартный образец состава н-гексадекана ГСО 11731-2021
	Интервал допускаемых значений массовой доли гамма-гексахлорциклогексана (линдана) от 96,50 до 99,70 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от ±0,51 до ±0,076 % при P=0,95	Стандартный образец состава гамма-гексахлорцикло-гексана (линдана) ГСО 12102-2022
	Интервал допускаемых значений массовой доли гамма-ГХЦГ (линдана)-(1,2,4,5/3,6)-1,2,3,4,5,6-гексахлорциклогексана от 98 до 100 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от ±0,6 % при P=0,95	Стандартный образец состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана) ГСО 8890-2007
	Интервал допускаемых значений молярной доли изооктана от 99,70 до 99,98 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности ±0,06 % при P=0,95	Стандартный образец состава изооктана ГСО 7323-96
	Интервал допускаемых значений массовой доли гексахлорбензола от 98,0 до 100,0 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности ±0,5 % при P=0,95	Стандартный образец состава пестицида гексахлорбензола ГСО 9106-2008
	Интервал допускаемых значений массовой доли гексахлорбензола от 97,50 до 99,55 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности от ±0,52 до ±0,14 % при P=0,95	Стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 12101-2022
	Интервал допускаемых значений молярной доли пропана (C_3H_8) от 0,1 % до 10 %, границы допускаемых значений относительной погрешности от ±2,0 до	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	±1,5 % при Р=0,95	углеводородных газов ГСО 12339-2023
	Интервал допускаемых значений молярной доли пропана (C_3H_8) от 0,1 % до 10 %, границы допускаемых значений относительной погрешности от ±4 до ±3 % при Р=0,95	Стандартный образец состава искусственной газовой смеси на основе углеводородных газов ГСО 12340-2023
	н-гексан «ХЧ» ТУ 2631-158-44493179-2013	
	н-гептан «ХЧ» ТУ 2631-179-44493179-2014	
	колбы мерные второго класса точности по ГОСТ 1770	
	пипетки с одной меткой второго класса точности по ГОСТ 29169	
	пипетки градуированные второго класса точности по ГОСТ 29227	
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая концентрация изооктана от $0,5 \cdot 10^{-3}$ до $8 \cdot 10^{-3}$ г/см^3 от $0,5 \cdot 10^{-2}$ до $8 \cdot 10^{-2}$ г/см^3	Контрольный раствор изооктана, приготовленный из ГСО 7323-96 и гексана в качестве растворителя
	Массовая концентрация н-Гексадекана от $0,5 \cdot 10^{-3}$ до $8 \cdot 10^{-3}$ г/см^3 от $0,5 \cdot 10^{-2}$ до $8 \cdot 10^{-2}$ г/см^3	Контрольный раствор н-Гексадекана, приготовленный из ГСО 11731-2021 и гексана или гептана в качестве растворителя
	Массовая концентрация линдана от $1 \cdot 10^{-6}$ до $10 \cdot 10^{-6}$ г/см^3	Контрольный раствор линдана, приготовленный из ГСО 12102-2022 или ГСО 8890-2007 и гексана или гептана в качестве растворителя
	Массовая концентрация гексахлорбензола от $1 \cdot 10^{-6}$ до $10 \cdot 10^{-6}$ г/см^3 $1 \cdot 10^{-8}$ г/см^3 $10 \cdot 10^{-8}$ г/см^3	Контрольный раствор гексахлорбензола, приготовленный из ГСО 9106-2008 или ГСО 12101-2022 и гексана или гептана в качестве растворителя

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемого хроматографа с требуемой точностью.

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;
- соответствие комплектности, указанной в эксплуатационной документации;
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре хроматографа 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 Подготовка к проведению поверки

9.1.1 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.1.2 Хроматограф подготовить к работе в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ).

9.1.3 Подготовить контрольные растворы стандартных образцов

9.1.3.1 При проведении поверки хроматографов, предусматривающих инжектор для ввода проб шприцом для жидкости или автоматический дозатор, в соответствии с РЭ хроматографа и таблицей 6 приготовить из стандартных образцов, указанных в таблице 5, контрольные растворы стандартных образцов. Соответствие детекторов и контрольных веществ приведено в таблице 6. Процедура приготовления контрольных растворов приведена в приложении А. Для определения метрологических характеристик любого детектора допускается использование раствора только одного из указанных в таблице 6 контрольных веществ.

