ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.771— 2011

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ГАЗОВЫЕ ПРОМЫШЛЕННЫЕ

Методика поверки

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН 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 13 декабря 2011 г. № 1104-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2013, 2019

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 3
5 Средства поверки 3
6 Условия поверки и подготовка к ней 4
7 Проведение поверки 5
7.1 Внешний осмотр 5
7.2 Опробование 5
7.3 Определение метрологических характеристик 7
8 Оформление результатов поверки 8
Приложение А (обязательное) Инструкция по приготовлению контрольных растворов 9
Приложение Б (рекомендуемое) Форма протокола поверки 10
Библиография 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ГАЗОВЫЕ ПРОМЫШЛЕННЫЕ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements. Analytical gas industrial chromatographs. Verification method

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на аналитические газовые промышленные хроматографы (далее — хроматографы), соответствующие требованиям ГОСТ 26703, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 8136 Оксид алюминия активный. Технические условия

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

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

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

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

ГОСТ 29252 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ Р 30852.16 (МЭК 60079-17—96) Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 17. Проверка и техническое обслуживание электроустановок во взрывоопасных зонах (кроме подземных выработок)

ГОСТ 34100.1/ISO/IEC Guide 98-1:2009 Неопределенность измерения. Часть 1. Введение в руководства по выражению неопределенности измерения

ГОСТ 34100.3/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

ГОСТ 34100.3.1/ISO/IEC Guide 98-3/Suppl 1:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. Дополнение 1. Трансформирование распределений с использованием метода Монте-Карло

Издание официальное

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

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

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

ГОСТ Р ИСО 5725-3 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-5 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

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

3.1.2 **контрольная смесь:** Государственный стандартный образец — поверочная газовая смесь или раствор, приготовленный по приложению А к настоящему стандарту или к методике поверки хроматографа конкретного типа, содержащий контрольное вещество и предназначенный для контроля метрологических характеристик.

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

Примечание — Характеристики точности указывают:
- неопределенность — в соответствии с ГОСТ 3400.1, ГОСТ 3400.3, ГОСТ 34100.3.1;
- приписанную характеристику погрешности — по рекомендациям [1];
- показатели правильности и прецизионности — по ГОСТ Р ИСО 5725-1 — ГОСТ Р ИСО 5725-6.

3.2 В настоящем стандарте использованы следующие сокращения:

ГСО — государственный стандартный образец;

ДТП — детектор по теплопроводности;

МИ — методика измерений;

МСД — масс-селективный детектор;

НД — нормативные документы;

ПГС — поверочная газовая смесь;

ПИД — пламенно-ионизационный детектор;

ПФД — пламенно-фотометрический детектор.

4 Операции поверки

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

Таблица 1 — Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела, пункта настоящего стандарта	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	Да	Да	Да
Опробование:	7.2			
- определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала;	7.2.4	Да	Да	Да[1)]
- определение дрейфа нулевого сигнала;	7.2.5	Да	Да	Да[1)]
- определение предела детектирования	7.2.6	Да	Да	Да[1)]
Определение метрологических характеристик:	7.3			
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	7.3.1	Да	Да	Да[1)]
- определение относительного изменения параметров выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы хроматографа;	7.3.2	Нет	Да	Да[1)]
- определение показателей точности результатов измерений	7.3.3	Нет	Нет	Да[2)]

[1)] При отсутствии НД на МИ, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563.
[2)] При наличии НД на МИ.

5 Средства поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки (средства измерений, стандартные образцы состава веществ и реактивы), указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Средства поверки

Наименование	Технические и метрологические характеристики
Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228	Высокий класс точности, предел взвешивания 200 г
ГСО 3961—87 состава газовой смеси пропан — азот	Объемная доля пропана 0,2 %
ГСО 3971—87 состава газовой смеси пропан — гелий	Объемная доля пропана 0,12 %
ГСО 4281—88 состава газовой смеси сероводород — азот	Объемная доля сероводорода 0,05 %
ГСО 7612—99 состава газовой смеси водород — аргон	Объемная доля водорода 0,02 %
ГСО 7888—01 состава паратион-метила (метафоса) чистого вещества	Массовая доля основного вещества не менее 99,40 %
ГСО 2828—83 состава гептана	Массовая доля основного вещества не менее 99,85 %
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	Технические и метрологические характеристики
Барометр-анероид БАММ-1	Диапазон от 80 до 110 кПа
Психрометр аспирационный МВ-4М	Диапазон относительной влажности от 10 % до 100 %
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 29252	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	
Гелий газообразный, марка А по [2]	Объемная доля основного вещества не менее 99,99 %
Аргон газообразный, высший сорт по ГОСТ 10157	Объемная доля основного вещества не менее 99,973 %
Водород технический, марка А по ГОСТ 3022	Объемная доля основного вещества не менее 99,99 %
Воздух, класс загрязненности I по ГОСТ 17433	
Оксид алюминия активный, марка АОА-1 по ГОСТ 8136	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 %-Phenyl-methylsiloxane)	30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм

5.3 Допускается использовать другие средства поверки, метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных в настоящем стандарте.

5.4 При наличии нормативной документации на МИ по ГОСТ Р 8.563 колонки, используемые при поверке, должны соответствовать требованиям, указанным в соответствующем разделе МИ.

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 (при наличии НД на МИ);
- 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] и ГОСТ 30852.16.

6.3.2 При поверке должны быть соблюдены требования правил [4], а также требования безопасности и санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.007.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При внешнем осмотре устанавливают:
- 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 с помощью программного обеспечения хроматографа уровень шумов и дрейф нулевого сигнала, предел детектирования.

7.2.2 При проверке ДТП используют газ-носитель гелий, при проверке других детекторов — гелий или азот. При проверке уровня шумов допускается задавать фильтрацию —1 Гц.

7.2.3 Типичные значения режимных параметров хроматографа приведены в таблице 4.

Таблица 4

Детектор	Наименование параметра	Значение параметра
ПИД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя	 60 ± 20 160 ± 10 150 ± 10
ДТП	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя	 60 ± 20 180 ± 20 160 ± 20
ПФД	Температура термостатов, °С: - колонок - детектора - испарителя	 200 ± 20 200 ± 20 250 ± 20
Примечание — Расход газа-носителя и вспомогательных газов (воздух, водород, поддув газа-носителя) задают в соответствии с указаниями НД на хроматограф 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 [в амперах (А)] и детектора ДТП [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 (В) 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, В/А (для ПИД и ПФД), В/В (для ДТП).

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 [в амперах в час (А/ч)] и ДТП [в вольтах в час (В/ч)] определяют по формуле

$$\Delta'_y = \frac{\Delta_y}{K_{\text{пр}}}, \tag{2}$$

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

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

7.2.6 Для определения предела детектирования вводят в хроматограф пять или более раз соответствующий проверяемому детектору контрольный раствор от см. таблицу 5). Объем вводимой жидкой пробы составляет от 0,1 до 5 мкл, объем газовой пробы — от 0,125 до 2,0 мл.

Определение предела детектирования допускается совмещать с определением относительного среднего квадратического отклонения (СКО).

Таблица 5

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
ДТП (для газа — носителя гелия) (для газа — носителя аргона)	Пропан в азоте, гелии, 0,18 % — 3,3 % Водород в азоте, аргоне, 0,01 % — 1 %	Оксид алюминия АОА-1
ПФД	Паратионметил (метафос) в гексане, $1{,}0 \cdot 10^{-2}$ мг/см^3 Сероводород в азоте, 0,002 % — 0,005 %	Хроматон N-AW-DMCS SE-30 Оксид алюминия АОА-1

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

$$C_{\text{min}} = \frac{2\Delta_x G}{\bar{S}}, \tag{3}$$

для ДТП, г/см^3, — по формуле

$$C_{\text{min}} = \frac{2\Delta_x G}{\bar{S} V_{\text{гн}}}, \tag{4}$$

где G — масса контрольного вещества, г;

S — среднее арифметическое значение площади пика, В · с;

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

Массу контрольного вещества при использовании раствора $G_{\text{ж}}$, г, определяют по формуле

$$G_{\text{ж}} = V_{\text{ж}} C_{\text{н}} K, \tag{5}$$

где $V_{\text{ж}}$ — объем раствора, см^3;

$C_{\text{н}}$ — массовая концентрация контрольного вещества, г/ см^3;

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

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

$$G_г = V_г \frac{0{,}01PMC_г}{R(t+273)}, \quad (6)$$

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

P — атмосферное давление, Па;

M — молярная масса, г/моль:

- 44 (для пропана),
- 2 (для водорода),
- 34 (для сероводорода);

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

R — газовая постоянная, $R = 8{,}3 \cdot 10^6 \frac{\text{Па} \cdot \text{см}^3}{(\text{моль} \cdot \text{К})}$;

t — температура окружающей среды, °С.

