

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»
(ФГБУ «ВНИИМС»)**

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ «ВНИИМС»

А.Е. Коломин

М.п.

« 14 »

08

2024 г.

**Государственная система обеспечения единства измерений
Хроматографы газовые Angelia GC system**

Методика поверки

МП 205-21-2024

г. Москва

2024 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые Angelia GC system (далее - хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается:

- к единице массовой доли, воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 208-2024 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Росстандарта от 10.06.2021 г. № 988, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО;

- к единице массы (кг), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 3-2020 в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622, с применением в качестве эталонов единиц величин ГСО.

При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверки	периодической поверки	
1. Внешний осмотр	Да	Да	7
2. Подготовка к поверке средства измерений	Да	Да	8
3. Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
4. Опробование средства измерений:			10
- определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала;	Да	Да	10.1
- определение предела детектирования;	Да	Да	10.2
- определение отношения сигнал/шум масс-селективного детектора.	Да	Да	10.3
5. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	Да	Да	11
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	Да	Да	11.1
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа	Да	Да	11.2
6. Оформление результатов поверки	Да	Да	12

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Поверка по отдельному измерительному каналу (детектору) в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», проводится на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку.

Информация об объеме проведенной поверки передается в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФОЕИ).

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|--|------------------|
| - температура окружающего воздуха, °C | от +15 до +30 |
| - относительная влажность воздуха (без конденсации), %, не более | до 80 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84,0 до 106,7 |

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего хроматограф (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
3.1, 8, 11	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 0 °C до 50 °C с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5$ °C. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 15 % до 90 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа.	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-H1, рег. № 53505-13 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
10.1, 10.2	Средства измерений времени в диапазоне измерений от 0 до 60 мин с абсолютной погрешностью не более ± 5 с.	Секундомер механический СОСпр-26-2-010, рег. № 11519-11

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Стандартные образцы, средства измерений, мерная посуда, вспомогательные средства, реактивы и материалы для приготовления контрольных растворов и проведения измерений.		
8.1.1, 10.3, 11.1, 11.2	Контрольные растворы: метилпарагона в гексане; линдана в изооктане; гексадекана в гексане; гексахлорбензола в изооктане. Вспомогательные средства поверки: - весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г; - микрошприцы «Газохром - 101», вместимостью $1 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$, ТУ 25.05-2152-75; - микрошприцы «SGE» вместимостью $1 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$, ТУ 4321-011-12908609-08; - колбы мерные наливные 2-50-2, 2-200-2, 2-500-2, ГОСТ 1770-74; - пипетки градуированные 1-2-2-1, ГОСТ 29227-91; - пипетки с одной отметкой 2-2-1, ГОСТ 29169-91; - азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74, или генератор чистого (нулевого) азота; - гелий марки "А", ТУ 0271-135-31323949-2005; - воздух нулевой, ТУ 6-21-5-82 или генератор чистого (нулевого) воздуха; - водород марки "А", ГОСТ 3022-88 или генератор чистого водорода; - гексан марки х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98; - изооктан марки Э1 СТП ТУ СОМР 3-042-06; - колонки хроматографические капиллярные с неподвижной фазой (5%-фенил)-метилполисилоксан. В качестве тестовых колонок могут быть использованы как колонки, рекомендованные заводом-изготовителем, так и любые другие типы колонок любых других производителей, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемых хроматографов с требуемой точностью.	Контрольные растворы, приготовленные по методике, приведенной в приложении А, из: ГСО 11056-2018 ГСО 8890-2007 ГСО 7289-96 ГСО 9106-2008

5.2 Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

5.3 Все средства измерений для поверки должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ) хроматографа.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям эксплуатационной документации;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа и детекторов;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость надписей на лицевой панели;
- к хроматографу должны быть подведены газы надлежащей чистоты и в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовительные работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографов.

8.2 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

8.3 Проверяют условия проведения поверки, измеряя температуру, давление и влажность.

9. ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения UniMeta, UniStation и GCMS Instrument Control.

9.1.1 При запуске программного обеспечения открывается окно, в котором высвечиваются идентификационное наименование ПО и номер версии (рис. 1а, 1б, 1в).

9.2.2. В главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help» (или «?»). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «Version» (или «About»), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное наименование ПО и номер версии.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 3.

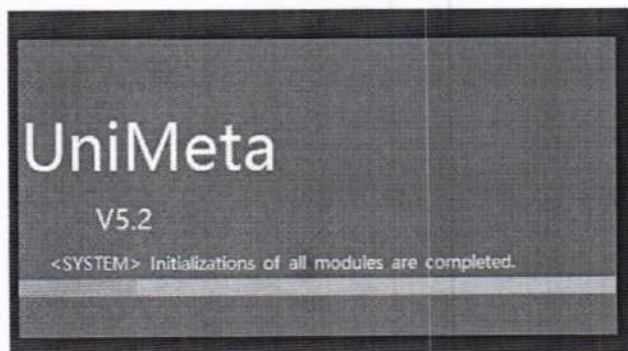


Рисунок 1а - Окно с идентификационными данными ПО UniMeta



Рисунок 1б - Окно с идентификационными данными ПО UniStation



Рисунок 1в - Окно с идентификационными данными ПО GCMS Instrument Control.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	UniMeta	UniStation	GCMS Instrument Control
Идентификационное наименование ПО			
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	5.2	5.2	2.0
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-

9.2 Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 3.

10. ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При опробовании определяют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала и предел детектирования детекторов ДТП, ПИД, микро-ЭЗД, ПФД, ТИД и отношение сигнал/шум масс-селективного детектора.

10.1. Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов ДТП, ПИД, микро-ЭЗД, ТИД, ПФД.

10.1.1. Хроматограф включают и устанавливают режимные параметры в соответствии с руководством по его эксплуатации (РЭ).

10.1.2 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на рабочий режим и принимают его равным максимальной амплитуде (размаху) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд. Для определения уровня флуктуационных шумов проводят регистрацию нулевой линии в течение 15 минут, при этом единичные выбросы длительностью более 1 с не учитывают.

Значения уровня флуктуационных шумов детекторов, входящих в состав хроматографа, не должны превышать значений приведенных в таблице 4.

Таблица 4 - Значения уровня флуктуационных шумов детекторов.

Детектор	Уровень флуктуационных шумов
ПИД	$8 \cdot 10^{-14}$ А
ДТП	$9 \cdot 10^{-5}$ В
микро-ЭЗД	0,75 Гц
ТИД	$2 \cdot 10^{-13}$ А
ПФД	$1 \cdot 10^{-11}$ А

10.2. Определение предела детектирования

При проведении поверки хроматографа используют контрольные смеси веществ, указанные в таблице 5. Смеси приготавливают согласно Приложению А к настоящей методике поверки или используют готовые.

10.2.1 Вводят в инжектор-испаритель ручную микрошприцом или с помощью автодозатора 1 мкл контрольного раствора в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 - Контрольные смеси веществ

Детектор	Контрольное вещество/растворитель	Массовая концентрация контрольного вещества, мг/см ³	Объем вводимой пробы, мкл
ДТП	Гексадекан/гексан	200	1
ПВД	Гексадекан/гексан	20	1
ПФД	Метафос/гексан	2	1
микро-ЭЗД	Линдан/изооктан	0,05	1
ТИД	Метафос/гексан	2	1
МСД	Гексахлорбензол/изооктан	0.01 мг/дм ³ (10 пг/мм ³)	1

10.2.2. Измеряют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала на участке хроматограммы, предшествующем выходу контрольного вещества. Уровень флуктуационных шумов (Δ_x) принимают равным максимальной амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с (при этом единичные выбросы не учитываются).

10.2.3. Измеряют выходной сигнал - площадь пика контрольного вещества $\bar{S}$.

10.2.4. Предел детектирования вычисляют по формулам:

для микро-ЭЗД в г/с

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{\bar{S}}, \quad (1)$$

где G – масса вещества, г; $G = C \cdot V \cdot 10^{-3}$ (C – массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм³, V – объем пробы, дм³);

$\bar{S}$ – среднее арифметическое значение площади пика, мкВ·с;

Δ_x – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала, мкВ.

для ПВД в г/с

$$C_{\min} = k_1 \cdot \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{\bar{S}}, \quad (2)$$

где k_1 – массовая доля углерода в контрольном веществе,

$k_1 = 0,849$;

Для ТИД и ПФД (по фосфору) в г/с

$$C_{\min} = k_2 \cdot \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{\bar{S}}, \quad (3)$$

для ПФД (по сере) в гS/c

$$C_{\min} = k_3 \cdot \frac{2 \cdot \Delta_X \cdot G}{\bar{S}}, \quad (4)$$

где k_2, k_3 , – массовая доля фосфора и серы, соответственно, в контрольном веществе,
 $k_2 = 0,12$;
 $k_3 = 0,12$;

для ТИД (по азоту)

$$C_{\min} = k_4 \cdot \frac{2 \cdot \Delta_X \cdot G}{\bar{S}}, \quad (5)$$

где k_4 – массовая доля азота в метафосе (метилпаратионе),
 $k_4 = 0,053$;

для ДТП в г/см³

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta_X \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{\text{гн}}}, \quad (6)$$

где $V_{\text{гн}}$ – расход газа-носителя, см³/с.

Рассчитанные по формулам 1 - 6 значения пределов детектирования ($C_{\min}$) не должны превышать значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6 - Пределы детектирования

Детектор/контрольное вещество	Предел детектирования, не более
ПИД, гC/c (гексадекан)	$4 \cdot 10^{-12}$
ДТП, г/см ³ (гексадекан)	$5 \cdot 10^{-10}$
микро-ЭЗД, г/с (линдан)	$8 \cdot 10^{-15}$
ТИД, г(P)/с (метафос)	$1 \cdot 10^{-13}$
г(N)/с (метафос)	$8 \cdot 10^{-13}$
ПФД, г(P)/с (метафос)	$1 \cdot 10^{-12}$
/ г(S)/с (метафос)	$3 \cdot 10^{-11}$

10.3 Определение отношения сигнал/шум для масс-селективного детектора.

Определение отношения сигнал/шум проводят с использованием контрольного раствора гексахлорбензола (ГХБ), указанного в таблице 2, приготовленного по методике, приведенной в Приложении А. Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования, при которых проводят определение отношения сигнал/шум, приведены в таблице 7.

Таблица 7 - Настройки режимов ионизации, сканирования, детектирования для определения отношения сигнал/шум

Наименование параметра	Значение параметра
Режим ввода пробы	без деления (splitless), пульсация давления (20 psi)
Время пульсации, мин	0,75
Время продувки, мин	1
Скорость продувки, мл/мин	60

Наименование параметра	Значение параметра
Контрольный раствор гексахлорбензола в гексане, массовая концентрация гексахлорбензола, мг/см ³ :	
– для определения отношения сигнал/шум	$1,0 \cdot 10^{-5}$
– для определения ОСКО	$1,0 \cdot 10^{-5}$
Объем дозируемой пробы, мкл	1
Программирование температуры термостата колонок	$T_{\text{нач.}} 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (2,25 мин.) – $20\text{ }^{\circ}\text{C/мин.}$ – $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ (2 мин)
Температура испарителя, $^{\circ}\text{C}$	250
Температура интерфейса, $^{\circ}\text{C}$	250
Температура ионного источника, $^{\circ}\text{C}$	240
Регистрация сигнала в режиме выбранных ионов (SIM)	$m/z = 284$
Время выдержки (dwell time)	100 мс
Задержка включения филамента на время выхода растворителя, мин	5
Колонка	Agilent DB-5MS $30\text{ м} \times 0,25\text{ мм} \times 0,25\text{ мкм}$ или аналогичная

Значения отношения сигнал/шум рассчитывают с помощью программного обеспечения в соответствии с РЭ. Результаты операции поверки считают положительными, если полученное значение отношения сигнал/шум соответствует приведенному в таблице 8.

Таблица 8

Детектор	Чувствительность (отношение сигнал/шум), не менее
МСД	1500:1

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1. Определение относительного СКО выходного сигнала

11.1.1. Вводят в инжектор-испаритель вручную микрошприцем или с помощью автодозатора 1 мкл контрольной смеси и регистрируют хроматограмму.

11.1.2. Регистрируют время удерживания в минутах (t_i) и площадь пика контрольного вещества (S_i).

11.1.3. Повторяют операции по 11.1.1 - 11.1.2 не менее шести раз.

11.1.4 Относительное СКО выходного сигнала (времени удерживания и площади пика) вычисляют по формулам 7 - 8

$$\delta_s = \frac{100}{\bar{S}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

где S_i – i -тое значение площади пика;

$\bar{S}$ – среднее арифметическое значение площади пика;

n – число измерений.

$$\delta_t = \frac{100}{\bar{t}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (8)$$

где t_i – i -тое значение времени удерживания;

$\bar{t}$ – среднее арифметическое значение времени удерживания;

n – число измерений.

11.1.5. Полученные значения ОСКО выходного сигнала не должны превышать значений, указанных в Таблице 9.

Таблица 9 - Пределы допускаемых значений ОСКО выходного сигнала

Детектор	Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала хроматографа, %			
	при автоматическом дозировании		при ручном дозировании	
	по времени удерживания	по площади пика	по времени удерживания	по площади пика
ПВД	0,1	1	1	3
ДТП	0,1	2	2	3
микро-ЭЗД	0,1	2	1	3
ТИД	0,1	2	1	3
ПФД	0,1	3,5	1	5
МСД	0,1	1	1	5

11.2. Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа.

