

**ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ  
ГАЗОВЫЕ С СИСТЕМОЙ РЕГИСТРАЦИИ,  
ОБРАБОТКИ И ХРАНЕНИЯ  
СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ  
ЮНИХРОМ 97**  
Методика поверки

**ХРАМАТОГРАФЫ АНАЛІТЫЧНЫЯ  
ГАЗАВЫЯ З СІСТЭМАЙ РЭГІСТРАЦЫІ,  
АПРАЦОЎКІ І ЗАХОЎВАННЯ  
СПЕКТРАМЕТРЫЧНАЙ ІНФАРМАЦЫІ  
ЮНІХРОМ 97**  
Методыка паверкі

Издание официальное



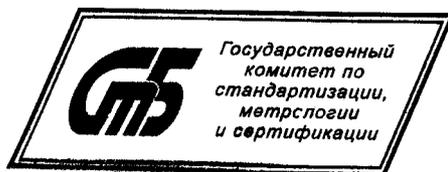
Госстандарт  
Минск

## **Предисловие**

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЁН Институтом ядерных проблем

2 УТВЕРЖДЁН И ВВЕДЁН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 14 августа 2001 г. № 31

3 ВВЕДЁН ВПЕРВЫЕ



Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространён без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

**Содержание**

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Операции и средства поверки.....	1
4 Условия поверки и подготовка к ней.....	2
5 Проведение поверки .....	3
6 Оформление результатов измерений .....	5
Приложение А Условия поверки .....	6
Приложение Б Методика приготовления контрольных смесей.....	7
Приложение В Форма протокола поверки хроматографического комплекса .....	10
Приложение Г Библиография .....	12



## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

---

**ХРОМАТОГРАФЫ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ГАЗОВЫЕ С СИСТЕМОЙ РЕГИСТРАЦИИ,  
ОБРАБОТКИ И ХРАНЕНИЯ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ ЮНИХРОМ 97**  
**Методика поверки**
**ХРАМАТОГРАФЫ АНАЛІТЫЧНЫЯ ГАЗАВЫЯ З СІСТЭМАЙ РЭГІСТРАЦЫІ,  
АПРАЦОЎКІ І ЗАХОЎВАННЯ СПЕКТРАМЕТРЫЧНАЙ ІНФАРМАЦЫІ ЮНІХРОМ 97**  
**Методыка паверкі**
**GAS CHROMATOGRAPHS WITH THE DATA SYSTEM UNICHROM 97**  
**Methods of verification**


---

Дата введения с 2002-01-01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на газовые аналитические хроматографы, работающие с системой регистрации, обработки и хранения спектрометрической информации ЮНИХРОМ 97 (далее - хроматографические комплексы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы (НД):

СТБ 8003-93 Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения

ГОСТ 8.010-90 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

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 17433-80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязнённости

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25828-83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

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

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

**3 Операции и средства поверки**

**3.1** При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Перечень операций при поверке хроматографического комплекса

Наименование операции	Номер пункта настоящего стандарта
1 Внешний осмотр	По 5.1
2 Опробование	По 5.2

Наименование операции	Номер пункта настоящего стандарта
3 Определение метрологических характеристик	По 5.3
3.1 Определение пределов детектирования хроматографического комплекса	По 5.3.1
3.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения от среднего значения (ОСКОСЗ) выходных сигналов хроматографического комплекса	По 5.3.2
3.3 Определение изменений выходных сигналов хроматографического комплекса за 48 ч работы	По 5.3.3
3.4 Определение погрешности измерений	По 5.3.4
Примечание - Определение погрешности измерений проводят при наличии НД на методику выполнения измерений (МВИ), разработанную по ГОСТ 8.010.	

**3.2** При проведении поверки применяют следующие средства поверки, стандартные образцы, материалы и средства измерения:

- гамма-гексахлорциклогексан (линдан) по [1];
- метафос по [2];
- гексан по [3];
- гептан по ГОСТ 25828;
- смесь пропана с гелием или азотом по [4], диапазон объемной доли пропана - 0,19 – 3,3 %, погрешность аттестации 10 %;
- систему регистрации, хранения и обработки спектрометрической информации ЮНИХРОМ 97 по [5];
- микрошприц типа МШ-10 объемом 10 мкл с ценой деления 0,2 мкл по [6].

Средства поверки, стандартные образцы, материалы и средства измерения должны быть поверены или аттестованы в соответствии с СТБ 8003.

Допускается применять другие средства поверки, стандартные образцы, материалы и средства измерения, метрологические характеристики которых не хуже приведенных.

**3.3** При проведении поверки применяют следующие вспомогательные средства поверки и материалы:

- гелий газообразный очищенный марки А по [7];
- азот газообразный по ГОСТ 9293;
- водород технический марки А по ГОСТ 3022 (допускается использовать генератор водорода);
- воздух технический сжатый по ГОСТ 17433 (допускается использовать компрессор любого типа, обеспечивающий необходимое давление и чистоту воздуха);
- колонку газохроматографическую в соответствии с приложением А.

#### 4 Условия поверки и подготовка к ней

**4.1** При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия по ГОСТ 26703 (5.1 и 5.2) и требования к давлению газовых потоков на входе в хроматограф для исключения дополнительной погрешности от влияния внешних факторов:

- температура окружающего воздуха -  $(20 \pm 5)$  °С,
- относительная влажность окружающего воздуха - от 30 до 80 %,
- атмосферное давление - от 96 до 106,7 кПа (от 720 до 800 мм рт.ст.),
- напряжение переменного тока -  $(220 \pm 10)$  В,
- частота переменного тока -  $(50 \pm 0,5)$  Гц,
- давление гелия на входе в хроматограф - от 0,25 до 0,4 МПа.

**4.2** Перед проведением поверки должны быть приготовлены контрольные смеси (КС) (приложение Б) и проверена герметичность магистралей подачи газов.

Температурные параметры хроматографа, значения газовых потоков, способ заполнения и обработки колонок, массовые и объемные концентрации контрольного компонента приведены в приложении А.

Подготовительные работы по выводу на рабочий режим всего хроматографического комплекса выполняют в соответствии с НД на хроматограф конкретного типа и на систему ЮНИХРОМ 97.

**4.3** Поверка должна выполняться в соответствии с требованиями, приведенными в [8], [9] и в руководстве по эксплуатации системы ЮНИХРОМ 97 и поверяемого хроматографа.

## 5 Проведение поверки

### 5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа и номеров блоков паспортным данным;
- соответствие комплектности системы ЮНИПРОМ 97 и номеров блоков паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие повреждений магистралей подачи газов.

### 5.2 Опробование

Включают хроматографический комплекс и задают режим работы, приведенный в приложении А, в соответствии с техническими описаниями и инструкциями к поверяемому оборудованию.

### 5.3 Определение метрологических характеристик хроматографического комплекса

#### 5.3.1 Определение пределов детектирования хроматографического комплекса

**5.3.1.1** Перед определением пределов детектирования определяют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографического комплекса.

**5.3.1.2** Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографического комплекса  $\Delta x, A(B)$ , определяют как ОСКОСЗ случайных изменений сигнала хроматографического комплекса на временном интервале, равным полуширине пика контрольного компонента, и рассчитывают по формуле

$$\Delta x = 1,96 \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left( x_i - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \right)^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где  $x_i$  – измеренное значение нулевого сигнала в  $i$ -ый момент времени;

$n$  – число измеренных значений нулевого сигнала.

Временной интервал выбирается произвольным образом на хроматограмме длиной не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

**5.3.1.3** Определение пределов детектирования проводят в зависимости от типа используемого детектора по следующим контрольным компонентам:

- для пламенно-ионизационного детектора (ПИД) и детектора по теплопроводности (ДТП) - пропан или гептан;

- для детектора электронного захвата (ДЭЗ) - гамма-гексахлорциклогексан (линдан);

- для термоионного детектора (ТИД) и пламенно-фотометрического (ПФД) - метафос.

Величины пределов детектирования рассчитывают:

- для ДТП,  $C_{\min, \text{ДТП}}, \text{ г/см}^3$ , по формуле

$$C_{\min, \text{ДТП}} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G}{S \cdot j}, \quad (2)$$

- для ПИД и ДЭЗ,  $C_{\min, \text{ПИД(ДЭЗ)}}, \text{ г/с}$ , по формуле

$$C_{\min, \text{ПИД(ДЭЗ)}} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G}{S}, \quad (3)$$

- для ТИД и ПФД,  $C_{\min, \text{ТИД(ПФД)}}, \text{ гР/с}$ , по формуле

$$C_{\min, \text{ТИД(ПФД)}} = 0,12 \cdot \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G}{S}, \quad (4)$$

где  $S$  - площадь пика контрольного компонента,  $A(B)$ -с;

$j$  - объемная скорость газа-носителя,  $\text{см}^3/\text{с}$ ;

$G$  - масса контрольного компонента в пробе, г, рассчитанная по формуле

$$G = C_0 \cdot V_0, \quad (5)$$

где  $C_0$  - массовая концентрация контрольного компонента в пробе, г/см<sup>3</sup> ;  
 $V_0$  - объем вводимой пробы КС, см<sup>3</sup> .

Полученные значения  $C_{\min, ДПП}$ ,  $C_{\min, ПИД}$ ,  $C_{\min, ДЭЗ}$ ,  $C_{\min, ТИД}$  и  $C_{\min, ПФД}$  не должны превышать соответствующих значений, приведенных в приложении В.

### 5.3.2 Определение ОСКОСЗ выходных сигналов хроматографического комплекса

**5.3.2.1** ОСКОСЗ выходных сигналов хроматографического комплекса определяют для всех информативных параметров, для которых эту характеристику нормируют: времени удерживания  $T$  пика контрольного компонента, высоты пика  $H$  и площади пика  $S$ .

**5.3.2.2** После выхода хроматографического комплекса на режим в испаритель хроматографа вводят микрошприцом не менее десяти раз ( $n$ ) подряд, но не более пятидесяти раз КС. Объем вводимой пробы составляет 1 мкл.

Ввод КС следует выполнять, придерживаясь единой воспроизводимой методики, то есть одним микрошприцом с сохранением объема пробы, темпа ввода, времени нахождения иглы в испарителе.

**5.3.2.3** ОСКОСЗ выходного сигнала хроматографического комплекса для площади пика контрольного компонента  $\delta_S$ , %, рассчитывают по формуле

$$\delta_S = \frac{100}{S} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - S)^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где  $S$  - среднее арифметическое значение из  $n$  измерений площади пика контрольного компонента, А(В)-с;

$S_i$  - значение площади пика контрольного компонента в  $i$ -ом измерении, А(В)-с.

**5.3.2.4** ОСКОСЗ выходного сигнала хроматографического комплекса для высоты пика контрольного компонента  $\delta_H$ , %, рассчитывают по формуле

$$\delta_H = \frac{100}{H} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (H_i - H)^2}{n-1}}, \quad (7)$$

где  $H$  - среднее арифметическое значение из  $n$  измерений высоты пика контрольного компонента, А(В);

$H_i$  - значение высоты пика контрольного компонента в  $i$ -ом измерении, А(В).

**5.3.2.5** ОСКОСЗ выходного сигнала хроматографического комплекса для времени удерживания пика контрольного компонента  $\delta_T$ , %, рассчитывают по формуле

$$\delta_T = \frac{100}{T} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_i - T)^2}{n-1}}, \quad (8)$$

где  $T$  - среднее арифметическое значение из  $n$  измерений времени удерживания пика контрольного компонента, с;

$T_i$  - значение времени удерживания пика контрольного компонента в  $i$ -ом измерении, А(В).

Полученные значения  $\delta_S$ ,  $\delta_H$  и  $\delta_T$  не должны превышать соответствующих значений, приведенных в паспорте на конкретный тип хроматографа..

**5.3.3** Определение изменений значений выходных сигналов хроматографического комплекса за 48 ч работы.

**5.3.3.1** Проводят измерения по 5.3.2.2.

**5.3.3.2** Изменения значений выходных сигналов  $\delta_{t,S}$ ,  $\delta_{t,H}$ ,  $\delta_{t,T}$  за 48 ч работы хроматографического комплекса рассчитывают:

- для площади пика контрольного компонента  $\delta_{t,S}$ , %, по формуле

$$\delta_{t,S} = \frac{S - S_t}{S} \cdot 100, \quad (9)$$

где  $S_t$  - среднее арифметическое значение из  $n$  измерений площади пика контрольного компонента после 48 ч работы хроматографического комплекса, А(В)-с;

- для высоты пика контрольного компонента  $\delta_{t,H}$ , %, по формуле

$$\delta_{t,H} = \frac{H - H_t}{H} \cdot 100, \quad (10)$$

где  $H_t$  - среднее арифметическое значение из  $n$  измерений высоты пика контрольного компонента после 48 ч работы хроматографического комплекса, А(В);

- для времени удерживания высоты пика контрольного компонента  $\delta_{t,T}$ , %, по формуле

$$\delta_{t,T} = \frac{T - T_t}{T} \cdot 100, \quad (11)$$

где  $T_t$  - среднее арифметическое значение из  $n$  измерений времени удерживания пика контрольного компонента после 48 ч работы хроматографического комплекса, с.

Полученные значения  $\delta_{t,S}$ ,  $\delta_{t,H}$  и  $\delta_{t,T}$  не должны превышать соответствующих значений, приведенных в паспорте на конкретный тип хроматографа.

#### **5.3.4** Определение погрешности измерений

Определение погрешности результатов измерений проводят в условиях, приведенных в НД на МВИ.

На вход хроматографа подают аттестованную смесь для контроля, соответствующую требованиям [10].

Результат измерений содержания контрольного компонента  $C$ , г/см<sup>3</sup>, должен удовлетворять условию

$$|C - C_{\text{test}}| \leq \Delta_c, \quad (12)$$

где  $C_{\text{test}}$  - действительное значение содержания (добавки) компонента, г/см<sup>3</sup>;

$\Delta_c$  - абсолютная погрешность измерений, г/см<sup>3</sup>.

## **6 Оформление результатов измерений**

**6.1** Результаты поверки хроматографического комплекса заносят в протокол по форме приложения В.

**6.2** Положительные результаты поверки оформляют записью в паспорте, удостоверенной подписью поверителя, клеймением поверенного средства измерения и выдачей свидетельства о поверке.

**6.3** Хроматографический комплекс, не прошедший поверку в соответствии с настоящим стандартом, к применению не допускается, на него выдается извещение с указанием причин непригодности, производится гашение клейма и аннулирование ранее выданного свидетельства о поверке, в паспорте производится запись о забраковании и заверяется подписью поверителя.

**Приложение А**  
(рекомендуемое)

**Условия поверки**

Значения температурных параметров хроматографического комплекса, газовых потоков, способ заполнения и обработки колонок, массовые и объемные концентрации контрольного компонента, рекомендуемые при проведении поверки, приведены в таблице А.1

Таблица А.1

Условия поверки	Норма для детектора				
	ДТП	ПВД	ДЭЗ	ПФД	ТИД
Температура термостата, °С	150±10				
Температура детектора, °С	150±10		250±10		
Температура испарителя, °С					
Расход газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин	30±10			60±10	30±10
Расход водорода, см <sup>3</sup> /мин		30±10		30±10	
Расход воздуха, см <sup>3</sup> /мин		300±10		300±10	
Газ-носитель	Гелий или азот		Азот		
Хроматографическая колонка	Металлическая набивная длиной 2 м, заполненная алюмогелем А=1 (фракция 0,25÷0,5 мм), обработанная 5%-ным раствором Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>		Стеклянная набивная длиной 1 м, заполненная хроматоном (фракция 0,125÷0,16 мм), пропитанным 5%-ным раствором SE-30		
Вид дозатора (объем дозы)	Газовый (0,125 см <sup>3</sup> ) или микрошприц типа МШ-10		Микрошприц типа МШ-10		
Поверочная смесь	Пропан в гелии (азоте) или гептан в гексане		Линдан в гексане	Метафос в гексане	
Массовая концентрация контрольного компонента, мг/см <sup>3</sup> (контрольный компонент)	(3,5÷6,0) ×10 <sup>-2</sup> (гептан)	(3,5÷6,0) ×10 <sup>-3</sup> (гептан)	(4,0÷6,0) ×10 <sup>-5</sup> (линдан)	(1,0÷2,0) ×10 <sup>-2</sup> (метафос)	(1,0÷2,0) ×10 <sup>-4</sup> (метафос)
Объемная доля контрольного компонента, % (контрольный компонент)	1,9÷3,3 (пропан)	(1,9÷3,3) ×10 <sup>-1</sup> (пропан)	-	-	-
Примечание - Допускается применять рабочую колонку хроматографа, используемую для выполнения штатных измерений.					

## Приложение Б (обязательное)

### Методика приготовления контрольных смесей

#### Б.1 Назначение и область применения

Настоящая методика устанавливает процедуру приготовления КС, предназначенных для определения метрологических характеристик хроматографического комплекса.

#### Б.2 Метрологические характеристики

##### Б.2.1 Аттестованное значение

Диапазон содержания контрольного компонента - от  $4 \cdot 10^{-5}$  до  $6 \cdot 10^{-2}$  мг/см<sup>3</sup>.

##### Б.2.2 Характеристика погрешности

Относительная погрешность приготовления массовой концентрации контрольного компонента с вероятностью 0,95 не превышает 3 %.

#### Б.3 Средства измерений и реактивы

##### Б.3.1 Средства измерений

Весы лабораторные типа ВЛР-200 2-го класса точности по ГОСТ 24104.

Термометр лабораторный по ГОСТ 28498 с ценой деления 0,1 °С.

Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Допускается применять другие средства измерений, которые не уступают по своим характеристикам приведенным средствам измерений.

##### Б.3.2 Реактивы

Государственный стандартный образец состава раствора гамма-гексахлорциклогексана (линдана) по [1].

Государственный стандартный образец метафоса [2].

Гексан нормальный эталонный по [3].

Гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828.

#### Б.4 Процедура приготовления и расчет метрологических характеристик

**Б.4.1** Исходную смесь с концентрацией контрольного компонента 1 мг/см<sup>3</sup> приготавливают объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента  $C_0$ , мг/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_0 = \frac{m}{V_1}, \quad (\text{Б.1})$$

где  $m$  - масса контрольного компонента, мг;

$V_1$  - объем приготовленного раствора, см<sup>3</sup>.

**Б.4.2** Исходные вещества, используемые для приготовления смеси, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении. Температура окружающей среды на момент приготовления смеси должна составлять  $20 \pm 2$  °С.

**Б.4.3** Определяют взвешиванием массу мерной колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>  $m_1$ , мг.

**Б.4.4** В мерную колбу вносят 100 мг контрольного компонента и вновь определяют взвешиванием массу колбы с навеской  $m_2$ , мг.

**Б.4.5** Вычисляют массу контрольного компонента  $m$ , мг, по формуле

$$m = m_2 - m_1 \quad (\text{Б.2})$$

**Б.4.6** В колбу с контрольным компонентом вводят 20 - 25 см<sup>3</sup> растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора  $V_1$  до 100 см<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают смесь.

**Б.4.7** Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента в исходной смеси по формуле (Б.1).

**Б.4.8** Смеси с содержанием контрольного компонента менее 1 мг/см<sup>3</sup> приготавливают объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов.

## СТБ 1287-2001

Массовую концентрацию контрольного компонента в приготовленном растворе  $C_{n+1}$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_{n+1} = \frac{C_n \cdot V_2}{V_1}, \quad (\text{Б.3})$$

где  $C_n$  мг/см<sup>3</sup> - массовая концентрация контрольного компонента в  $n$ -ом растворе ( $n=0,1,2,\dots$ ),  
 $C_{n+1}$  мг/см<sup>3</sup> - массовая концентрация контрольного компонента в приготавливаемом растворе,  
 $V_2$  - объём раствора с концентрацией  $C_n$ , отбираемый пипеткой (номинальная вместимость пипетки), см<sup>3</sup>,  
 $V_1 = 100$  см<sup>3</sup> - объём приготавливаемого раствора (номинальная вместимость колбы).

**Б.4.9** Перед каждым разбавлением вычисляют значение аликвотной доли раствора  $V_2$ , исходя из заданного значения  $C_{n+1}$  и  $C_n$ .

**Б.4.10** Относительную погрешность приготовления массовой концентрации контрольного компонента на  $n+1$  ступени разбавления исходного раствора  $\left(\frac{\Delta C_{n+1}}{C_{n+1}}\right)$  рассчитывают по формуле

$$\frac{\Delta C_{n+1}}{C_{n+1}} = \sqrt{2\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \mu}{\mu}\right)^2 + (n+1) \cdot \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + n\left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2}, \quad (\text{Б.4})$$

где  $\Delta C_{n+1}$  мг/см<sup>3</sup>; - абсолютная погрешность массовой концентрации контрольного компонента,  
 $\Delta m = 0,75$  мг - абсолютная погрешность весов;  
 $\mu = 100\%$  - массовая доля контрольного компонента в чистом реактиве;  
 $\Delta \mu = 2\%$  - абсолютная погрешность установления массовой доли контрольного компонента в чистом реактиве;  
 $\Delta V_1 = 0,20$  см<sup>3</sup> - абсолютная погрешность вместимости колбы;  
 $\frac{\Delta V_2}{V_2} = 0,01$  - относительная погрешность объёма пипеток.

Относительные погрешности приготовления массовой концентрации контрольного компонента:

- в исходном растворе  $\frac{\Delta C_0}{C_0}$  не превышает 2,3 %,
- при первом разбавлении исходного раствора  $\frac{\Delta C_1}{C_1}$  не превышает 2,5 %,
- после второго разбавления исходного раствора  $\frac{\Delta C_2}{C_2}$  не превышает 2,7 %,
- после третьего разбавления исходного раствора  $\frac{\Delta C_3}{C_3}$  не превышает 2,9 %.

## Б.5 Маркировка

На склянку с КС наклеивают этикетку с указанием метрологических характеристик и даты приготовления.

**Б.6 Условия хранения**

КС с концентрацией определяемого компонента свыше  $1 \text{ мг/см}^3$  хранят при температуре не выше  $5 \text{ }^\circ\text{C}$  в закрытой шлифованной стеклянной пробкой колбе не более 5 дн. КС с концентрацией определяемого компонента менее  $1 \text{ мг/см}^3$  используются свежеприготовленными и хранению не подлежат.

**Приложение В**  
(рекомендуемое)

**Форма протокола поверки хроматографического комплекса**

Протокол № \_\_\_\_\_  
поверки хроматографического комплекса, принадлежащего

\_\_\_\_\_ (наименование организации)

Наименование, адрес, телефон и номер сертификата аккредитации лаборатории, проводящей поверку: \_\_\_\_\_

Дата начала и окончания поверки: \_\_\_\_\_

Наименование и заводские номера блоков хроматографического комплекса: \_\_\_\_\_

Типы и номера применяемых средств поверки, стандартных образцов, материалов и средств измерений: \_\_\_\_\_

Условия поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ К (°С);

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;

относительная влажность \_\_\_\_\_ %;

напряжение питающей сети \_\_\_\_\_ В;

частота питающей сети \_\_\_\_\_ Гц.

1 Определение предела детектирования

Наименование параметра	Значение параметра	
	допустимое	измеренное
Значение предела детектирования		

Вывод: годен (негоден)  
(ненужное зачеркнуть)

2 Определение ОСКОСЗ выходного сигнала хроматографического комплекса

	Значение выходного сигнала										Среднее арифметическое значение выходного сигнала	Измеренное ОСКОСЗ выходного сигнала	Допустимое ОСКОСЗ выходного сигнала
	Номер измерения												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			
T <sub>i</sub>													
h <sub>i</sub>													
S <sub>i</sub>													

Вывод: годен (негоден)  
(ненужное зачеркнуть)

3 Определение изменения значения выходного сигнала за 48 ч работы хроматографического комплекса

Значение выходного сигнала											Среднее арифметическое значение выходного сигнала	Измеренное ОСКОСЗ выходного сигнала	Допустимое изменение ОСКОСЗ выходного сигнала
Номер измерения													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			
T <sub>i</sub>													
h <sub>i</sub>													
S <sub>i</sub>													

Вывод: годен (негоден)  
(ненужное зачеркнуть)

4 Определение погрешности результатов измерений

Значение содержания контрольного компонента, полученное при измерении	Значение содержания контрольного компонента по паспорту (расчетное)	Абсолютная погрешность измерения по НД на МВИ

Вывод: годен (негоден)  
(ненужное зачеркнуть)

Заключение по результатам поверки \_\_\_\_\_

Выдано свидетельство (извещение о непригодности)  
(ненужное зачеркнуть)

№ \_\_\_\_\_ от " \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 200\_\_ г.

Поверку проводил \_\_\_\_\_  
(личная подпись) (расшифровка подписи)

" \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 200\_\_ г.

**Приложение Г**  
(информационное)

**Библиография**

- [1] СО РБ 07 0043 98 Государственный стандартный образец состава раствора гамма-гексахлорциклогексана (линдана)
- [2] ГСО 1854-91 П Стандартный образец состава метафоса
- [3] ТУ 6-09-3375 Гексан нормальный эталонный
- [4] ТУ РБ 14562575.041-98 Смеси газовые поверочные
- [5] ТУ РБ 14597800.001-98 Система регистрации, хранения и обработки спектрометрической информации ЮНИХРОМ 97
- [6] ТУ 5Е2.833.106 Микрошприц МШ-10
- [7] ТУ 51-940 Гелий газообразный очищенный
- [8] Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок», 2-е изд. переработанное и дополненное – М.: Энергоатомиздат, 1986.
- [9] Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением (МНПАГПАН – 5.01.98), Минск, Изд-во «Асобны Дах», 1998.
- [10] МИ 2334-95 Смеси аттестованные. Общие требования к разработке