Полученные значения предела детектирования должны быть не более указанных в НД на хроматограф.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Относительное СКО выходного сигнала определяют при условиях, указанных в таблицах 4, 5. Проверку допускается совмещать с определением предела детектирования.

Относительное СКО выходного сигнала определяют для всех нормируемых информативных параметров выходного сигнала: времени удерживания t, высоты h, 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 (h, t, S).

Значения относительного СКО δ_t, δ_h, δ_S, %, определяют по формулам

$$\sigma_t = \frac{100}{t}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(t_i - t)^2}{n-1}}, \quad (7)$$

$$\sigma_h = \frac{100}{h}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(h_i - h)^2}{n-1}}, \quad (8)$$

$$\sigma_S = \frac{100}{S}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(S_i - S)^2}{n-1}}, \quad (9)$$

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

Полученные значения относительного СКО должны быть не более указанных в НД на хроматограф.

7.3.2 Определение относительного изменения параметров выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы выполняют следующим образом.

Проводят операции по 7.3.1 и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала — X (h, t, 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 X_t (h_t, t_t, S_t).

Относительное изменение параметров выходного сигнала δ_t, %, за 48 ч непрерывной работы определяют по формуле

$$\delta_t = \frac{X_t - X}{X} \cdot 100. \quad (10)$$

Полученные значения изменения параметров выходного сигнала δ_t должны быть не более указанных в НД на хроматограф.

7.3.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, установленными в рекомендациях [5].

8 Оформление результатов поверки

8.1 По результатам поверки заполняют протокол, форма которого приведена в приложении Б.

8.2 Хроматографы, удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, признают годными.

8.3 Положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке установленной формы по правилам [6].

8.4 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящего стандарта, к дальнейшей эксплуатации не допускают и на них выдают извещение о непригодности по правилам [6].

Приложение А
(обязательное)

Инструкция по приготовлению контрольных растворов

Настоящая инструкция устанавливает методику приготовления контрольных растворов, предназначенных для проверки 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 определяют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \qquad (А.1)$$

где m — 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 с точностью 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

$$m = m_2 — m_1. \qquad (А.2)$$

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 C_n рассчитывают по формуле

$$C_n = \frac{C_{n-1} V_{n-1}}{100}, \qquad (А.3)$$

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

V_{n-1} — аликвотная доля раствора с массовой концентрацией C_{n-1}, мг/см^3.

А.1.10 Перед каждым разбавлением рассчитывают значение аликвотной доли раствора V_{n-1}, исходя из заданного значения концентрации контрольного вещества C_n и концентрации разбавляемого раствора C_{n-1}.

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 сут, 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 номера блоков _____

_____

Условия поверки:

- температура окружающего воздуха _____ К (°С)
- атмосферное давление _____ кПа
- относительная влажность _____ %
- напряжение питания _____ В

1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Значение уровня шумов		Значение дрейфа	
	по НД	действительное	по НД	действительное

2 Определение предела детектирования

Детектор	Среднее значение выходного сигнала	Значение предела детектирования	
		по НД	действительное

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	t	h	S	σ_t	σ_h	σ_S

4 Определение изменения выходных сигналов за 48 ч непрерывной работы

Детектор	Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Значение по НД			Действительное значение		
	t_{ti}	h_{ti}	S_{ti}	t_t	h_t	S_t	$\delta_{t,t}$	$\delta_{t,h}$	$\delta_{t,S}$	$\delta_{t,t}$	$\delta_{t,h}$	$\delta_{t,S}$

5 Определение показателя точности результатов измерений

Показатель точности	Результат контрольной процедуры	Норматив контроля по НД на МИ

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

_____

7 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] 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

[2] Технические условия ТУ 0271-135—31323949—2005 — Гелий газообразный (сжатый) очищенный

[3] ПБ 09-540—03 — Общие правила взрывобезопасности для взрывопожароопасных химических, нефтехимических и нефтеперерабатывающих производств (утверждены постановлением Госгортехнадзора России от 05.05.2003 г. № 29)

[4] 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)

[5] МИ 2531—99 — Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации

[6] «Порядок проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденный приказом Минпромторга России от 2 июля 2015 г. № 1815

УДК 543.54+53.089.6:006.354 ОКС 17.020 Т88.5

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

Редактор *Е.В. Яковлева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.03.2019. Подписано в печать 05.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,25.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru