ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.729— 2010

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ГАЗОВЫЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ

Методика поверки

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» (ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева») и Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»)

2 ВНЕСЕН Управлением метрологии Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 декабря 2010 г. № 995-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2011

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины, определения и сокращения . . . 2
4 Операции поверки . . . 2
5 Средства поверки . . . 3
6 Условия поверки и подготовка к ней . . . 4
7 Проведение поверки . . . 5
8 Оформление результатов поверки . . . 8
Приложение А (рекомендуемое) Инструкция по приготовлению контрольных смесей . . . 9
Приложение Б (рекомендуемое) Форма протокола поверки . . . 10
Библиография . . . 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ГАЗОВЫЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements. Analytical gas laboratory chromatographs. Verification procedure

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на аналитические газовые лабораторные хроматографы (далее — хроматографы), соответствующие требованиям ГОСТ 26703, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок. Хроматографы применяют для анализа химического состава широкой группы веществ, материалов, в том числе входящих в состав объектов окружающей природной среды, и т.п.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р 53228—2008 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 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 25828—83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 26703—93 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по рекомендациям [1] и [2], ГОСТ Р ИСО 5725-1, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **контрольное вещество:** Вещество, требования к которому установлены в технической документации на хроматографы для каждой системы детектирования, по которому нормируют и контролируют метрологические характеристики хроматографов.

3.1.2 **контрольная смесь:** Смесь, представляющая собой государственный стандартный образец — поверочную газовую смесь или раствор, приготовленный по приложению А к настоящему стандарту или по приложению к методике поверки хроматографа конкретного типа, — содержащая контрольное вещество и предназначенная для контроля метрологических характеристик.

3.1.3 **показатель точности результатов измерений:** Установленная характеристика точности результатов измерений, полученных по данной методике измерений.

Примечание — К показателям точности результатов измерений относятся неопределенность по рекомендациям [1], характеристики погрешности по рекомендациям [2], показатели правильности, прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ДТП — детектор по теплопроводности;
ДТХ — детектор термохимический;
ПИД — пламенно-ионизационный детектор;
ПФД — пламенно-фотометрический детектор;
ТИД — термоионный детектор;
ФИД — фотоионизационный детектор;
ЭЗД — электронозахватный детектор;
МСД — масс-спектрометрический детектор;
ГСО — государственный стандартный образец;
СО — стандартный образец;
НД — нормативный документ;
ТУ — технические условия.

4 Операции поверки

4.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела, пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	Да	Да	Да
Опробование:	7.2	Да	Да	Да
- определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	7.2.4	Да	Да	Да[*)]
- определение дрейфа нулевого сигнала	7.2.5	Да	Да	Да[*)]
- определение предела детектирования	7.2.6	Да	Да	Да[*)]

Окончание таблицы 1

Наименование операции	Номер подраздела, пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
Определение метрологических характеристик:	7.3	Да	Да	Да
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	7.3.1	Да	Да	Да[1)]
- определение относительного изменения выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы[2)] хроматографа	7.3.2	Нет	Да	Да[1)]
- определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений	7.3.3	Нет	Нет	Да[3)]

[1)] При отсутствии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563.
[2)] Время непрерывной работы допускается уменьшать при соответствующем обосновании.
[3)] При наличии НД на методику измерений.

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки (приборы, оборудование, материалы и реактивы), указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Средства поверки

