



Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы газовые HELICON 2000

Методика поверки

009-45-24 МП

Москва
2024 г.

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые HELICON 2000 (далее – хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодических поверок.

Используемые средства поверки обеспечивают прослеживаемость хроматографов:

ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола и ГСО 8890-2007 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана) – к ГПЭ единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020, что обеспечивается посредством использования поверенных средств измерений: весов и мерных колб через неразрывную цепь поверок в соответствии с ГПС для СИ массы, утвержденной приказом Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г.;

ГСО 7289-96 состава гексадекана – к ГПЭ единицы массы килограмма ГЭТ 3-2020, что обеспечивается посредством использования поверенных средств измерений: весов и мерных колб через неразрывную цепь поверок в соответствии с ГПС для СИ массы, утвержденной приказом Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г.;

ГСО 11057-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в изооктане – к ГПЭ единицы молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и гозоконденсатных средах ГЭТ 154-2019 в соответствии с ГПС, утвержденной приказом Росстандарта № 2315 от 31.12.2020 г.

Метод поверки основан на ГОСТ 8.485-2013 и включает применение средств измерений и стандартных образцов утвержденного типа, приготовление контрольных растворов с известной концентрацией, определение предела детектирования; определение чувствительности (отношения сигнал/шум); определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел детектирования, г/с, не более: – ПИД по углероду в гексадекане – ПФД по фосфору в метилпаратионе по сере в метилпаратионе – ЭЗД по линдану	 $1 \cdot 10^{-11}$ $5 \cdot 10^{-12}$ $1 \cdot 10^{-13}$ $1 \cdot 10^{-11}$
Чувствительность (отношение сигнал/шум) с детектором МСД в режиме ионизации электронным ударом при отслеживании множественных реакций (MRM, переход m/z 283,8 → 213,8) при дозировании 10 пг гексахлорбензола, не менее	25 000:1
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала (при ручном и автоматическом дозировании), %: – по площади пика: – ПИД – ПФД, ЭЗД – МСД – времени удержания: – ПИД, ПФД, ЭЗД – МСД	 3 5 10 0,5 1,5

1 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 2

Таблица 2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр	Да	Да	6
2. Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	7
3. Проверка программного обеспечения	Да	Да	8
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	9
5. Определение предела детектирования	Да	Да	9.1
6. Определение чувствительности (отношение сигнал/шум)	Да	Да	9.2
7. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика, времени удержания)	Да	Да	9.3
8. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	9.4
9. Оформление результатов поверки	Да	Да	10

На основании письменного заявления владельца хроматографа или лица, предоставившего хроматограф на поверку, оформленного в произвольной форме, в случае наличия нескольких детекторов на поверяемом хроматографе, допускается проведение периодической поверки отдельных детекторов с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

2 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 18 до 25
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,0
- относительная влажность воздуха, % от 20 до 60

Газы-носители и газы поддержки, подключенные к хроматографу, по физико-химическим показателям должны соответствовать:

- азот особой чистоты, 1 сорт по ГОСТ 9293-74, объемная доля азота не менее 99,999%;
- водород, высший сорт по ГОСТ Р 51673-2000, объемная доля водорода не менее 99,999%;
- гелий газообразный (сжатый) высокой чистоты, марка 6.0 по ТУ 0271-001-45905715-2016, объемная доля гелия не менее 99,999%;

– воздух, класса ИСО 8573-1:2010 [3 : 2 : 1], объёмная доля воздуха не менее 99,999%.

3 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, владеющие методом анализа, знающие принцип действия, конструкцию и правила эксплуатации хроматографов.

Для получения данных допускается участие операторов, обслуживающих хроматограф (под контролем поверителя).

4 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют основные и вспомогательные средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 7.3 Проверка условия проведения поверки	Средства измерений температуры окружающего воздуха в диапазоне от 0 до + 50 °С, пределы допускаемой погрешности измерений $\pm 0,5$ °С, Средства измерений относительной влажности окружающего воздуха в диапазоне от 5 % до 95 % пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 2 %, Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 600 до 1100 мбар, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 3 мбар	Измеритель комбинированный Testo 176-P1, рег. №48550-11
п. 7.2 Подготовка контрольных растворов – Приложение 1	Средства измерений переменного объема от 100 до 1000 мкл, предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения фактического объема дозы 1,0 %	Дозаторы пипеточные Eppendorf Research Plus одноканальные с переменным объемом дозирования от 100 до 1000 мкл, рег. №55543-13
	Средство измерений массы по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с верхним пределом взвешивания 200 г класса точности 1 – специальный	Весы CPA225D-0CE, рег. №54391-13
	Средства измерений объема вместимостью 10 и 100 мл, 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74	Колбы мерные вместимостью 10 и 100 мл
	Средства измерений объема вместимостью 50 мл со шкалой по ГОСТ 25336-82	Стаканы В-1-50ТС
	СО с аттестованным значением массовой доли гексахлорбензола, массовая доля гексахлорбензола не менее 98,0 %, допускаемые значения абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,5$ при $P=0,95$	ГСО № 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	СО с аттестованным значением молярной доли гексадекана, молярная доля гексадекана не менее 99,7 %, допускаемые значения абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,06$ % при $P=0,95$	ГСО 7289-96 состава гексадекана
	СО с аттестованным значением массовой доли гамма-ГХЦГ (линдана)-(1,2,4,5/3,6)-1,2,3,4,5,6-гексахлорциклогексана, массовая доля аттестованных значений не менее 98 %, допускаемые значения абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,6$ % при $P=0,95$	ГСО 8890-2007 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана)
	СО с аттестованным значением массовой концентрации метилпаратиона от $1,0 \cdot 10^{-4}$ до $0,1$ мг/см ³ , допускаемые значения относительной расширенной неопределенности U_0 , при $P=0,95$	ГСО 11057-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в изооктане
Вспомогательное оборудование:		
Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83		
Магнитная мешалка		
п. 9 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия СИ метрологическим требованиям	Хроматографическая колонка: Restek Rtx-5 (30м x 0,25мм x 0,25мкм)	
Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, утвержденного типа стандартные образцы, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

5 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации на хроматограф.

6 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности поверяемого хроматографа требованиям эксплуатационной документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепёжных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хроматографов.

7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

7.1 Проводят кондиционирование хроматографической колонки.

7.2 Для поверки используют контрольные растворы (таблица 4). Процедура приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

Таблица 4 – Контрольный растворы

Контрольный раствор	Массовая концентрация анализируемых компонентов, мг/дм ³	Объем пробы, мкл	Детектор
Гексадекан в изооктане	100	1	ПИД
Метилпариатион в изооктане	10	1	ПФД
Линдан в изооктане	0,1	1	ЭЗД
Гексахлорбензол в изооктане	0,1	1	МСД
Гексахлорбензол в изооктане	0,01	1	МСД

7.3 Проверяют условия проведения поверки.

7.4 Опробование.

7.4.1. Хроматограф готовят к работе в соответствии с разделом 4 руководства по эксплуатации. Результаты опробования считают положительными, если после выхода на режим не появляются информационные сообщения программного обеспечения, указывающие на возникновение фатальных ошибок.

8 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

8.1. Проверка версии программного обеспечения Analyse software

Метрологически значимым файлом является файл FPI.GCMS.Arithmetic.dll, расположенный в папке «\MassExpert.PXXX.VXXX.XXX\MassAnalyst\IncludeDll».

Запускают программное обеспечение (далее – ПО) Analyse software. Название ПО указано в верхней части открывшегося окна. Открывают вкладку Help/About. В открывшемся окне высвечивается номер версии ПО – рисунок 1

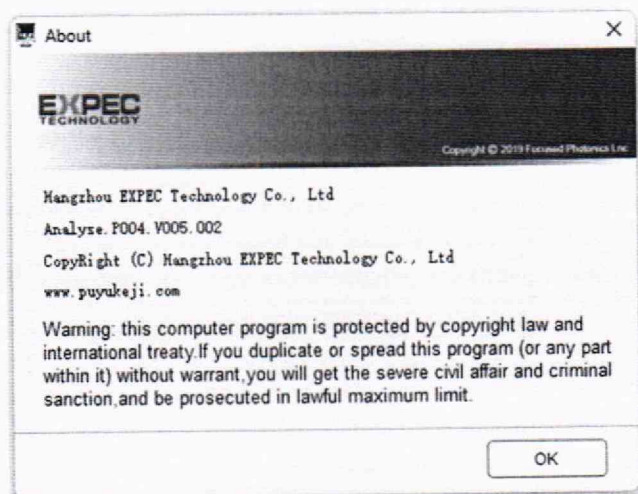


Рисунок 1 – Номер версии ПО Analyse software

Запускают интегрированную среду сценариев Windows PowerShell ISE (Пуск/Windows PowerShell ISE), во вкладке «Команды/Commands» выбирают команду Get-FileHash, в параметрах для «Get-FileHash» в строке «Path*» задают путь к файлу FPI.GCMS.Arithmetic.dll, заключенный в кавычки, в строке «Algorithm» выбирают алгоритм вычисления «MD5». Нажимают кнопку «Запустить/Run» – рисунок 2

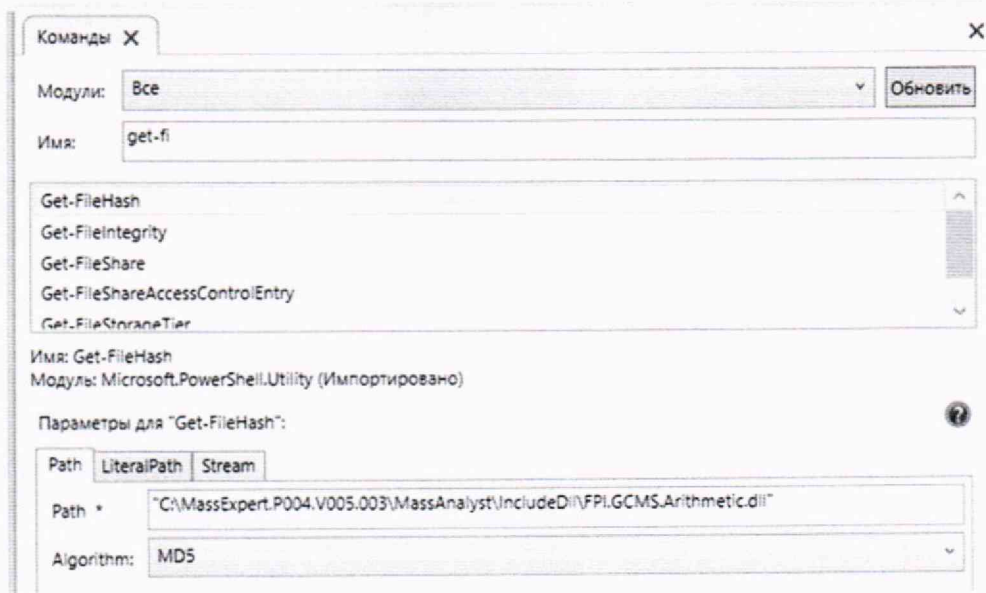


Рисунок 2 – Вычисление контрольной суммы

В окне «Сценарий/Script» выводится цифровой идентификатор ПО (Hash) – рисунок 3. Цифровой идентификатор ПО должен соответствовать приведенному в таблице 7.

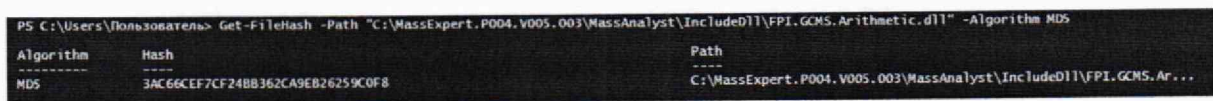


Рисунок 3 – Результат вычисления контрольной суммы метрологически значимого файла FPI.GCMS.Arithmetic.dll

8.2. Проверка версии программного обеспечения Data analysis software

Метрологически значимым файлом является файл FPI.GCMS.Arithmetic.dll, расположенный в папке «\Analysis Vx.X.X (EN)\IncludeDll».

Запускают ПО Data analysis software. Название ПО указано в верхней части открывшегося окна. Открывают вкладку Help/About. В открывшемся окне высвечивается номер версии ПО – рисунок 4

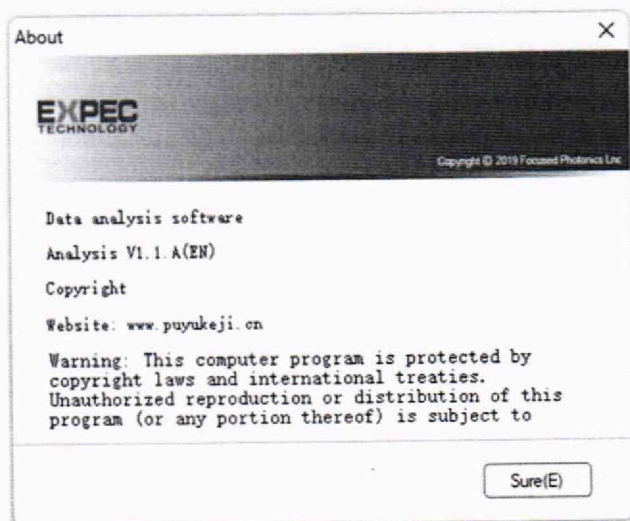


Рисунок 4 – Номер версии ПО Data analysis software

Запускают интегрированную среду сценариев Windows PowerShell ISE (Пуск/Windows PowerShell ISE), во вкладке «Команды/Commands» выбирают команду Get-FileHash, в параметрах для «Get-FileHash» в строке «Path*» задают путь к файлу FPI.GCMS.Arithmetic.dll, заключенный в кавычки, в строке «Algorithm» выбирают алгоритм вычисления «MD5». Нажимают кнопку «Запустить/Run» – рисунок 5

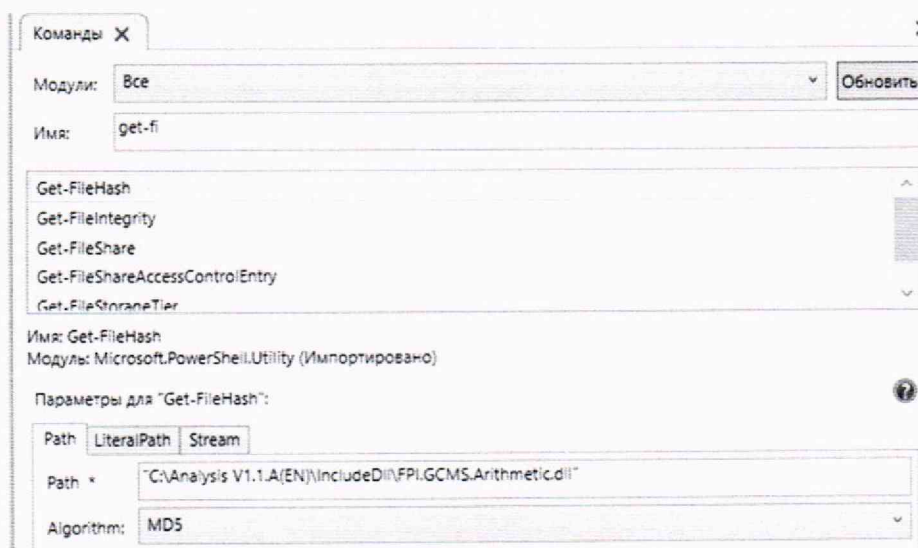


Рисунок 5 – Вычисление контрольной суммы

В окне «Сценарий/Script» выводится цифровой идентификатор ПО (Hash) – рисунок 6. Цифровой идентификатор ПО должен соответствовать приведенному в таблице 7.

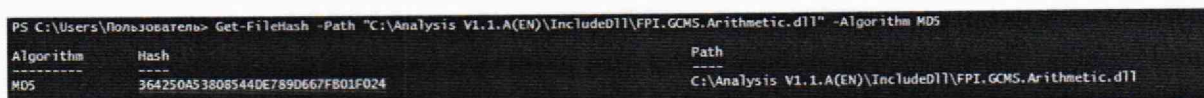


Рисунок 6 – Результат вычисления контрольной суммы метрологически значимого файла FPI.GCMS.Arithmetic.dll

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ ЕГО СООТВЕТСТВИЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

9.1. Определение предела детектирования

9.1.1. При проведении поверки хроматографов используют контрольные растворы веществ, соответствующие проверяемому детектору, указанные в таблице 4. Растворы приготавливают согласно Приложению А к настоящей методике поверки или используют готовые. Значение параметров хроматографа и детекторов приведены в таблице 5.

Ожидают выхода хроматографа на режим и стабилизацию базовой линии. Рекомендуемое время стабилизации не менее 2 часов.

Таблица 5 – Значение параметров хроматографа и детекторов при определении предела детектирования

Детектор	Наименование параметра	Значение
ПВД	Хроматографическая колонка	Restek Rtx-5 (30м x 0,25мм x 0,25мкм)
	Режим потока газа	Постоянный поток
	Расход газа носителя	4 мл/мин
	Температура испарителя	220 °C
	Режим работы испарителя	Splitless (без деления)
	Расход газа обдува испарителя	25 мл/мин

Детектор	Наименование параметра	Значение
	Время продувки	0,75 мин
	Температурная программа термостата колонок	60 °С (2 мин) → 20 °С/мин до 240 °С (1,5 мин)
	Температура детектора	250 °С
	Скорость потока водорода	40 мл/мин
	Скорость потока воздуха	400 мл/мин
	Скорость потока азота	40 мл/мин
ПФД*	Хроматографическая колонка	Restek Rtx-5 (30м x 0,25мм x 0,25мкм)
	Режим потока газа	Постоянный поток
	Расход газа носителя	4 мл/мин
	Температура испарителя	220 °С
	Режим работы испарителя	Splitless (без деления)
	Расход газа обдува испарителя	25 мл/мин
	Время продувки	0,75 мин
	Температурная программа термостата колонок	60 °С (2 мин) → 40 °С/мин до 300 °С
	Температура детектора	230 °С
	Скорость потока водорода	80 мл/мин
	Скорость потока воздуха	110 мл/мин
	ЭЗД	Хроматографическая колонка
Режим потока газа		Постоянный поток
Расход газа носителя		4 мл/мин
Температура испарителя		220 °С
Режим работы испарителя		Splitless (без деления)
Расход газа обдува испарителя		20 мл/мин
Время продувки		0,75 мин
Температурная программа термостата колонок		80 °С (2 мин) → 20 °С/мин до 280 °С (5 мин)
Температура детектора		250 °С
Скорость потока воздуха		50 мл/мин
Скорость потока воздуха		110 мл/мин
Опорный ток детектора		1 нА**
Примечания:		
* – Для измерения содержания фосфора используют фильтр 394 нм (красный), для измерения содержания серы используют фильтр 526 нм (зеленый);		
** – Рекомендуемое значение.		

9.1.2. Вводят в хроматограф микрошприцом (или с помощью блока ввода проб) контрольный раствор, записывают хроматограмму и фиксируют площадь пика контрольного вещества. Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 10 раз, первые три хроматограммы для расчетов не учитывают.

Операцию по вводу контрольных растворов повторяют несколько раз до получения семи достоверных результатов измерений.

9.1.3. Измеряют значение шума нулевого сигнала (Δ_x) на участке хроматограммы, предшествующем выходу растворителя и контрольного раствора.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с, при этом единичные выбросы не учитываются.

При помощи ПО хроматографа проводят обработку хроматограммы, полученной по п. 9.1.2, в следующей последовательности:

- открывают хроматограмму в модуле «Qualitative analysis (X)» ПО «Data analysis software», предназначенном для обработки хроматограмм;

- оценивают значение шума нулевого сигнала (Δx), для этого в поле хроматограммы нажимают правую клавишу мыши или в меню «Chromatogram (C)» выбирают «SNR Calculation», устанавливают расчет значения шума «Peak-peak» в поле SNR type.

Записывают в протокол произвольной формы значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала.

9.1.4 Из полученных хроматограмм по п. 9.1.2 рассчитывают предел детектирования C_{min} , г/с, для контрольного компонента по формуле (1).

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

где Δx – уровень флуктуационных шумов, пА (мкВ) определенный по п. 9.1.3;

G – масса контрольного вещества, г;

\bar{S} – среднеарифметическое значение площади пика контрольного вещества, пА/с (мкВ/с).

Массу контрольного вещества G для контрольных растворов определяют по формуле (2).

$$G = C v_{\text{доз}} K \quad (2)$$

где C – массовая концентрация контрольного вещества, г/см³;

$v_{\text{доз}}$ – объем введенной пробы контрольного вещества, см³;

K – коэффициент, учитывающий содержание фосфора и серы в метилпаратионе (метафосе), равный для определения серы 0,122, для определения фосфора 0,118. В остальных случаях коэффициент принимают равным единице.

Записывают в протокол произвольной формы значения предела детектирования.

9.2. Определение чувствительности (отношение сигнал/шум)

Определение отношения сигнал/шум выполняют на хроматографе с МСД, укомплектованном аналитической колонкой и включенным режимом CPS (корректирующий фактор 0,1 для сигнала ниже 599 и корректирующий фактор 1,0 для уровня сигнала более 600). Определение отношения сигнал/шум проводят с использованием контрольного раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мкг/дм³, приготовленного по методике, указанной в приложении А. Рекомендуемые настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение отношения сигнал/шум, приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Значение параметров хроматографа и детекторов при определении чувствительности (отношения сигнал/шум)

Детектор	Наименование параметра	Значение
МСД	Настройки для масс-спектрометра (вкладка MS)	
	Режим сканирования/Scan mode	MRM
	Открыть газ соударения/Turn on CID gas	Да
	Время окончания (min)/ End time (min)	9
	Название компонента/Compound name	GHB

Детектор	Наименование параметра	Значение
	Масса иона прекурсора/Precursor ion weight	283,8
	Масса дочернего иона/Product ion weight	213,8
	Время удержания/Dwell time	0,05
	Энергия соударения/Collision energy	30
	Коэффициент разрешения/Resolution ratio	Unit-CID_Unit
	Пустое время/Blank time	5
	Время задержки/Delay time	5
	Настройка для газового хроматографа (вкладка GC)	
	Объем ввода/Injection volume, мкл	1
	Температура испарителя, °С	250
	Режим ввода	без деления (Splitless)
	Режим управления/Control mode	Постоянная сила тока/Const flow
	Продувка газом-носителем/Camer Gas Purge	Да
	Скорость потока, мл/мин	25
	Время продувки, мин	0,75
	Компенсация вакуума/Vacuum Compensation	Да
	Температурная программа термостата колонок	50 °С (1 мин) → 40 °С/мин до 200 °С (5 мин)

После выхода хроматографа на режим вводят микрошприцом (или при помощи блока ввода проб) 1 мм³ контрольного раствора.

