

---

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

## 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*

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



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

**П р и м е ч а н и е** — 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.

**П р и м е ч а н и е** — 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 — электрозахватный 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.

Т а б л и ц а 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 <sup>1)</sup>
- определение дрейфа нулевого сигнала	7.2.5	Да	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение предела детектирования	7.2.6	Да	Да	Да <sup>1)</sup>

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 <sup>1)</sup>
- определение относительного изменения выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы <sup>2)</sup> хроматографа	7.3.2	Нет	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений	7.3.3	Нет	Нет	Да <sup>3)</sup>
<sup>1)</sup> При отсутствии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563. <sup>2)</sup> Время непрерывной работы допускается уменьшать при соответствующем обосновании. <sup>3)</sup> 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.

Т а б л и ц а 2 — Средства поверки

Наименование	Техническая характеристика
Весы лабораторные по ГОСТ 53228	Высокий класс точности, максимальная нагрузка 200 г
Микрошприцы типа МШ-10М	Вместимость $10 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$
Микрошприцы типа «Газохром-101»	Вместимость $1 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$
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.

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 <sup>3</sup>
Колбы мерные по ГОСТ 1770	Класс точности 2, вместимость 25, 50, 100, 500 см <sup>3</sup>
Пипетки по ГОСТ 29227	Класс точности 2, вместимость 0,1; 1,0; 2,0; 10,0 см <sup>3</sup>
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 НР-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 ( $20 \pm 5$ ) °С;
- относительная влажность воздуха от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление, изменяющееся в процессе поверки не более чем на  $\pm 5$  кПа, от 84 до 106 кПа;
- напряжение переменного тока ( $220 \pm 5$ ) В;
- частота переменного тока ( $50 \pm 1$ ) 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.

Т а б л и ц а 4 — Значения параметров

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

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

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  $\Delta'_x$  ПИД, ПФД, ТИД, ФИД [в амперах (А)] и ДТП и ДТХ [в вольтах (В)] определяют по формуле

$$\Delta'_x = \frac{\Delta_x}{K_{\text{уп}}} \quad (1)$$

где  $\Delta_x$  — 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;

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

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

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

где  $U_{\text{вых}}$  — 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  $\Delta'_y$  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

$$\Delta'_y = \frac{\Delta_y}{K_{\text{уп}}} \quad (3)$$

где  $\Delta_y$  — 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

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

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  $(1—3) \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$  вводят с помощью дозатора автоматического жидкостного шприца или микрошприца, газовую смесь  $0,1—2 \text{ см}^3$  — газовым краном-дозатором или газовым автоматическим дозатором.

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

Т а б л и ц а 5 — Контрольные образцы

Детектор	Массовая концентрация (объемная доля) контрольного вещества	Колонка, сорбент (рекомендуемые)
ПИД, ДТП	Гептан в октане, $0,5—1,0 \text{ мг/см}^3$	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, $0,1 \text{ мг/см}^3$	Хроматон N-AW-DMCS SE-30
ЭЗД	Линдан в гексане, $(4,0—5,0) \cdot 10^{-5} \text{ мг/см}^3$	Хроматон N-AW-DMCS SE-30
ТИД, ПФД	Паратион-метил (метафос) в гексане, $1,0 \cdot 10^{-2} \text{ мг/см}^3$	Хроматон N-AW-DMCS SE-30
МСД	Гексахлорбензол в изооктане, $1 \cdot 10^{-2} \text{ мг/см}^3$	Капиллярная колонка типа RTX 5MS ( $15 \text{ м} \times 0,25 \text{ мм} \times 0,25 \text{ мкм}$ ) или HP-5 (5 % фенил)-метил-силикон ( $30 \text{ м} \times 0,25 \text{ мм} \times 0,25 \text{ мкм}$ )

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

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_p G}{S} \quad (5)$$

для ДТП и ДТХ, г/см<sup>3</sup>, — по формуле

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

где  $G$  — масса контрольного вещества, г;

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

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

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

$$G_x = V_x C_n K, \quad (7)$$

где  $V_x$  — объем раствора, см<sup>3</sup>;

$C_n$  — концентрация контрольного вещества, г/см<sup>3</sup>;

$K$  — 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  $G_r$  определяют по формуле

$$G_r = V_r \frac{0,01 p M C_r}{R(t + 273)} \quad (8)$$

где  $V_r$  — объем газовой пробы, см<sup>3</sup>;

$p$  — атмосферное давление, Па;

$M$  — молярная масса. Для пропана  $M = 44 \text{ г/моль}$ ,  
для водорода  $M = 2 \text{ г/моль}$ ;

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

$R$  — газовая постоянная,  $R = 8,3 \cdot 10^5 \text{ Па} \cdot \text{см}^3/(\text{моль} \cdot \text{К})$ ;

$t$  — температура окружающей среды, °С.

Полученные значения предела детектирования должны быть не более указанных в 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  $1 \text{ мм}^3$  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 ( $\bar{h}, \bar{t}, \bar{S}$ ).

Значения относительного СКО  $\sigma_t, \sigma_h, \sigma_s, \%$ , определяют по формулам:

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

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

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (11)$$

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 —  $\bar{X}(\bar{h}, \bar{t}, \bar{S})$ . 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  $\bar{X}_i(\bar{h}_i, \bar{t}_i, \bar{S}_i)$ .

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

$$\delta_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}} 100. \quad (12)$$

Полученные значения изменения параметров выходного сигнала  $\delta_i$  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  $10 \text{ мг/см}^3$ . 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  $10 \text{ мг/см}^3$  готовят объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного вещества  $C_p$ ,  $\text{мг/см}^3$ , определяют по формуле

$$C_p = \frac{m_1}{V}, \quad (\text{А.1})$$

где  $m_1$  — масса контрольного вещества, мг;

$V$  — объем приготовленного раствора,  $\text{см}^3$ .

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  $4 \text{ }^\circ\text{C}$ .

А.1.4 Определяют массу  $m_1$  мерной колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . 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

$$m = m_2 - m_1. \quad (\text{А.2})$$

А.1.7 В колбу с контрольным веществом вводят от 20 до  $25 \text{ см}^3$  растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до  $100 \text{ см}^3$ . 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  $1 \text{ мг/см}^3$  готовят объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов. Массовую концентрацию контрольного вещества рассчитывают по формулам:

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

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

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

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,  $\text{мг/см}^3$ .

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  $100 \text{ см}^3$  вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготовляемого раствора до  $100 \text{ см}^3$  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  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $8 \text{ }^\circ\text{C}$ .

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.

Т а б л и ц а Б.1 — Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

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

Т а б л и ц а Б.2 — Определение предела детектирования

Детектор	Среднее значение выходного сигнала	Значение предела детектирования	
		по ТУ	действительное

Т а б л и ц а Б.3 — Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Детектор	Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Среднее квадратическое отклонение выходного сигнала		
	$t_i$	$h_i$	$S_i$	$\bar{t}$	$\bar{h}$	$\bar{S}$	$\sigma_t$	$\sigma_h$	$\sigma_S$

Т а б л и ц а 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		
	$t_w$	$h_w$	$S_w$	$\bar{t}$	$\bar{h}$	$\bar{S}$	$\delta_{tT}$	$\delta_{hT}$	$\delta_{ST}$	$\delta_{tA}$	$\delta_{hA}$	$\delta_{SA}$

Т а б л и ц а 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<br>РМГ 43—2001 | Государственная система обеспечения единства измерений. Применение «Руководства по выражению неопределенности измерений»  |
| [2] Рекомендации по метрологии<br>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<br>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<br>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<br>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 $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.  
 Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 141 экз. Зак. 1058.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

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