Наименование	Техническая характеристика
Весы лабораторные по ГОСТ 53228	Высокий класс точности, максимальная нагрузка 200 г
Микрошприцы типа МШ-10М	Вместимость $10 \cdot 10^{-3}$ см^3
Микрошприцы типа «Газохром-101»	Вместимость $1 \cdot 10^{-3}$ см^3
СО состава газовой смеси пропан — азот ГСО 4432—88	Объемная доля пропана 0,2 %
СО состава газовой смеси пропан — гелий ГСО 3971—87	Объемная доля пропана 0,12 %
СО состава газовой смеси водород — азот ГСО 3910—87	Объемная доля водорода от 0,6 % до 1,0 %
Бензол ГСО 7141—95	Массовая доля основного вещества не менее 99,92 %
Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828	Массовая доля основного вещества не менее 99,85 %
Линдан ГСО 7889—2001	Массовая доля основного вещества не менее 99,60 %
Метафос (паратион-метил) ГСО 7888—2001	Массовая доля основного вещества не менее 99,40 %
Гексахлорбензол ГСО 7495—98	Массовая доля основного вещества не менее 99,5 %
Гексан, х.ч.	Массовая доля основного вещества не менее 99,00 %
Октан, х.ч.	Массовая доля основного вещества не менее 99,80 %

5.2 При проведении поверки применяют вспомогательные материалы и оборудование, указанные в таблице 3.

Таблица 3 — Вспомогательные материалы, оборудование

Наименование	Техническая характеристика
Барометр-анероид БАММ-1	Диапазон от 80 до 110 кПа
Психрометр аспирационный МВ-4М	—
Термометр лабораторный ТЛ-4	Диапазон от 0 °С до 55 °С, цена деления 0,1 °С
Бюретка типа 1-2-100-0,2 по ГОСТ 29251	Класс точности 2, вместимость 100 $см^3$
Колбы мерные по ГОСТ 1770	Класс точности 2, вместимость 25, 50, 100, 500 $см^3$
Пипетки по ГОСТ 29227	Класс точности 2, вместимость 0,1; 1,0; 2,0; 10,0 $см^3$
Азот особой чистоты по ГОСТ 9293	Объемная доля основного вещества не менее 99,996 %
Гелий газообразный, марка А	Объемная доля основного вещества не менее 99,995 %
Аргон газообразный, высший сорт	Объемная доля основного вещества не менее 99,992 %
Водород технический, марка А по ГОСТ 3022	Объемная доля основного вещества не менее 99,99 %
Воздух по ГОСТ 17433	Класс загрязненности I
Оксид алюминия активный, марка АОА-1	Фракция от 0,25 до 0,50 мм
Хроматон N-AW DMCS	Фракция от 0,125 до 0,160 мм
Молекулярные сита СаА (5 А)	Фракция от 0,2 до 0,4 мм
Жидкая фаза SE-30	—
Колонки газохроматографические (стеклянные или металлические)	Длина от 1 до 3 м, внутренний диаметр от 2 до 3 мм
Колонки капиллярные типа HP-5 (5 % фенил)-метил-силикон	30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм

5.3 Допускается использовать другие средства поверки, метрологические и технические характеристики которых соответствуют указанным в настоящем стандарте.

6 Условия поверки и подготовка к ней

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление, изменяющееся в процессе поверки не более чем на ± 5 кПа, от 84 до 106 кПа;
- напряжение переменного тока (220 ± 5) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работу комплекса, должны отсутствовать.

6.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- приготовление контрольных растворов (инструкция по приготовлению контрольных растворов приведена в приложении А);
- подготовка колонок в соответствии с эксплуатационной документацией (НД на методику измерений);
- проверка герметичности газовых линий в соответствии с НД на хроматограф.

6.3 Требования безопасности

6.3.1 Все работы, относящиеся к поверке хроматографа, должны быть выполнены с соблюдением требований безопасности, приведенных в руководстве по эксплуатации, а также в правилах [3].

6.3.2 При поверке должны быть соблюдены требования безопасности и санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.007.

6.3.3 При эксплуатации хроматограф должен быть заземлен.

6.3.4 Мощность дозы радиоактивного излучения на поверхности детектора ЭЗД не должна превышать значений, указанных в ГОСТ 26703.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают следующее:
- соответствие комплектности хроматографа и номеров блоков паспортным данным;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

7.2 Опробование

7.2.1 Опробование осуществляют в соответствии с требованиями НД на хроматограф. Хроматограф включают и после стабилизации режима работы определяют уровень шумов, дрейф нулевого сигнала и предел детектирования.