Таблица 6 – Соответствие детекторов и контрольных веществ

Детектор	Стандартный образец	Контрольное вещество, концентрация	Растворитель
ПИД (пламенно-ионизационный детектор)	ГСО 7323-96	Изооктан от $0{,}5 \cdot 10^{-3}$ до $8 \cdot 10^{-3}$ г/см^3	гексан
	ГСО 11731-2021	н-Гексадекан от $0{,}5 \cdot 10^{-3}$ до $8 \cdot 10^{-3}$ г/см^3	гексан или гептан
ДТП (детектор по теплопроводности)	ГСО 7323-96	Изооктан от $0{,}5 \cdot 10^{-2}$ до $8 \cdot 10^{-2}$ г/см^3	гексан
	ГСО 11731-2021	н-Гексадекан от $0{,}5 \cdot 10^{-2}$ до $8 \cdot 10^{-2}$ г/см^3	гексан или гептан
ЭЗД (электронно-захватный детектор)	ГСО 12102-2022 или ГСО 8890-2007	Линдан от $1 \cdot 10^{-6}$ до $10 \cdot 10^{-6}$ г/см^3	гексан или гептан
	ГСО 9106-2008 или ГСО 12101-2022	Гексахлорбензол от $1 \cdot 10^{-6}$ до $10 \cdot 10^{-6}$ г/см^3	гексан или гептан
МСД (масс-спектрометрический детектор)	ГСО 9106-2008 или ГСО 12101-2022	Гексахлорбензол $1 \cdot 10^{-8}$ и $10 \cdot 10^{-8}$ г/см^3	гексан или гептан

9.1.3.2 При проведении поверки хроматографов, предусматривающих использование крана-дозатора или шприца для ввода газовых проб, в соответствии с РЭ хроматографа и таблицей 7 приготовить стандартный образец – поверочную газовую смесь из ГСО 12339-2023 или ГСО 12340-2023 стандартные образцы состава искусственной газовой смеси, содержащей углеводородные газы

Таблица 7 – Детекторы, контрольное вещество, концентрация

Детектор	Контрольное вещество, концентрация	Основной компонент
ПИД (пламенно-ионизационный детектор)	пропан от 1000 до 100000 млн $^{-1}$	метан
ДТП (детектор по теплопроводности)		

9.1.4 Проверить герметичность газовых линий, включить хроматограф и дождаться успешного завершения процедуры самотестирования в соответствии с РЭ.

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

- ДТП, ПИД – не менее двух часов;
- ЭЗД, МСД – до 24 часов, но не менее 4 часов.

Если хроматограф оснащен несколькими детекторами, то поверка проводится поочередно для каждого из детекторов в полном объеме.

Режимы измерений хроматографа (для различных детекторов) приведены в Приложении Б.

9.2 Опробование

При опробовании проверить действие органов управления и регулировки, соответствие функционирования всех узлов хроматографа, функциональных клавиш и программного обеспечения (далее – ПО) требованиям, изложенным в РЭ.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных ПО хроматографа. Для однозначной идентификации ПО достаточно определения только номера версии (идентификационного номера). Номер версии ПО может быть выведен в окне ПО при обращении к подпункту меню в ПО «Help» → «About».

10.2 Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 8.

Таблица 8 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	SmartLab CDS
Номер версии (идентификационный номер) ПО	1.XXXXXXXX[1)]
Цифровой идентификатор ПО	–
[1)] «XXXXXXXX» – относится к метрологически незначимой части ПО. Каждое значение «X» является цифровым значением от 0 до 9 или разделительной точкой.	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение уровня флуктуационных шумов

11.1.1 Определение уровня флуктуационных шумов проводится согласно РЭ с целью последующего расчета предела детектирования.

11.1.2 После выхода хроматографа на режим, указанный в РЭ, провести запись флуктуационных шумов в течение не менее 1 минуты (запись хроматограммы без ввода пробы). Допускается производить запись хроматограммы без ГХ колонки (с заглушенным детектором).

11.1.3 Уровень флуктуационных шумов, выраженный в соответствующих для каждого детектора единицах (В или А), принять равным максимальному значению амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированному на выходе усилителя выходного сигнала детектора, при этом колебания, имеющие характер одиночных импульсов, не учитываются. Значение уровня флуктуационных шумов может быть рассчитано вручную или с помощью ПО в соответствии с РЭ.

11.2 Определение предела детектирования

11.2.1 При определении предела детектирования с помощью дозатора (шприца, крана дозатора) или устройства автоматического ввода в хроматограф (автодозатор жидких проб) ввести контрольное вещество (0,5 – 10 мкл для жидких проб, 0,1 – 2 мл для ПГС), соответствующее проверяемому детектору. Воспроизвести хроматограмму на дисплее/принтере. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21) необходимо отбраковывать и не учитывать в расчетах. В случае обнаружения выбросов провести необходимое дополнительное число измерений.

11.2.2 По полученной хроматограмме определить площадь пика контрольного вещества, выраженную в соответствующих для каждого детектора единицах (В·с или А·с). Измерения провести не менее 10 раз. Данные измерения могут использоваться для определения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала.

Примечание – При использовании режима деления потока (сплит) следует учитывать коэффициент деления пробы *K*.

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

11.3.1 Для определения отношения сигнал/шум необходимо использовать контрольный раствор гексахлорбензола в гексане или гептане с концентрацией $1 \cdot 10^{-8}$ г/см^3. Ввести 1 мкл пробы в инжектор микрошприцом (допускается использовать устройство автоматического ввода проб) и с помощью ПО согласно РЭ определить отношение сигнал/шум в режиме сканирования для m/z 284.

11.4 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала

11.4.1 При определении относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала с помощью дозатора (шприца, крана дозатора) или устройства автоматического ввода в хроматограф (автодозатор жидких проб) ввести контрольное вещество (0,5 – 10 мкл для жидких проб, 0,1 – 2 мл для ПГС), соответствующее проверяемому детектору и воспроизвести на дисплее хроматограмму. Зафиксировать время удерживания и площадь пика контрольного вещества.

При определении относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала детектора МСД могут использоваться два режима (на выбор):

1) Режим сканирования (TIC) по m/z 284 – используется контрольный раствор гексахлорбензола в гексане или гептане с концентрацией $10 \cdot 10^{-8}$ г/см^3.

2) Режим выбранных ионов (SIM) по m/z 284 – используется контрольный раствор гексахлорбензола в гексане или гептане с концентрацией $1 \cdot 10^{-8}$ г/см^3.

11.4.2 Повторить операцию 10 раз. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21), необходимо отбраковывать и не учитывать в расчетах. В случае обнаружения выбросов провести необходимое дополнительное число измерений.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать предел детектирования ($C_{\min}$) по формулам

Для детекторов ЭЗД (в г/с) и ПИД (в г/с)

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

Для детектора ДТП (в г/см^3)

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

где ΔX – уровень флуктуационных шумов по п 11.1, полученный после стабилизации режима работы хроматографа, В (А);

G – масса контрольного компонента (рассчитывается по формуле 3), г;

S – среднее арифметическое значение площади пика, В·с (А·с);

$V_{ГН}$ – расход газа-носителя, см^3/с.

Массу контрольного компонента (G, г) определить по формуле

$$G = G_K \cdot V, \quad (3)$$

где G_K – массовая концентрация контрольного вещества в смеси, г/см^3;

V – объем введенной контрольной смеси, см^3.

При использовании жидкой пробы массу контрольного компонента (G, г) определить по формуле

$$G = \frac{V_{ж} \cdot C_{н} \cdot C_0}{K}, \quad (4)$$

где $C_{н}$ – массовая концентрация контрольного вещества в смеси, г/см^3;

$V_{ж}$ – объем введенной контрольной смеси, см^3;

C_0 – коэффициент, учитывающий содержание углерода в контрольном веществе:

углерод в н-гексадекане 0,849;

углерод в изооктане 0,841;

углерод в пропане 0,817.

В остальных случаях (для детекторов ДТП, ЭЗД) коэффициент принимается равным единице.

K – коэффициент деления пробы для капиллярного инжектора.

Коэффициент деления пробы для ручного расчета определить по формуле

$$K = \frac{1 + V_Д}{V_K}, \tag{5}$$

где $V_Д$ – объёмная скорость потока газа носителя, идущего на сброс после делителя потоков, см^3/мин;

V_K – объёмная скорость потока газа носителя, идущего на колонку, см^3/мин.

Примечание – Коэффициент K рассчитывается (задается) с помощью ПО в зависимости от параметров колонки (длины, диаметра), давления (скорости, расхода) газа-носителя на входе в капиллярную колонку.

