ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.772— 2011

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ЖИДКОСТНЫЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ

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. № 1105-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, 2014, 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 2
5 Средства поверки 3
6 Условия поверки и подготовка к ней 4
7 Проведение поверки 4
7.1 Внешний осмотр 4
7.2 Опробование 4
7.3 Определение метрологических характеристик 6
8 Оформление результатов поверки 7
Приложение А (обязательное) Инструкция по приготовлению контрольных растворов 8
Приложение Б (рекомендуемое) Форма протокола поверки 9
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ЖИДКОСТНЫЕ ЛАБОРАТОРНЫЕ

Методика поверки

State system for ensuring the uniformity of measurements.
Analytical liquid laboratory chromatographs. The method of verification

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на аналитические жидкостные лабораторные хроматографы (далее — хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Стандарт не распространяется на микроколоночные жидкостные хроматографы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

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

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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

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

Издание официальное

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

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, по которому нормируют и контролируют метрологические характеристики хроматографов.

3.1.2 **контрольная смесь:** Раствор, приготовленный по приложению А к настоящему стандарту или к методике поверки хроматографа конкретного типа, содержащий контрольное вещество и предназначенный для проверки метрологических характеристик.

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

Примечания

1 К показателям точности результатов измерений относят: неопределенность, характеристики погрешности, показатели правильности и прецизионности.

2 Неопределенность указывают в соответствии с ГОСТ 34100.1, ГОСТ 34100.3, ГОСТ 34100.3.1, 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:

СФД — спектрофотометрический детектор;

ДДМ — диодно-матричный детектор;

ФД — флуориметрический детектор;

РД — рефрактометрический детектор;

КД — кондуктометрический детектор;

ГСО — государственный стандартный образец;

НД — нормативная документация;

МИ — методика измерений;

МСО — межгосударственный стандартный образец;

ФС — фармакопейная статья;

РЭ — Руководство по эксплуатации.

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 и из ремонта	при периодической поверке
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Опробование: - определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала - определение дрейфа нулевого сигнала - определение предела детектирования	7.2 7.2.2 7.2.3 7.2.4	 Да Да Да	 Да[1)] Да[1)] Да[1)]
Определение метрологических характеристик: - определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала - определение относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы хроматографа - определение показателей точности результатов измерений	7.3 7.3.1 7.3.2 7.3.3	 Да Да Нет	 Да[1)] Да[1)] 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, материалы и реактивы), указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Средства поверки

Наименование	Технические и метрологические характеристики
ГСО 8749—2006 состава антрацена в ацетонитриле	Массовая концентрация антрацена 0,200 мг/см^3, границы относительной погрешности ±2 % (P = 0,95)
ГСО 7258—96 состава водного раствора нитрат-ионов	Массовая концентрация нитрат-ионов 1 мг/см^3, границы относительной погрешности ±1 % (P = 0,95)
ГСО 7813—2000 состава раствора хлорид-ионов	Массовая концентрация хлорид-иона в воде 10 мг/см^3, границы относительной погрешности ±1 % (P = 0,95)
ГСО 8062—94 состава водного раствора натрий-ионов	Массовая концентрация натрий-ионов 1,0 мг/см^3, относительная погрешность ±1 % (P = 0,95)
ГСО 7346—96 состава фенола в этаноле	Массовая концентрация фенола 1 г/дм^3, границы относительной погрешности ±1 % (P = 0,95)
МСО 0389:2002 состава водного раствора глюкозы	Молярная концентрация 10,00 ммоль/дм^3, границы относительной погрешности ±1 % (P = 0,95)
Кофеин фармакопейный по ФС 42-0248-07	Содержание основного вещества не менее 98 %
Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228	Наибольший предел взвешивания 200 г
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

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
Вода дистиллированая по ГОСТ 6709	
Ацетонитрил для жидкостной хроматографии[1)]	
Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная) по ГОСТ Р 52501	
Колонки с обращенной фазой С18 (ODS)	Зернение сорбента не более 10 мкм
Колонки анионообменные и катионообменные	Зернение сорбента не более 10 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 соблюдают 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^{+22}_{-33}) 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 выполняют следующие подготовительные работы:

- приготовление контрольных растворов (инструкция по приготовлению контрольных растворов приведена в приложении А);
- подготовку колонок в соответствии с эксплуатационной документацией (при наличии НД на МИ);
- проверку герметичности системы подачи жидкости в соответствии с НД на хроматограф.

6.3 Требования безопасности — при проведении поверки соблюдают требования безопасности, изложенные в НД на хроматограф.

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа и номеров блоков паспортным данным;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

7.2 Опробование

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.

[1)] См. [2].

7.2.1 При проверке используют элюент, указанный в НД на хроматограф. Проверку уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала проводят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр, который создает необходимое для проведения измерений противодавление. Допускается устанавливать колонку, если при использовании капилляра не удается создать необходимое противодавление.

7.2.2 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с.

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

7.2.3 За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение уровня нулевого сигнала в течение 1 ч при регистрации хроматограммы без ввода пробы. Допускается регистрировать нулевой сигнал в течение 30 мин с последующей экстраполяцией до 1 ч.

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

7.2.4 Определение предела детектирования и метрологических характеристик выполняют на хроматографе, укомплектованном соответствующим детектором и аналитической колонкой. Устанавливают температуру термостата (при его наличии) колонки 35 °С. В электролитическом подавителе фоновой электропроводности (при его наличии) устанавливают ток в соответствии с РЭ хроматографа. Подавительную колонку подсоединяют в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

Предел детектирования определяют с использованием контрольных веществ и при соблюдении условий, указанных в таблице 4.

Для определения предела детектирования вводят в хроматограф шесть или более раз соответствующий проверяемому детектору контрольный образец (таблица 4). Раствор вводят с помощью микрошприца или автосамплера.

Рекомендуемые значения массовой концентрации контрольного вещества, режимы поверки, элюент указаны в таблице 4.

Таблица 4

Детектор	Контрольный раствор	Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм^3	Объем вводимой пробы[1], мм^3	Элюент[2]	Скорость потока элюента[3], см^3/мин
СФД и ДДМ	Кофеин в воде	10	10	Ацетонитрил:вода 2:8 (для колонки с обращенной фазой)	1
				н-Гептан (для колонки с нормальной фазой)	
	Фенол в этаноле	500	20	Ацетонитрил:водный раствор ортофосфорной кислоты (объемная доля 0,5 %) 35:65	
	Антрацен в ацетонитриле	10	10	Ацетонитрил:вода 4:1	
ФД	Антрацен в ацетонитриле	1	5	Ацетонитрил:вода 4:1	1
РД	Глюкоза в воде	180	20	Дистиллированная вода	1
КД	Раствор нитрат-ионов в воде (для определения анионов)	10	20	NaOH (12 ммоль) в деионизованной воде	1
	Раствор хлорид-ионов в воде (для определения анионов)			$NaHCO_3$ (1,7 ммоль)/Na_2CO_3 (1,8 ммоль в деионизованной воде)	

Окончание таблицы 4

Детектор	Контрольный раствор	Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм^3	Объем вводимой пробы[1], мм^3	Элюент[2]	Скорость потока элюента[3], см^3/мин
КД	Раствор натрий-ионов в воде (для определения катионов)	10	20	Деионизованная вода (при наличии генератора элюента) или водный раствор азотной кислоты с молярной концентрацией 4 ммоль/дм^3	1

[1] В том случае, если используют другой объем вводимой пробы (например, установлена петля другой вместимости), допускается соответствующим образом изменить концентрацию контрольного раствора.

[2] Допускается использовать другой элюент при условии, что значение фактора удерживания (k') будет не менее 2.

$k' = (t_R - t_0)/t_0$, где t_R — время удерживания анализируемого компонента;

t_0 — время элюирования неудерживаемого компонента (мертвое время).

[3] Допускается использовать иную скорость потока, в случае если конфигурация системы (применяемые колонки, подавитель и т. п.) не рассчитана на работу с потоком 1 см^3/мин.

Предел детектирования $C_{мин}$, г/см^3, рассчитывают по формуле

$$C_{мин} = \frac{2\Delta x G \cdot 10^{-9}}{\bar{h}\mu_{0,5}V} \quad \text{или} \quad C_{мин} = \frac{2\Delta x G \cdot 10^{-9} \cdot 60}{\bar{S}V}, \tag{1}$$

где G — количество контрольного вещества, мг;

$$G = C\, v_{доз}, \tag{2}$$

где C — массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм^3;

$v_{доз}$ — объем введенной пробы контрольного вещества, мм^3;

V — скорость потока элюента, см^3/мин;

$\mu_{0,5}$ — ширина пика на половине высоты, мин;

Δx — уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, измеряют после выхода стабилизации режима работы хроматографа;

$\bar{h}$ — среднее арифметическое значение высоты пика контрольного вещества;

$\bar{S}$ — среднее арифметическое значение площади пика контрольного вещества.

Примечания

1 Δx, h измеряют в единицах, указанных в НД на хроматограф: в мВ, мм или единицах счета.

2 S измеряют в единицах, указанных в НД на хроматограф: в·мВ · с, мм · с или единицах счета · с.

Полученные значения предела детектирования не должны превышать значений, указанных в НД на хроматограф.

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Относительное СКО выходного сигнала определяют при условиях, указанных в таблице 4. Проверку допускается совмещать с определением 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 6—10 раз. Определяют значения параметров выходного сигнала: (h_i, t_i, S_i), находят их средние арифметические значения ($\bar{h}$, $\bar{t}$, $\bar{S}$).

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

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \tag{3}$$

$$\sigma_h = \frac{100}{\bar{h}}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

$$\sigma_S = \frac{100}{\bar{S}}\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

где n — число наблюдений, полученное после исключения анормальных результатов наблюдений.

Полученные значения относительного СКО не должны превышать значений, указанных в НД на хроматограф.

7.3.2 Определение относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы выполняют следующим образом.

Проводят операции по 7.3.1 и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала $\bar{X}(\bar{h}, \bar{t}, \bar{S})$. Через 8 ч непрерывной работы снова проводят измерения по 7.3.1 и определяют средние арифметические значения параметров $\bar{X}_t$ $(\bar{h}, \bar{t}, \bar{S})$.

Относительное изменение параметров выходного сигнала (высоты или площади пика и времени удерживания) δ_t, %, за 8 ч непрерывной работы определяют по формуле

$$\delta_t = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}}{\bar{X}} 100. \quad (6)$$

Полученные значения δ_t не должны превышать значений, указанных в НД на хроматограф.

7.3.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающие требованиям ГОСТ Р 8.563, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в рекомендациях [3].

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 [4].

8.4 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускают и на них выдают извещение о непригодности по [4].

Приложение А
(обязательное)

Инструкция по приготовлению контрольных растворов

А.1 Настоящая инструкция устанавливает методику приготовления контрольных растворов, предназначенных для проверки метрологических характеристик хроматографа.

Диапазон массовой концентрации контрольного вещества — от 1 до 500 мг/дм^3. Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации контрольного компонента не превышает 10 %.

Средства измерений, материалы и реактивы приведены в разделе 5.

А.2 Процедура приготовления растворов

А.2.1 Приготовление растворов объемно-весовым методом

Массовую концентрацию исходного контрольного вещества C_0, мг/см^3, определяют по формуле

$$C_0 = \frac{m}{v}, \quad (А.1)$$

где m — масса контрольного вещества, мг;

v — объем приготовленного раствора, см^3.

А.2.2 Исходные вещества, используемые для приготовления раствора, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

А.2.3 Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов не должна изменяться более, чем на 4 °С.

А.2.4 Определяют массу m_1 в миллиграммах (мг) мерной колбы вместимостью v. Результат взвешивания записывают до первого десятичного знака.

А.2.5 В мерную колбу вносят необходимое количество контрольного вещества и вновь взвешивают колбу m_2.

А.2.6 Вычисляют массу контрольного вещества m в миллиграммах (мг):

$$m = m_2 - m_1. \quad (А.2)$$

А.2.7 В колбу с контрольным веществом вводят небольшое количество растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до метки используемой колбы. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

А.2.8 Рассчитывают массовую концентрацию контрольного вещества по формуле А.1.

А.2.9 Приготовление растворов объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов

Массовую концентрацию контрольного вещества $C_1, C_2, \ldots, C_n$ рассчитывают по формулам:

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

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

. . .

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

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

$V_1, V_2, \ldots, V_n$ — аликвотная доля раствора с массовой концентрацией $C_0, C_1, \ldots, C_{n-1}$ соответственно, см^3;

$V_к$ — вместимость мерной колбы, см^3.

А.2.10 Перед каждым разбавлением рассчитывают значение аликвотной доли раствора ($V_1, V_2, \ldots, V_n$), исходя из заданного значения массовой концентрации контрольного вещества ($C_0, C_1, \ldots, C_{n-1}$) и массовой концентрации разбавляемого раствора.

А.2.11 В мерную колбу вместимостью $V_к$ вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до метки используемой колбы и тщательно перемешивают.

А.3 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 составляет 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 параметров 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

4 Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы

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

5 Определение показателя точности результатов измерений

Показатель точности в соответствии с НД на МИ	Результат контрольной процедуры	Норматив контроля по НД на МИ

Заключение по результатам поверки _____

_____

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

Поверку проводил _____
подпись

«_____» _____ 20_____ г.

Библиография

[1] 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

[2] ТУ 6-09-14-2167—84 — Ацетонитрил Особо чистый

[3] 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

[4] «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
17.040.30

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

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 06.03.2019. Подписано в печать 09.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,70.
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