7.2.2 При проверке ДТП и ДТХ в качестве газа-носителя используют гелий, при проверке других детекторов — гелий (кроме ЭЗД) или азот. При проверке уровня шумов задают фильтрацию — 1 Гц.

Типичные значения параметров режима работы хроматографа приведены в таблице 4.

7.2.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563, опробование выполняют в соответствии с разделом «Подготовка к выполнению измерений»: после включения хроматографа проверяют правильность установки параметров режима работы.

Таблица 4 — Значения параметров

Детектор	Наименование параметра	Значение параметра
ПИД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (азот или гелий), $см^3$/мин	 60 ± 20 160 ± 10 150 ± 10 25 ± 10
ДТП	Температура термостатов, °С. - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (гелий), $см^3$/мин	 60 ± 20 180 ± 20 160 ± 20 25 ± 10
ДТХ	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (гелий), $см^3$/мин	 50 ± 20 40 ± 15 160 ± 20 25 ± 10
ФИД	Температура термостатов, °С. - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (азот или гелий), $см^3$/мин	 60 ± 20 180 ± 20 160 ± 20 25 ± 10
ЭЗД	Температура термостатов, °С. - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (азот), $см^3$/мин	 190 ± 20 250 ± 20 250 ± 20 30 ± 10
ТИД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (азот или гелий), $см^3$/мин	 190 ± 20 300 ± 50 250 ± 20 25 ± 10

Окончание таблицы 4

Детектор	Наименование параметров	Значение параметра
ПФД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя Расход газа-носителя (азот или гелий), $см^3$/мин	 200 ± 20 200 ± 20 250 ± 20 20 ± 10
МСД	Температура термостатов, °С: - испарителя - колонок в режиме программирования: - скорость нагрева, °С/мин - начальная температура - конечная температура Расход газа-носителя (гелий), $см^3$/мин	 220—300 10—30 (40—90) — 1 мин (225—250) — 5 мин 1—1,5
Примечание — Расходы вспомогательных газов (воздух, водород, поддув газа-носителя) задают в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации хроматографа для соответствующих детекторов.		

7.2.4 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого (без ввода пробы) сигнала с периодом не более 20 с.

Значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала Δ'_x ПИД, ПФД, ТИД, ФИД [в амперах (А)] и ДТП и ДТХ [в вольтах (В)] определяют по формуле

$$\Delta'_x = \frac{\Delta_x}{K_{пр}}, \quad (1)$$

где Δ_x — максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала в вольтах с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора. Колебания, имеющие характер одиночных импульсов длительностью не более 1 с, не учитывают;

$K_{пр}$ — коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала в соответствии с НД на хроматограф.

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала Δ'_x ЭЗД [в амперах (А)] определяют по формуле

$$\Delta'_x = \frac{\Delta_x K_{пр}}{U_{вых}}, \quad (2)$$

где $U_{вых}$ — выходной сигнал усилителя, В.

Полученные значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов не должны превышать значений, указанных в НД на хроматограф.

7.2.5 За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение уровня нулевого сигнала в течение 1 ч.

Дрейф нулевого сигнала Δ'_y определяют следующим образом.

В течение 1 ч регистрируют хроматограмму без ввода пробы.

Значение дрейфа нулевого сигнала ПИД, ПФД, ТИД, ФИД [в амперах в час (А/ч)] и ДТП и ДТХ [в вольтах в час (В/ч)] определяют по формуле

$$\Delta'_y = \frac{\Delta_y}{K_{пр}}, \quad (3)$$

где Δ_y — смещение уровня нулевого сигнала, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора, В.

Значение дрейфа нулевого сигнала ЭЗД [в амперах в час (А/ч)] определяют по формуле

$$\Delta'_y = \frac{\Delta_y K_{пр}}{U_{вых}}. \quad (4)$$

Полученные значения дрейфа нулевого сигнала детекторов не должны превышать значений, указанных в паспорте на хроматограф.

7.2.6 Для определения предела детектирования вводят в хроматограф пять или более раз соответствующий проверяемому детектору контрольный образец (таблица 5). Раствор объемом $(1—3) \cdot 10^{-3}$ см^3 вводят с помощью дозатора автоматического жидкостного шприца или микрошприца, газовую смесь 0,1—2 см^3 — газовым краном-дозатором или газовым автоматическим дозатором.

Режимы поверки и газ-носитель — в соответствии с таблицей 4.

Таблица 5 — Контрольные образцы

Детектор	Массовая концентрация (объемная доля) контрольного вещества	Колонка, сорбент (рекомендуемые)
ПИД, ДТП	Гептан в октане, 0,5—1,0 мг/см^3	Хроматон N-AW-DMCS SE-30
	Пропан в азоте (гелии), 0,18 %—3,3 %	Оксид алюминия АОА-1
ДТХ	Водород в азоте 0,6 %—1,0 %	Молекулярные сита СаА (5 А)
ФИД	Бензол в октане, 0,1 мг/см^3	Хроматон N-AW-DMCS SE-30
ЭЗД	Линдан в гексане, $(4,0—5,0) \cdot 10^{-5}$ мг/см^3	Хроматон N-AW-DMCS SE-30
ТИД, ПФД	Паратион-метил (метафос) в гексане, $1,0 \cdot 10^{-2}$ мг/см^3	Хроматон N-AW-DMCS SE-30
МСД	Гексахлорбензол в изооктане, $1 \cdot 10^{-2}$ мг/см^3	Капиллярная колонка типа RTX 5MS (15 м × 0,25 мм × 0,25 мкм) или HP-5 (5 % фенил)-метил-силикон (30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм)

Предел детектирования детекторов C_{min}, г/с (кроме ДТП, ДТХ), рассчитывают по формуле

$$C_{min} = \frac{2\Delta_s G}{\overline{S}}, \quad (5)$$

для ДТП и ДТХ, г/см^3, — по формуле

$$C_{min} = \frac{2\Delta_s G}{\overline{S} V_{гн}}, \quad (6)$$

где G — масса контрольного вещества, г;

$\overline{S}$ — среднее арифметическое значение площади пика, В · с;

$V_{гн}$ — расход газа-носителя, см^3/с.

Массу контрольного вещества при использовании раствора $G_ж$ определяют по формуле

$$G_ж = V_ж C_н K, \quad (7)$$

где $V_ж$ — объем раствора, см^3;

$C_н$ — концентрация контрольного вещества, г/см^3;

K — коэффициент, учитывающий содержание фосфора и серы в паратион-метиле (метафосе), равный 0,12.

В остальных случаях коэффициент принимают равным единице.

При использовании газовой пробы массу контрольного вещества $G_г$ определяют по формуле

$$G_г = V_г \frac{0,01 p M C_г}{R(t + 273)}, \quad (8)$$

где $V_г$ — объем газовой пробы, см^3;

p — атмосферное давление, Па;

M — молярная масса. Для пропана M = 44 г/моль,

для водорода M = 2 г/моль;

$C_г$ — объемная доля контрольного вещества в газовой смеси, %;

R — газовая постоянная, $R = 8,3 \cdot 10^6$ Па · см^3/(моль · К);

t — температура окружающей среды, °С.

Полученные значения предела детектирования должны быть не более указанных в руководстве по эксплуатации (или паспорте) хроматографа.

7.2.7 При опробовании хроматографов с масс-спектрометрическим детектором в режиме ионизации электронным ударом определяют отношение сигнал/шум по масс-спектрограмме на молекулярном пике M/Z 284. В хроматограф вводят 1 мм^3 контрольного образца по таблице 5 не менее пяти раз. С

использованием системы обработки данных находят значение отношения сигнал/шум, которое должно быть не менее указанного в НД на хроматограф.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) выходного сигнала определяют при условиях, указанных в таблицах 4 и 5, одновременно допускается выполнять определение предела детектирования.

Относительное СКО выходного сигнала определяют для всех нормируемых информативных параметров выходного сигнала: времени удерживания t, высоты h или площади пика S.