При использовании газовой пробы массу контрольного компонента (G, г) определить по формулам

Для концентраций в %

$$G = \frac{V_г \cdot 0{,}01 \cdot P \cdot M \cdot C_г \cdot C_0}{R(t + 273) \cdot K}, \tag{6}$$

Для концентраций в млн$^{-1}$ (ppm)

$$G = \frac{V_г \cdot 0{,}01 \cdot P \cdot M \cdot C_г \cdot C_0 \cdot 10^{-4}}{R(t + 273) \cdot K}, \tag{7}$$

где $V_г$ – объём газовой пробы, см^3;

P – атмосферное давление, Па;

M – молекулярная масса контрольного компонента, г/моль;

$C_г$ – объемная (молярная) доля контрольного компонента в газовой смеси, % или млн$^{-1}$ (ppm) соответственно;

R – газовая постоянная, R =8,3·10^6 (Па·см^3)/(моль·К);

t – температура, °С.

Полученные значения предела детектирования должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

12.2 Определение чувствительности масс-спектрометрического детектора МСД осуществляется на основании данных, полученных по 11.3. Результаты определения считают положительными, если полученные значения чувствительности (отношения сигнал/шум масс-спектрометрического детектора МСД) удовлетворяют требованиям таблицы 2.

12.3 Для результатов измерений, полученных по 11.4, рассчитать относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала (S , %) по формуле

$$S = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \qquad (8)$$

где $\bar{X}$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площадь пика, время удерживания);

X_i – результат *i*-го измерения выходного сигнала (площадь пика, время удерживания);

n – число измерений (n=10).

Полученные значения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать пределов, 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 и пломбирование хроматографа не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки хроматограф признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

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. В сведениях о результатах поверки приводят данные о составе хроматографа и об объеме проведенной поверки.

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. Голынец

Приложение А

(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов на основе ГСО

А.1 Для приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации контрольного компонента используют:

- весы I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1;
- стандартный образец состава н-гексадекана ГСО 11731-2021;
- стандартный образец состава гамма-гексахлорцикло-гексана (линдана) ГСО 12102-2022;
- стандартный образец состава пестицида гамма-гхцг (линдана) ГСО 8890-2007;
- стандартный образец состава изооктана ГСО 7323-96;
- стандартный образец состава пестицида гексахлорбензола ГСО 9106-2008;
- стандартный образец состава гексахлорбензола ГСО 12101-2022;
- н-гексан «ХЧ» ТУ 2631-158-44493179-2013;
- н гептан «ХЧ» ТУ 2631-179-44493179-2014;
- колбы мерные второго класса точности по ГОСТ 1770;
- пипетки с одной меткой второго класса точности по ГОСТ 29169;
- пипетки градуированные второго класса точности по ГОСТ 29227.

А.2 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °С — от +15 до +30;
- относительная влажность воздуха, %, не более — 85.

А.3 Процедура приготовления

Растворы с массовой концентрацией от $1 \cdot 10^{-8}$ до $8 \cdot 10^{-2}$ г/см^3 приготавливают объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента (C_0, мг/см^3) определяют по формуле

$$C_0 = \frac{m_i}{V}, \qquad (А.1)$$

где m_i – масса контрольного компонента, мг;

V – объем приготовленной смеси, см^3.

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 °С.

Определяют массу m_1 мерной колбы вместимостью 100 см^3. Результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака.

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

Массу контрольного компонента (m_i, мг) вычисляют по формуле

$$m_i = m_2 - m_1. \qquad (А.2)$$

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.

Допускается использовать навески другой массы (но не менее 0,05 г) и мерные колбы другого объема.

Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по формуле А.1.

Растворы с массовой концентрацией контрольного компонента менее 1 $мг/см^3$ приготавливают объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов.

Массовую концентрацию контрольного компонента рассчитывают по формулам:

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_1}{V_к}, \quad (А.3)$$

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_2}{V_к}, \quad (А.4)$$

$$C_3 = \frac{C_{n-1} \cdot V_n}{V_к}, \quad (А.5)$$

где n – номер ступени разбавления исходного контрольного раствора с массовой концентрацией C_0;

$V_к$ – объем мерной колбы, используемой для разбавления, $см^3$;

V_1, V_2, V_{n-1} – аликвоты раствора с концентрацией C_1, C_2, C_{n-1} соответственно, $см^3$.

Перед каждым разбавлением рассчитывают значение аликвоты растворов, исходя из заданного значения концентрации контрольного компонента, концентрации разбавляемого раствора и объема мерной колбы, используемой для разбавления.

В мерную колбу нужного объема (объем варьируется в зависимости от степени разбавления) наливается соответствующий растворитель на 1/3-1/2 от объема колбы. Пипеткой или механическим дозатором вносят в колбу аликвоту разбавляемого раствора, после чего доводят растворителем колбу до метки и тщательно перемешивают полученный раствор.

А.4 Хранение контрольных растворов

Срок хранения контрольных растворов не более 3 дней.

Приложение Б

(обязательное)

Режимы измерений при осуществлении поверки для хроматографов с различными детекторами

Хроматографическая колонка (насадочная и капиллярная), используемая для проведения поверки, должна иметь геометрию и неподвижную фазу, обеспечивающую разделение анализируемого компонента от остальных компонентов контрольной смеси (разрешение ≥1).

Типичные параметры насадочной колонки

- неподвижная фаза: OV-1, OV-101, SE-52, SE-54, WAX, пористые полимеры или аналогичные фазы;
- длина: 2-4 м, диаметр 1-4 мм.

Типичные параметры капиллярной колонки

- неподвижная фаза: Rtx-1, Rtx-5, Rtx-5MS, Rtx 624/1301, WAX, колонки с пористыми полимерами или аналогичные фазы;
- длина: 10-100 м, диаметр 0,18-0,53 мм;
- толщина пленки: 0,1-5 мкм.

Условия хроматографирования контрольных смесей должны обеспечивать разделение анализируемого компонента от остальных компонентов контрольной смеси (разрешение ≥1).

В качестве газа носителя могут использоваться азот, гелий, водород, аргон.

Температуры инжекторов, детекторов, термостата колонок, скорость (расход) газа носителя и вспомогательных газов устанавливаются по РЭ к хроматографу и используемой колонке (таблицы Б.1-Б.2).

Таблица Б.1 – Режимы измерений при поверке хроматографов с ПИД, ЭЗД, ДТП детекторами

Тип колонки и расход газа-носителя	ПИД	ЭЗД	ДТП
Насадочная колонка	2-4м·1-4мм OV-1, OV-101, SE-52, SE-54, WAX или аналогичная	2-4м·1-4мм OV-1, OV-101, SE-52, SE-54, WAX или аналогичная	2-4м·1-4мм OV-1, OV-101, SE-52, SE-54, Molsieve WAX или аналогичная
Капиллярная колонка	10-100м·0.18-0.53мм·0.1-1.5 мкм Rtx-1, Rtx-5, Rtx-624/1301, WAX, PLOT или аналогичная	10-100м·0.18-0.53мм·0.1-1мкм Rtx-1, Rtx-5, Rtx- или аналогичная	10-100м·0.18-0.53мм·0.1-1.5 мкм Rtx-1, Rtx-5, Rtx-624/1301, WAX, PLOT или аналогичная

Тип колонки и расход газа-носителя	ПИД	ЭЗД	ДТП
Расход газа-носителя в: - насадочной колонке - капиллярной колонке	20-40 $см^3$/мин 0,5-5 $см^3$/мин	20-40 $см^3$/мин 0,5-5 $см^3$/мин	20-40 $см^3$/мин 0,5-5 $см^3$/мин
Температура инжектора 250 °С			
Температура детектора	200-250 °С	210-300 °С	120-220 °С
Температура термостата колонок	Изотерма 40-200 °С Программа до 250 °С	Изотерма 40-280 °С Программа до 280 °С	Изотерма 40-200 °С Программа до 220°С

Таблица Б.2 – Режимы измерений при поверке хроматографов с МСД детекторами

Наименование параметра	Значение параметра
Ионизация электронным ударом	70 эВ
Скорость газа-носителя (гелий)	1 мл/мин режим постоянного потока
Температура инжектора	250-280 °С
Режим ввода	pulse splitless
Объем пробы	1 мкл
Температура интерфейса	250-280 °С
Температура источника ионов	230 °С
Температурная программа колонки	50 °С (5 мин) – 20 °С/мин – 160 °С (0) –30 °С/мин – 250 °С (1,5 мин) Альтернативный вариант 80 (2 мин) – 20 °С/мин – 280 °С (2 мин)
Режим сканирования масс	от 200 до 300 а.е.м.