

**УТВЕРЖДАЮ**

**Заместитель директора  
по производственной метрологии  
ФГУП "ВНИИМС"**



*Иванникова*  
Н.В. Иванникова

*09 сентября*  
2020 г.

**Государственная система обеспечения единства измерений**

**Хромато-масс-спектрометры газовые GCMS-TQ8050 NX**

**Методика поверки**

**МП 205-15-2020**

**г. Москва  
2020 г.**

Настоящая методика распространяется на хромато-масс-спектрометры газовые GCMS-TQ8050 NX, фирмы "SHIMADZU CORPORATION", Япония, "SHIMADZU U.S.A. MANUFACTURING, INC.", США, (далее – хромато-масс-спектрометры) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Допускается проводить:

- первичной поверки хромато-масс-спектрометров газовых GCMS-TQ8050 NX с детекторами, входящими в комплект хромато-масс-спектрометра, в соответствии с заказом;
- периодической поверки хромато-масс-спектрометров газовых GCMS-TQ8050 NX на основании письменного заявления владельца с детектором (-ами), с которым (-и) хромато-масс-спектрометр эксплуатируется;

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	4.1	Да	Да
Опробование:	4.2		
- определение отношения сигнал/шум,	4.2.1	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение уровня флуктуационных шумов выходного сигнала детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ППФД, ПФД, ТИД, ДБР, ХЛД,	4.2.2	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение предела детектирования детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ППФД, ПФД, ТИД, ДБР, ХЛД.	4.2.3	Да	Да <sup>1)</sup>
Определение метрологических характеристик:	4.3		
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	4.3.1	Да	Да <sup>1)</sup>
-определение показателей точности результатов измерений	4.3.2	Нет	Да <sup>2)</sup>

Примечание.

<sup>1)</sup>При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.

<sup>2)</sup>При наличии НД на методику измерений.

## 2.СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства:

- ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола;
- ГСО 11056-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в гексане;
- ГСО 8890-2007 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана);
- ГСО 8415-2003 содержания меркаптановой серы в нефтепродуктах (СМ-0,001-ЭК);
- ГСО 7289-96 состава гексадекана;
- микрошприцы «Газохром - 101», вместимостью  $1 \cdot 10^{-3}$  см<sup>3</sup>, ТУ25.05-2152-75;

- микрошприцы МШ-10М, вместимостью  $10 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$ , ТУ 2.833.106;
- микрошприцы «SGE» вместимостью  $1 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$  или  $10 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$ , ТУ 4321-011-12908609-08;
- азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74, или генератор чистого (нулевого) азота;
- гелий марки "А" по 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;
- колонки хроматографические капиллярные:
- Rxi-5MS, 30 м x 0,25 мм x 0,25 мкм;
- HP -5, 30 м x 0,32 мм x 0,5 мкм (для проведения измерений с ПИД, ДТП, ППФД, ДБР);
- HP-5MS, 30 м x 0,25 мм x 0,25 мкм (для проведения измерений с ЭЗД);
- SPB-5, 30 м x 0,32 мм x 0,25 мкм (для проведения измерений с ТИД, ПФД);
- SPB-1 SULFUR, 30 м x 0,32 мм x 4,0 мкм (для проведения измерений с ХЛД);
- средства измерений, указанные в приложении 1.

Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке, ГСО - паспорта.

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

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- |                                       |                                   |
|---------------------------------------|-----------------------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от +18 до +28;                    |
| - относительная влажность воздуха, %  | от 40 до 70;                      |
| - атмосферное давление, кПа           | от 84 до 106,7;                   |
| мм рт. ст.                            | от 645 до 795;                    |
| - напряжение питания, В               | 220 <sup>+33</sup> <sub>-22</sub> |
| - частота питания сети, Гц            | 50 ± 1.                           |

3.2 Хромато-масс-спектрометры подготавливают к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации. Ввод пробы проводят как с помощью микрошприца в инжектор, так и с использованием автосамплера в зависимости от конфигурации хромато-масс-спектрометра.

3.3 Контрольные растворы готовят по методике, изложенной в приложении 1.

3.4 При комплектации хромато-масс-спектрометра дополнительными детекторами и проведении поверки с использованием инжекторов, обеспечивающих шприцевой ввод жидких проб, используют контрольные растворы веществ, указанные в таблице 2. Растворы готовят согласно Приложению 1 к настоящей методике поверки или используют готовые.

Таблица 2

Детектор	Контрольное вещество/растворитель	Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм <sup>3</sup>	Объем вводимой пробы, мкл
ДТП	Гексадекан/гексан	1000	1
ПИД	Гексадекан/гексан	100	1
ПФД	Метафос/гексан	10	1
ППФД	Метафос/гексан	10	1

Детектор	Контрольное вещество/растворитель	Массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм <sup>3</sup>	Объем вводимой пробы, мкл
ЭЗД	Линдан/гексан	0,05	1
ТИД	Метафос/гексан	10	1
ДБР	Гексадекан/гексан	100	1
ХЛД	Меркаптановая сера	0,0010 масс. доля, %	1

3.5 Параметры хромато-масс-спектрометра устанавливают в соответствии с таблицей 3.  
Таблица 3

Наименование параметра	Значение параметра
Режим	MRM, ионизация электронным ударом
Режим ввода пробы	без деления (Splitless)
Контрольный раствор гексахлорбензола в гексане, массовая концентрация гексахлорбензола, нг/см <sup>3</sup> : - для определения отношения сигнал/шум	1
- для определения ОСКО	10
Объем дозируемой пробы, мкл	1
Температура термостата колонок	T <sub>нач.</sub> 50 °С (1 мин.) – 40 °С/мин. – 200 °С (0 мин.) – 15 °С/мин. – 280 °С (1 мин.)
Температура испарителя, °С	250
Температура интерфейса, °С	250
Температура ионного источника, °С	200
Регистрация сигнала в режиме мониторинга множественных реакций (MRM): - родительский ион (precursor ion)	283,8 m/z
- дочерний ион (product ion)	213,8 m/z
- энергия ионизации (СЕ), эВ	28
- задержка включения филамента на время выхода растворителя, мин	3
- газ-носитель	гелий
- соударительный газ	аргон

3.6 При проведении поверки соблюдают требования безопасности по ГОСТ 12.2.007.0-75.

## 4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 4.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хромато-масс-спектрометра требованиям технической документации фирмы-изготовителя;

- четкость маркировки;

- исправность механизмов и крепежных деталей.

### 4.2 Опробование

#### 4.2.1 Определение отношения сигнал/шум.

Отношение сигнал/шум определяют при дозировании контрольного раствора гексахлорбензола в н-гексане при условиях, указанных в таблице 3, при ионизации электронным ударом в режиме MRM.

Значение отношения сигнал/шум определяется автоматически при помощи программного обеспечения средства измерений.

Полученное значение должно быть не менее 70000.

4.2.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ППФД, ПФД, ТИД, ДБР, ХЛД при комплектации ими хромато-масс-спектрометра.

4.2.2.1 После выхода хроматографа на режим регистрируют нулевой сигнал в течение 1 часа при параметрах настройки, рекомендуемых в руководстве по эксплуатации.

За уровень флуктуационных шумов принимают максимальную амплитуду повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с при непрерывной записи в течение 15 мин.

Значения уровня флуктуационных шумов детекторов, которыми может комплектоваться хромато-масс-спектрометр, не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Детектор	Уровень флуктуационных шумов, мкВ
ДТП	50
ПИД	50
ЭЗД	60
ППФД (в режиме определения фосфорсодержащих соединений)	100
ППФД (в режиме определения серосодержащих соединений)	100
ПФД (в режиме определения фосфорсодержащих соединений)	800
ПФД (в режиме определения серосодержащих соединений)	600
ТИД	300
ДБР	40
ХЛД	80

4.2.3 Определение предела детектирования дополнительных детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ППФД, ПФД, ТИД, ДБР, ХЛД при комплектации ими хромато-масс-спектрометра.

4.2.3.1 Вводят в инжектор-испаритель вручную микрошприцом или с помощью автодозатора 1 мкл контрольного раствора в соответствии с таблицей 2 не менее пяти раз.

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

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

4.2.3.4 Для вычисления предела детектирования используют формулы (1-10).

4.2.3.5 Предел детектирования вычисляют по формулам

- для ЭЗД в г/с

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

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

$\Delta_X$  – уровень флуктуационных шумов, мкВ;

$G$  – масса контрольного вещества, г, рассчитанная по формуле

$$G = \frac{(C_1 \cdot V \cdot 10^{-9})}{k + 1}, \quad (2)$$

где  $C$  – массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  – объем пробы, мм<sup>3</sup>;

$k$  – коэффициент деления потока газа,  $k = 0$ , если проба подается без деления потока.

- для ПИД и ДБР в гС/с

$$C_{\min} = n_1 \frac{2 \cdot \Delta_X \cdot G}{\bar{S}}, \quad (3)$$

где  $n_1$  – массовая доля углерода в контрольном веществе (таблица 5).

Таблица 5 - Массовая доля углерода в контрольном веществе

Контрольное вещество	Формула	Мол.масса (а.е.м.)	$n_1$
Гексадекан	$C_{16}H_{34}$	226,44	0,849

- для ТИД, ПФД и ППФД (по фосфору) в гР/с

$$C_{\min} = n_2 \frac{2 \cdot \Delta_X \cdot G}{\bar{S}}, \quad (4)$$

- для ПФД и ППФД (по сере) в гS/c

$$C_{\min} = n_3 \frac{2 \cdot \Delta_X \cdot G}{\bar{S}}, \quad (5)$$

где  $n_2, n_3$  – массовая доля фосфора и серы, соответственно, в контрольном веществе (таблица 6).

Таблица 6 - Массовая доля фосфора и серы в контрольном веществе

Контрольное вещество	Формула	Мол.масса (а.е.м.)	$n_2$ , масс. доля фосфора	$n_3$ , масс. доля серы
Метафос (метил паратион)	$C_8H_{10}NO_5PS$	263,21	0,118	0,122

- для ДТП в г/см<sup>3</sup>

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

где  $V_{\text{гн}}$  – расход газа-носителя, см<sup>3</sup>/с.

- для ХЛД в гS/c

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta_X \cdot G}{\bar{S}}, \quad (7)$$

где  $G$  – масса меркаптановой серы, г, рассчитанная по формуле

$$G = \frac{(C_1 \cdot V \cdot 10^{-9})}{k + 1}, \quad (8)$$

где  $C_1$  – массовая концентрация меркаптановой серы в изооктане, при использовании ГСО 8415-2003. Значение  $C_1$  рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{X_S \cdot M_S \cdot \rho_{C_8H_{18}}}{X_{C_8H_{18}} \cdot M_{C_8H_{18}} + X_{C_6H_5SH} \cdot M_{C_6H_5SH}}, \quad (9)$$

где  $X_S, X_{C_8H_{18}}, X_{C_6H_5SH}$  – массовая доля меркаптановой серы, изооктана и ароматического меркаптана, %, соответственно;

$M_S, M_{C_8H_{18}}, M_{C_6H_5SH}$  – молярная масса меркаптановой серы, изооктана и ароматического меркаптана, кг/моль, соответственно;

$\rho$  – плотность изооктана, г/см<sup>3</sup>.

Учитывая, что  $X_{C_8H_{18}} \gg X_{C_6H_5SH}$ , массовую концентрацию меркаптановой серы рассчитывают по формуле

$$C_1 \approx \frac{X_S \cdot M_S \cdot \rho_{C_8H_{18}}}{X_{C_8H_{18}} \cdot M_{C_8H_{18}}}. \quad (10)$$

Найденные значения предела детектирования ( $C_{\min}$ ) не должны превышать значений, приведенных в таблице 7

Таблица 7

Детектор	Значение
ПИД, г(С)/с	$1,2 \cdot 10^{-12}$ по гексадекану
ДТП, г/см <sup>3</sup>	$1,9 \cdot 10^{-9}$ по гексадекану
ЭЗД, г/с	$4 \cdot 10^{-15}$ по линдану
ТИД, г(Р)/с	$1 \cdot 10^{-14}$ по метафосу
ПФД, г(Р)/с г(С)/с	$1,9 \cdot 10^{-13}$ по метафосу $3,7 \cdot 10^{-12}$ по метафосу
ППФД, г(Р)/с г(С)/с	$1 \cdot 10^{-13}$ по метафосу $1 \cdot 10^{-12}$ по метафосу
ДБР, г(С)/с	$1 \cdot 10^{-12}$ по гексадекану
ХЛД, г(С)/с	$5 \cdot 10^{-13}$ по меркаптановой сере

#### 4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала проводят дозированием контрольных растворов, приготовленных в соответствии с Приложением 1. Массовая концентрация контрольных растворов приведена в таблицах 2 и 3.

Контрольную смесь для хромато-масс-спектрометра вводят не менее шести раз, контрольные смеси для хромато-масс-спектрометра с дополнительными детекторами (ДТП, ПИД, ЭЗД, ППФД, ПФД, ТИД, ДБР, ХЛД) вводят не менее десяти раз,

Рассчитывают значения ОСКО выходного сигнала (площади пика)  $\sigma_s$  и времени удерживания ( $\sigma_t$ ) по формулам (11) и (12)

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

$$\sigma_t = \frac{100}{t} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - t)^2}{n-1}}, \quad (12)$$

где  $S, S_i$  – среднее арифметическое и  $i$ -тое значение площади пика контрольного вещества, соответственно;



$t, t_i$  – среднее арифметическое и  $i$ -тое значение времени удерживания контрольного вещества, соответственно;

$n$  – число измерений;  $n \geq 6$  для масс-спектрометрического детектора;

$n \geq 10$  – для детекторов ДТП, ПИД, ЭЗД, ППФД, ПФД, ТИД, ДБР, ХЛД.

Полученные значения  $\sigma_s$  и  $\sigma_t$  не должны превышать значений, приведенных в таблице 8.

Таблица 8

Наименование детектора	Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %			
	$\sigma_t$		$\sigma_s$	
	при автоматическом дозировании	при ручном дозировании	при автоматическом дозировании	при ручном дозировании
Масс-спектрометрический детектор	1	1	9	9
ПИД	0,2	1	3	4
ДТП	0,2	1	3	4
ЭЗД	0,3	1	4	6
ПФД	0,3	1	5	6
ППФД	0,3	1	6	10
ТИД	0,3	1	4	6
ДБР	0,3	1	3	4
ХЛД	0,3	1	5	8

4.3.2 При проведении периодической поверки хромато-масс-спектрометров, эксплуатируемых по НД на методики, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

## 5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки хромато-масс-спектрометра заносят в протокол поверки произвольной формы.

5.2 Результаты поверки подтверждаются сведениями, включенными 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 хромато-масс-спектрометр на поверку.

5.3 На хромато-масс-спектрометр, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин.

5.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"

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



С.В. Вихрова

О.Л. Рутенберг

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

### 1 МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОВЕРКИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ДЕТЕКТОРА

1.1 Средства измерений, материалы и реактивы.

1.1.2 ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола.

1.1.3 Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-10, ГОСТ 29227-91.

1.1.4 Колбы мерные 2-100-2, ГОСТ 1770-74.

1.1.5 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал  $e = 1$  мг.

1.1.6 н-Гексан "химически чистый", ТУ 2631-003-05807999-98.

### 1.2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛА В ГЕКСАНЕ

1.2.1 ГСО 9106-2008 состава пестицида гексахлорбензола, используемый для приготовления раствора, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

1.2.2 Температура окружающей среды при приготовлении раствора не должна изменяться более, чем на 2 °С.

1.2.3 Раствор гексахлорбензола в гексане с массовой концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup> готовят объемно-весовым методом. Массовую концентрацию гексахлорбензола ( $C_0$ ) определяют по формуле

$$C_0 = \frac{m}{V}, \quad (1)$$

где  $m$  – масса гексахлорбензола, мг;

$V$  – объем приготовленного раствора, см<sup>3</sup>.

1.2.4 Определяют массу  $m_1$  мерной колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Результат взвешивания записывают до третьего десятичного знака.

1.2.5 В мерную колбу вносят около 100 мг гексахлорбензола и вновь взвешивают колбу ( $m_2$ ).

1.2.6 Вычисляют массу гексахлорбензола ( $m$ ) в мг.

$$m = m_2 - m_1, \quad (2)$$

1.2.7 В колбу с гексахлорбензолом вводят от 20 см<sup>3</sup> до 25 см<sup>3</sup> гексана, перемешивают содержимое и доводят гексаном объем раствора до 100 см<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают раствор.

1.2.8 Рассчитывают массовую концентрацию гексахлорбензола по 1.2.3.

1.2.9 Растворы с массовой концентрацией гексахлорбензола менее 1 мг/см<sup>3</sup> готовят последовательным разбавлением более концентрированных растворов согласно процедуре, описанной ниже.

1.2.10 Растворы с массовой концентрацией гексахлорбензола около  $10 \text{ мкг/см}^3$  ( $C_1$ ) готовят следующим образом. В колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  вносят  $1 \text{ см}^3$  ( $V_1$ ) раствора с массовой концентрацией  $C_0$ , вводят от  $20 \text{ см}^3$  до  $25 \text{ см}^3$  гексана, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до  $100 \text{ см}^3$ . Раствор тщательно перемешивают.

1.2.11 Вычисляют массовую концентрацию гексахлорбензола ( $C_1$ ) в  $\text{мкг/см}^3$  по формуле (3)

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_1}{100}. \quad (3)$$

1.2.12 Растворы с массовой концентрацией гексахлорбензола около  $100 \text{ нг/см}^3$  готовят разбавлением раствора с массовой концентрацией  $C_1$ . В колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  вносят  $1 \text{ см}^3$  ( $V_1$ ) раствора с массовой концентрацией  $C_1$ , далее повторяют операции по 1.2.10.

1.2.13 Вычисляют массовую концентрацию гексахлорбензола ( $C_2$ ) в  $\text{нг/см}^3$  по формуле (4)

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{100}. \quad (4)$$

1.2.14 Растворы с массовой концентрацией около  $10 \text{ нг/см}^3$  ( $C_3$ ) готовят разбавлением раствора, приготовленного по 1.2.12-1.2.13. Вносят  $10 \text{ см}^3$  ( $V_{10}$ ) раствора с массовой концентрацией  $C_2$  в колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , далее повторяют операции по 1.2.10.

1.2.15 Вычисляют массовую концентрацию контрольного компонента ( $C_3$ ) в  $\text{нг/см}^3$  по формуле (5)

$$C_3 = \frac{C_2 \cdot V_{10}}{100}. \quad (5)$$

1.2.16 Растворы с массовой концентрацией гексахлорбензола около  $1 \text{ нг/см}^3$  ( $C_4$ ) готовят разбавлением раствора, приготовленного по 1.2.12-1.2.13. Вносят  $1 \text{ см}^3$  раствора с массовой концентрацией  $C_2$  в колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , далее повторяют операции по 1.2.10.

1.2.17 Вычисляют массовую концентрацию гексахлорбензола ( $C_4$ ) в  $\text{нг/см}^3$  по формуле (6)

$$C_4 = \frac{C_2 \cdot V_1}{100}. \quad (6)$$

### 1.3 Хранение растворов

1.3.1 Растворы хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре от плюс  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  до плюс  $8 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Перед введением в хромато-масс-спектрометр растворы выдерживают при комнатной температуре не менее 1 часа. Срок хранения исходного раствора от 3 до 5 дней.

## **2 МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОВЕРКИ ДЕТЕКТОРОВ ПФД, ППФД, ЭЗД, ТИД, ДБР, ХЛД**

### **2.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ**

2.1.1 ГСО 11056-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона в гексане.

2.1.2 ГСО 8890-2007 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана).

2.1.3 ГСО 8415-2003 содержания меркаптановой серы в нефтепродуктах (СМ-0,001-ЭК), массовая доля меркаптановой серы 0,0010 %.

2.1.4 ГСО 7289-96 состава гексадекана.

2.1.5 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал  $e = 1$  мг.

2.1.8 Колбы мерные 2-50-2, 2-200-2, 2-500-2, ГОСТ 1770-74.

2.1.9 Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, ГОСТ 29227-91.

### **2.2 ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ДЛЯ ПОВЕРКИ ДЕТЕКТОРОВ ДТП, ПИД, ПФД, ППФД, ЭЗД, ТИД, ДБР, ХЛД**

2.2.1 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексадекана  $1000 \text{ мг/дм}^3$

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

Раствор гексадекана в гексане используют для поверки хромато-масс-спектрометров с детектором по теплопроводности (ДТП).

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

2.2.2 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексадекана  $100 \text{ мг/дм}^3$

Отбирают с помощью пипетки  $5 \text{ см}^3$  раствора с массовой концентрацией гексадекана  $1000 \text{ мг/дм}^3$  и переносят его в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ . Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном. Раствор гексадекана в гексане используют для поверки хромато-масс-спектрометров с детекторами ПИД и ДБР.

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

2.2.3 Для поверки хромато-масс-спектрометров с детекторами ТИД, ПФД и ППФД используют ГСО 11056-2018 состава искусственной жидкой смеси метилпаратиона (метафоса) в гексане с массовой концентрацией метафоса  $10 \text{ мг/дм}^3$  либо готовят аналогичный раствор разбавлением указанного стандартного образца с большей концентрацией.

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

2.2.4 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией линдана  $10 \text{ мг/дм}^3$ .

В бюкс, помещённый на чашку весов, помещают 5 мг ГСО 8890-2007 состава пестицида гамма-ГХЦГ (линдана). Пипеткой вместимостью  $2 \text{ см}^3$  добавляют в бюкс  $2 \text{ см}^3$  гексана. Переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$ . Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки гексаном.

2.2.5 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией линдана 0,05 мг/дм<sup>3</sup>.

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

Раствор линдана в гексане предназначен для поверки хромато-масс-спектрометров с детектором ЭЗД.

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

2.2.6 Поверку хромато-масс-спектрометров с хемиллюминесцентным детектором выполняют с использованием ГСО 8415-2003 с массовой долей меркаптановой серы 0,0010 %.