Вычисление отношения сигнал/шум производится во вкладке Хроматограмма/Chromatogram, тип вычисления отношения сигнал/шум: RMS (режим среднеквадратичного значения выходного сигнала).

Записывают в протокол произвольной формы значения чувствительности (отношение сигнал/шум).

9.3. Определение относительного среднего квадратичного отклонения (ОСКО) результатов измерений выходного сигнала и времени удержания

9.3.1 Для определения ОСКО для ПИД, ПФД и ЭЗД используют данные хроматограмм, полученные по п. 9.1.2.

С помощью программного обеспечения Data analysis software определить относительное среднее квадратичное отклонение выходного сигнала по площади пиков и времени удержания. Порядок действий при определении указан в приложении Б к настоящей методике.

9.3.2. Определение ОСКО выходного сигнала МСД осуществляют по контрольному раствору с массовой концентрацией 100 мкг/см³ гексахлорбензола, приготовленному по методике, указанной в приложении А, и при условиях, указанных в таблице 4, и в соответствии с руководством по эксплуатации.

После выхода хроматографа на режим вводят микрошприцом (или при помощи блока ввода проб) 1 мм³ контрольного раствора. Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз.

С помощью программного обеспечения Analyse software определить относительное среднее квадратичное отклонение выходного сигнала по площади пиков и времени удержания. Порядок действий при определении указан в приложении В к настоящей методике. Операцию по вводу контрольных растворов повторяют несколько раз до получения шести достоверных результатов измерений.

9.3.3. Относительное среднее квадратичное отклонение значение выходных сигналов вычисляют о формуле (3):

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (3)$$

где X_i – i -ое значение выходного сигнала (времени удержания или площади пика);
 n – число измерений;
 \bar{X} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удержания).

Записывают в протокол произвольной формы значения относительного среднего квадратичного отклонения выходных сигналов (площади пика, времени удержания).

9.4 Подтверждение соответствия си метрологическим требованиям

Хроматограф считается прошедшим поверку, если выполняются условия, изложенные в пунктах 9.4.1–9.4.6.

9.4.1 Условия поверки соответствуют п. 2.

9.4.2 Результаты проверки ПО соответствуют приведенным в таблице 7.

Таблица 7 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Наименование программного обеспечения	Analyse software
Номер версии (идентификационный номер) ПО	P004.V005.002 и выше	V1.1.A (EN) и выше
Идентификационное наименование файлов программного обеспечения	FPI.GCMS.Arithmetic.dll	FPI.GCMS.Arithmetic.dll
Цифровой идентификатор ПО	3AC66CEF7CF24BB362CA9 EB26259C0F8	364250A53808544DE789D66 7FB01F024
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5	MD5

9.4.3 Предел детектирования не превышает значений, указанных в таблице 1.

9.4.4 Отношение сигнал/шум не превышает значений, указанных в таблице 1.

9.4.5 Значения относительного СКО выходного сигнала по площади пика и по времени удержания не превышают значений, указанных в таблице 1.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1 Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы.

10.2 Положительные результаты поверки хроматографа оформляют в соответствии с приказом Минпромторга России № 2510 от 31.07.2020 г.

10.3 При отрицательных результатах хроматограф признается непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с приказом Минпромторга России № 2510 от 31.07.2020 г.

10.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

10.5 При наличии письменного заявления владельца или лица, предоставляющего хроматограф на поверку, свидетельство о поверке СИ или извещение о непригодности к применению СИ оформляются на бумажном носителе или в виде электронного документа (при наличии технической возможности).

Начальник лаборатории



Е.В. Кулябина

Ведущий инженер



О.Н. Мелкова

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

1. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

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

Колбы мерные наливные 2-10-2 и 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

Дозаторы пипеточные Eppendorf Research Plus одноканальные с переменным объемом дозирования от 100 до 1000 мкл

ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола.

ГСО 7289-96 состава гексадекана

ГСО 8890-2007 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана)

ГСО 11057-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в изооктане.

Изооктан эталонный по ГОСТ 12433-83

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

2.1. Раствор с массовой концентрацией 1 мг/см³ приготавливают объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента (C_i) 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.

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

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

2.4. Вычисляют массу контрольного компонента (m_i) в мг.

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

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

2.6. Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по п.2.1.

2.7. 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 – аликвоты раствора с концентрацией C_0, C_1, C_{n-1} соответственно, см³.

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

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

3. Хранение контрольных растворов

3.1 Контрольные растворы хранятся при температуре от 4 °С до 8 °С. Перед введением в хроматограф растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 1 часа. Срок хранения контрольных растворов не более 5 дней.


ПОРЯДОК


действий по получению отчета с использованием программного обеспечения Data analysis software


1 В программе Data analysis software выбирается Qualitative Analysis (X)

2 Во вкладке Data browser выбирается значок  Open Data files (загружаем требуемые хроматограммы).


3 Во вкладке Data browser выбираются требуемые данные (ставятся галочки).

4 В окне Chromatogram results выбирается значок  Spectral stacking (наложение графиков) и закрываются единичные графики (убираются галочки во вкладке Data browser).

5 В окне Chromatogram results выбирается значок  Peak information list

6 В окне Chromatogram results выбирается значок  Automatic integration.

В окне Peak information list выводится информация о выходных сигналах по площади пиков и времени удержания.

Примечание – При необходимости осуществляется настройка параметров интегрирования (значок ) и настраиваются параметры минимальной ширины пика, площади пика, начальное и конечное время интегрирования пика.

7 В области окна Peak information list при нажатии правой клавиши мыши выбирается RSD Calculation.






8 В открывшемся окне RSD выбирается объект Peak area (площадь пика) или Retain time (время удержания) и нажимается кнопка Calculate.

9 Выводятся данные об ОСКО выходного сигнала по площади пиков и времени удержания на экран.

10 Данные вносятся в протокол.

ПОРЯДОК

действий по получению отчета с использованием программного обеспечения Analyse software

- 1 В программе MassExpert запускается Программное обеспечение для анализа/Analyse software.
- 2 В Analyse software выбирается Количественный анализ/Qualitative Analysers.
- 3 Во вкладке Браузер данных/Data browser выбирается значок  Open Data files (загружаем требуемые сигналы).
- 4 Во вкладке Браузер данных/ Data browser выбираются требуемые данные (ставятся галочки).
- 5 В окне Результаты графика TIC/TIC chart result выбирается значок  Наложение графиков/Spectral stacking и закрываются единичные графики.
- 6 В окне Результаты графика TIC/TIC chart result выбирается значок  Список с информацией о пике/Peak information list/
- 7 В окне Результаты графика TIC/TIC chart result выбирается значок  Автоинтегрирование/Automatic integration.
В окне Список хроматографических пиков/List of chromatogram peaks выводится информация о выходных сигналах по площади пиков и времени удержания.
Примечание – При необходимости осуществляется настройка параметров интегрирования (значок ) и настраиваются параметры минимальной ширины пика, площади пика, начальное и конечное время интегрирования пика.
- 8 В области окна Список хроматографических пиков/ List of chromatogram peaks при нажатии правой клавиши мыши выбирается RSD Calculate.
- 9 В окне Рассчитать СКО/Select object выбирается объект Отклик/Peak area или Время удержания/Retain time и нажимается кнопка Вычислить/Calculate RSD. Выводятся данные об ОСКО выходного сигнала по площади пиков и времени удержания на экран.
- 10 Данные вносятся в протокол.