11.2.1. Проводят операции по 11.1.1 - 11.1.3 и рассчитывают средние арифметические значения параметров выходного сигнала (времени удерживания, площади пика).

11.2.2. Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по 11.1.1 - 11.1.3 и рассчитывают средние арифметические значения параметров выходного сигнала.

11.2.3. Относительное изменение выходного сигнала δ_r за 8 часов непрерывной работы хроматографа определяют по формуле 9

$$\delta_r = \frac{|\bar{X}_r - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (9)$$

где $\bar{X}$ – среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика) в серии экспериментов;

$\bar{X}_r$ – среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика) в серии экспериментов через 8 часов непрерывной работы.

11.2.4 Полученные значения относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа не должны превышать значений, указанных в таблице 10.

Таблица 10 - Пределы относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа

Детектор	Пределы относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа, %
ПИД	± 5
ДТП	± 5
ТИД	± 8
ПФД	± 10
микро-ЭЗД	± 8
МСД	± 5

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1. Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

12.2. Результаты поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.3. На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

12.4. Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальник отдела ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГБУ "ВНИИМС", к.х.н.



О.Л. Рутенберг

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ**1. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ**

- 1.1. ГСО 11056-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в гексане.
- 1.2. ГСО 8890-2007 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана).
- 1.3. ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола
- 1.4. ГСО 7289-96 состава гексадекана.
- 1.5. Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 20 или 200 г.
- 1.6. Микрошприцы "Газохром - 101", вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 25.05-2152-75.
- 1.7. Микрошприцы "SGE" вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³ или $10 \cdot 10^{-3}$ см³, ТУ 4321-011-12908609-08.
- 1.8. Колбы мерные 2-50-2, 2-200-2, 2-500-2, ГОСТ 1770-74.
- 1.9. Пипетки 6-2-1, 6-2-2, ГОСТ 29227-91.

2. ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ**2.1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОВЕРКИ ДЕТЕКТОРОВ ДТП, ПИД, ПФД, микро-ЭЗД, ТИД****2.1.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексадекана 1000 мг/дм³.**

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят 50 мг гексадекана. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл гексана. Переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 50 мл. Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

2.1.2 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексадекана 200 мг/дм³.

Отбирают с помощью пипетки 2 мл раствора с массовой концентрацией гексадекана 1000 мг/дм³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном. Раствор используют для поверки хроматографов с детектором теплопроводности (ДТП).

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 30 дней.

2.1.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексадекана 20 мг/дм³.

Отбирают с помощью пипетки 1 мл раствора с массовой концентрацией гексадекана 1000 мг/дм³ и переносят его в мерную колбу вместимостью 50 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном. Раствор используют для поверки хроматографов с детектором пламенно-ионизационным (ПИД).

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 30 дней.

2.1.4 Для поверки хроматографов с детекторами ТИД, ПФД используют ГСО 11056-2018 состава метафоса (метилпаратиона) с массовой концентрацией 2 мг/дм³ либо готовят аналогичный раствор разбавлением указанного стандартного образца с большей концентрацией.

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 10 дней.

2.1.5 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией линдана 10 мг/дм³.

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, помещают 5 мг ГСО 7889-2001 состава линдана. Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл гексана. Переливают

полученный раствор в мерную колбу вместимостью 500 мл. Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

2.1.6 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией линдана $0,05 \text{ мг/дм}^3$.

Отбирают с помощью пипетки 1 мл раствора с массовой концентрацией линдана 10 мг/дм^3 и переносят её в мерную колбу вместимостью 200 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

Раствор линдана в гексане предназначен для поверки хроматографов с детектором микро-ЭЗД. Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 10 дней.

2.2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОВЕРКИ ХРОМАТОГРАФОВ С МАСС-СЕЛЕКТИВНЫМ ДЕТЕКТОРОМ

2.2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 200 мг/дм^3 .

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов вносят 10 мг гексахлорбензола (ГСО 9106-2008). Пипеткой вместимостью 2 мл добавляют в бюкс 2 мл изооктана, после чего переливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 50 мл. Повторяют данную операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём смеси в колбе до метки изооктаном.

2.2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией гексахлорбензола 2 мг/дм^3 .

1 мл раствора, приготовленного по 2.2.1, отбирают пипеткой вместимостью 1 мл и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.

2.2.3 Приготовление смеси с массовой концентрацией гексахлорбензола 10 мкг/дм^3 (10 пг/мкл).

Отбирают с помощью пипетки 1 мл раствора, приготовленного по 2.2.2 и переносят его в мерную колбу вместимостью 200 мл. Доводят объём раствора в колбе до метки изооктаном.