В хроматограф вводят пробу 5—10 раз. Определяют значения выходного сигнала (h_i, t_i, S_i), находят их средние арифметические значения ($\overline{h}, \overline{t}, \overline{S}$).

Значения относительного СКО σ_t, σ_h, σ_S, %, определяют по формулам:

$$\sigma_t = \frac{100}{\overline{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (t_i - \overline{t})^2}{n-1}}, \tag{9}$$

$$\sigma_h = \frac{100}{\overline{h}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (h_i - \overline{h})^2}{n-1}}, \tag{10}$$

$$\sigma_S = \frac{100}{\overline{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (S_i - \overline{S})^2}{n-1}}, \tag{11}$$

где n — число результатов измерений, полученное после исключения выбросов (по ГОСТ Р ИСО 5725-2).

Полученные значения относительного СКО должны быть не более указанных в руководстве по эксплуатации (или паспорте) хроматографа.

7.3.2 Относительное изменение параметров выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы определяют следующим образом.

Проводят операции по 7.3.1 и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала — $\overline{X}(\overline{h}, \overline{t}, \overline{S})$. Через 48 ч непрерывной работы (для хроматографов с МСД — через 8 ч) снова проводят измерения по 7.3.1 и определяют средние арифметические значения параметров $\overline{X}_t(\overline{h}_t, \overline{t}_t, \overline{S}_t)$.

Относительное изменение параметров выходного сигнала (высоты или площади пика и времени удерживания) δ_t, %, за 48 ч непрерывной работы определяют по формуле

$$\delta_t = \frac{\overline{X}_t - \overline{X}}{\overline{X}} 100. \tag{12}$$

Полученные значения изменения параметров выходного сигнала δ_t должны быть не более указанных в руководстве по эксплуатации (паспорте) на хроматограф.

7.3.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающие требованиям ГОСТ Р 8.563, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с нормативами контроля, установленными в НД на методики измерений [4].

8 Оформление результатов поверки

8.1 При оформлении результатов поверки в виде протокола руководствуются приложением Б.

8.2 Если хроматограф по результатам поверки признают пригодным к применению, то на него или техническую документацию наносят поверительное клеймо и выдают свидетельство о поверке по форме, приведенной в правилах [5].

8.3 Если по результатам поверки хроматограф признают непригодным к применению, поверительное клеймо гасят, свидетельство о поверке аннулируют, выписывают извещение о непригодности по форме, приведенной в правилах [5], или вносят соответствующую запись в техническую документацию.

Приложение А
(рекомендуемое)

Инструкция по приготовлению контрольных смесей

Настоящая инструкция устанавливает методику приготовления контрольных смесей (растворов), предназначенных для контроля метрологических характеристик хроматографа.

Диапазон содержания контрольного вещества — от $5 \cdot 10^{-5}$ до 10 мг/см^3. Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации контрольного компонента не превышает 10 %.

Средства измерений, материалы и реактивы приведены в разделе 5.

А.1 Процедура приготовления растворов

А.1.1 Растворы массовой концентрацией от 1 до 10 мг/см^3 приготавливают объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного вещества C_i, мг/см^3, определяют по формуле

$$C_i = \frac{m_i}{V}, \quad (A.1)$$

где m_i — масса контрольного вещества, мг;

V — объем приготовленного раствора, см^3.

А.1.2 Исходные вещества, используемые для приготовления раствора, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

А.1.3 Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов не должна изменяться более чем на 4 °С.

А.1.4 Определяют массу m_1 мерной колбы вместимостью 100 см^3. Результат взвешивания записывают до первого десятичного знака.

А.1.5 В мерную колбу вносят от 100 до 1000 мг контрольного вещества и вновь взвешивают колбу m_2.

А.1.6 Вычисляют массу контрольного вещества m, мг, по формуле

$$m = m_2 - m_1. \quad (A.2)$$

А.1.7 В колбу с контрольным веществом вводят от 20 до 25 см^3 растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до 100 см^3. Тщательно перемешивают раствор.

А.1.8 Рассчитывают массовую концентрацию контрольного вещества по А.1.1.

А.1.9 Растворы с содержанием контрольного вещества от $5 \cdot 10^{-5}$ до 1 мг/см^3 приготавливают объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов. Массовую концентрацию контрольного вещества рассчитывают по формулам:

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

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

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

где n — номер ступени разбавления исходного контрольного раствора концентрацией C_0;

V_1, V_2, V_n — аликвотная доля раствора массовой концентрацией C_0, C_1, C_{n-1}, соответственно, мг/см^3.

А.1.10 Перед каждым разбавлением рассчитывают значение аликвотной доли раствора V_1, V_2, V_n исходя из заданного значения концентрации контрольного вещества C_0, C_1, C_{n-1} и концентрации разбавляемого раствора.

А.1.11 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до 100 см^3 и тщательно перемешивают.

А.2 Хранение контрольных растворов

Контрольные растворы хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре от 4 °С до 8 °С.

Срок хранения исходного раствора — от 3 до 5 дней, смеси меньших концентраций хранению не подлежат.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол № _____
поверки хроматографа, принадлежащего

_____
наименование организации

Тип хроматографа _____ Заводской номер _____

Детектор _____

Изготовитель _____ Год изготовления _____

Порядковый номер по системе нумерации изготовителя _____

Наименование и номер блока _____

_____

Условия поверки:
- температура окружающей среды _____ К (°С);
- атмосферное давление _____ кПа;
- относительная влажность воздуха _____ %;
- напряжение питания _____ В.

Таблица Б.1 — Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Значение уровня шумов		Значение дрейфа	
	по ТУ	действительное	по ТУ	действительное

Таблица Б.2 — Определение предела детектирования

Детектор	Среднее значение выходного сигнала	Значение предела детектирования	
		по ТУ	действительное

Таблица Б.3 — Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Детектор	Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Среднее квадратическое отклонение выходного сигнала		
	t_i	h_i	S_i	$\bar{t}$	$\bar{h}$	$\bar{S}$	σ_t	σ_h	σ_S

Таблица Б.4 — Определение изменения выходных сигналов за 48 ч непрерывной работы (для МСД за 8 ч)

Детектор	Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Значение по ТУ			Действительное значение		
	t_{ti}	h_{ti}	S_{ti}	$\bar{t}_t$	$\bar{h}_t$	$\bar{S}_t$	$\delta_{t\,t}$	$\delta_{t\,h}$	$\delta_{t\,S}$	$\delta_{t\,t}$	$\delta_{t\,h}$	$\delta_{t\,S}$

Таблица Б.5 — Определение показателя точности результатов измерений

Показатель точности	Результат контрольной процедуры	Норматив контроля по НД на методику измерений

Особые отметки (контрольные образцы, режимы, колонки и др.) _____

_____

Приложение (хроматограммы, полученные при поверке) _____

_____

Заключение по результатам поверки _____

_____

_____

Выдано свидетельство (извещение о непригодности) № _____ от _____ 20 ____ г.

Поверку проводил _____ _____

подпись инициалы, фамилия

«_____» _____ 20 _____ г.

Библиография

[1]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 43—2001	Государственная система обеспечения единства измерений. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений»
[2]	Рекомендации по метрологии МИ 1317—2004	Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты измерений и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров
[3]	ПОТ Р М-016—2001 РД 153-34.0-03.150-00	Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок (ред. от 18.02.2003 г.) (утверждены Постановлением Минтруда РФ от 05.01.2001 г. № 3, Приказом Минэнерго РФ от 27.12.2000 г. № 163)
[4]	Рекомендации по метрологии МИ 2531—99	Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации
[5]	Правила по метрологии ПР 50.2.006—94	Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений

УДК 543.54+53.089.6:006.354 ОКС 17.020 17.180.30 Т88.5

Ключевые слова: хроматографы, методика поверки, дрейф нулевого сигнала, флуктуационный шум, детектор

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.09.2011. Подписано в печать 08.11.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 141 экз. Зак. 1058.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru