

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.

«10» июня 2024 г.



**Государственная система обеспечения единства измерений**

**Хроматографы жидкостные LicArt 62**

**Методика поверки**

**МП 205-15-2024**

**Москва 2024 г.**

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные LicArt 62 (далее – хроматографы), изготовленные ООО «Лабконцепт», РФ и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается:

- 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;

- к единице объема ( $\text{м}^3$ ), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 63-2019, в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной Приказом Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356, 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	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первой	периодической
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке средства измерений	8	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
4 Опробование средства измерений: – определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала – определение отношения сигнал/шум для Рамановского спектра воды – определение предела детектирования	10 10.1 10.2 10.3	Да Да Да Да	Да Да Да Да
5 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям: – определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала – определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа	11 11.1 11.2	Да Да Да	Да Да Да
6 Оформление результатов поверки	12	Да	Да

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, утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «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.

## **З ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

3.1 При проведении поверки соблюдаают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +17 до +28
  - относительная влажность воздуха, %, не более 75

#### **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.

## **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	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 10 °C до 30 °C с абсолютной погрешностью не более ±1 °C</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ±3 %</p>	Прибор комбинированный Testo мод. 608-H1, рег. № 53505-13.
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-3б-2-000, рег. № 83109-21
8.1.1 , 10.3, 11.1, 11.2	<p>Контрольные растворы со значениями массовой концентрации антрацена 1; 100; 200 мг/дм<sup>3</sup></p> <p>Контрольный раствор со значением массовой концентрации фенола 10 мкг/дм<sup>3</sup></p> <p>Вспомогательные средства поверки: Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74. Пипетки градуированные 1-2-2-1 по ГОСТ 29227-91. Пипетки с одной отметкой 2-2-1 по ГОСТ 29169-91. Цилиндр мерный 1-250-2 по ГОСТ 1770-74. Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84; или с аналогичными характеристиками чистоты и оптического поглощения. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018. Ацетат натрия 3-х водный по ГОСТ 199-78. Уксусная кислота по ГОСТ 61-69. Хлорид натрия по ГОСТ 4233-77.</p>	<p>Контрольные растворы, приготовленные по методике, приведенной в приложении А, из:</p> <p>ГСО 8749-2006, ГСО 7101-94</p>

5.2 При проведении поверки используется следующее дополнительное оборудование

5.2.1 Колонки для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), заполненные сорбентом с октадецилсилильными или аминогруппами, например:

- SpurSil C18 (4,6 мм, средний размер частиц 5 мкм);
- Platisil NH<sub>2</sub> (4,6 мм, средний размер частиц 5 мкм).

5.2.2 Капилляр из материала PEEK или стали нержавеющей, позволяющий создать противодавление от 2 до 10 МПа при потоке подвижной фазы (вода - в случае обращенно-фазовых условий и н-гептан - в случае нормально-фазовых) 1 см<sup>3</sup>/мин. Рекомендуется использовать капилляр со следующими параметрами: 0,1 (внутр. диаметр) x 4000 мм (длина) либо другой, гарантирующий создание соответствующего противодавления.

5.2.3 Для проведения поверки допускается использовать колонки длиной до 250 мм и внутренним диаметром до 4,6 мм с размером частиц до 5 мкм. Колонка для проведения поверки должна быть подобрана в соответствии с конфигурацией прибора.

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

5.4 Все средства измерений, применяемые для поверки, должны быть утвержденного типа, проверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и срок годности которых не истек.

## **6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в РЭ хроматографа.

## **7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

При внешнем осмотре устанавливают

- соответствие комплектности поверяемого хроматографа требованиям эксплуатационной документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа.

## **8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.1.1 Готовят контрольные растворы, указанные в таблице 2. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

8.1.2 Хроматограф готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.1.3 В зависимости от характера подвижной фазы и колонки, используемой при эксплуатации хроматографической системы, выбирают для рефрактометрического детектора условия 1 или 2 (Таблица 4 и 8).

## **9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

Для проверки ПО LicArt WSV и LicArt WS открывают вкладку «i» в правом верхнем углу экрана главного окна. В открывающемся окне высвечивается наименование ПО и номер версии.

Для проверки ПО Space CDS WS и Space CDS открывают вкладку «О программе» в правом верхнем углу экрана в модуле DAQ. В открывающемся окне высвечивается наименование ПО и номер версии.

Результаты операции поверки считаются положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений.

## 10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При опробовании определяют уровень флюктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала, отношение сигнал/шум для Рамановского спектра воды, предел детектирования. Перечень контролируемых характеристик при опробовании определяется входящими в комплект хроматографа детекторами. Контролируемые характеристики для хроматографов с разными детекторами приведены в таблицах 5, 7, 9.

### 10.1 Определение уровня флюктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Определение уровня флюктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала выполняют для хроматографа с детекторами спектрофотометрическим, диодно-матричным, рефрактометрическим, испарительного светорассеяния. Для хроматографа с амперометрическим детектором выполняют определение только уровня флюктуационных шумов нулевого сигнала. Для хроматографа со спектрофлуориметрическим детектором значения уровня флюктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не нормируются. Измерения проводят после выхода хроматографа на режим при условиях, указанных в РЭ и в таблице 4.

Таблица 4 - Условия измерений уровня флюктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Элюент	Скорость потока элюента, см <sup>3</sup> /мин	Условия
Спектрофотометрический UV-62	Вода	1	Режим: одна длина волны Частота опроса: 1 Hz Постоянная времени: 2 с Длина волны: 250 нм Источник излучения: дейтериевая лампа
Диодно-матричный DAD-62 или DAD-62E	Вода	1	Частота опроса: 1 Hz Время экспозиции: Автоматически Щель: 8 нм Длина волны: 250 нм Источник излучения: дейтериевая лампа
Рефрактометрический детектор (обращенно-фазовый режим) RID-62E, условия 1	Вода	Без потока	Частота опроса: 10 Hz Режим: 0 Полярность: + Температура ячейки: 40 Диапазон: 4
Рефрактометрический детектор (нормально-фазовый режим) RID-62E, условия 2	н-гептан	Без потока	
Испарительного светорассеяния ELSD-62	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	Без потока	Частота опроса: 20 Hz Температура: 35 °C Сифон заполнен подвижной фазой Давления газа-распылителя 350 кПа

Детектор	Элюент	Скорость потока элюента, см <sup>3</sup> /мин	Условия
Испарительного светорассеяния ELSD-62E	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	Без потока	Частота опроса: 1 Hz Температура: 35 °C Сифон заполнен подвижной фазой Давления газа-распылителя 350 кПа
Амперометрический ED-8	Имитатор ячейки	Без потока	E <sub>ox</sub> =0,80 V. Диапазон чувствительности 1 нА

Измерения можно проводить с использованием капилляра из материала PEEK или стали нержавеющей, позволяющего создавать противодавление от 2 до 10 МПа при скорости потока воды (для обращенно-фазовых условий) или н-гептана (для нормально-фазовых условий), равной 1 см<sup>3</sup>/мин. Рекомендуется использовать капилляр со следующими параметрами: 0,1 (внутр. диаметр) x 4000 мм (длина) либо другой, гарантирующий создание соответствующего противодавления

Допускается использовать терmostатирование капилляра сопротивления при температуре 40 °C.

Перед проведением измерения система должна быть тщательно промыта надлежащим растворителем, указанным выше. Далее необходимо прокачивать поток элюента при скорости 1 см<sup>3</sup>/мин для стабилизации определяемых параметров не менее одного часа.

Нулевой сигнал регистрируют не менее 30 мин (рекомендуется – 1 час), на шкале с максимальной чувствительностью в координатах «сигнал – время».

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ( $\Delta X$ ) принимают равным амплитуде ( $h$ ) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом 20 с.

Автоматическое измерение уровня флуктуационных шумов проводят при помощи программного обеспечения по алгоритму «ASTM».

За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение нулевого сигнала в течение одного часа при регистрации хроматограммы без ввода пробы. Допускается регистрировать нулевой сигнал в течение 30 мин с последующей экстраполяцией.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 – Значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала	Дрейф нулевого сигнала
Спектрофотометрический UV-62	$2 \cdot 10^{-5}$ е.о.п.	$6 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Диодно-матричный DAD-62	$5 \cdot 10^{-5}$ е.о.п.	$2 \cdot 10^{-3}$ е.о.п./ч
Диодно-матричный DAD-62E	$1 \cdot 10^{-5}$ е.о.п.	$1,5 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Рефрактометрический детектор (обращено-фазовый режим) RID-62E, условия 1	$2 \cdot 10^{-9}$ ед. рефр.	$3 \cdot 10^{-7}$ ед. рефр./ч
Рефрактометрический детектор (нормально-фазовый режим) RID-62E, условия 2	$6 \cdot 10^{-9}$ ед. рефр.	$5 \cdot 10^{-7}$ ед. рефр./ч
Испарительного светорассеяния ELSD-62	0,2 мВ	0,4 мВ/ч
Испарительного светорассеяния ELSD-62E	0,02 мВ	0,1 мВ/ч
Амперометрический ED-8	$2 \cdot 10^{-12}$ А	-

10.2 Определение отношения сигнала/шум для Рамановского спектра воды для хроматографов со спектрофлуориметрическим детектором

Определение отношения сигнала/шум для Рамановского спектра воды хроматографа с спектрофлуориметрическим детектором выполняют после выхода хроматографа на режим при условиях, указанных в РЭ и в таблице 6.

Определение проводят с использованием капилляра с внутренним диаметром 0,1 мм длиной около 4 м между инжектором и детектором.

Прогревают лампу в течение 1 часа. Заполняют ячейку дегазированной дистиллированной водой. Регистрируют Рамановский спектр воды.

Рассчитывают отношение сигнал/шум автоматически с помощью ПО. Значение отношения сигнал/шум для хроматографа со спектрофлуориметрическим детектором RF-62 выводится на экран персонального компьютера, а со спектрофлуориметрическим детектором RF-62E на экран детектора (рисунок 1).



Рисунок 1 – Вид экрана спектрофлуориметрического детектора RF-62E с результатами проверки отношения сигнала/шум по Рамановскому спектру воды

Таблица 6 - Условия измерений отношения сигнала/шум для Рамановского спектра (для спектрофлуориметрического детектора)

Детектор	Спектрофлуориметрический RF-62	Спектрофлуориметрический RF-62E
Элюент	Вода	Вода
Скорость потока элюента, см <sup>3</sup> /мин	без потока	без потока
Условия	Начальная длина волны спектра - 350 нм, конечная длина волны спектра - 450 нм. PMT Voltage – Medium.	Выставляются автоматически при активации функции проверки сигнала/шум

Результаты операции поверки считают положительными, если значения отношения сигнала/шум для Рамановского спектра не ниже значения, приведенного в таблице 7.

Таблица 7 – Значение отношения сигнала/шум для Рамановского спектра

Наименование характеристики	Значение	
Спектрофлуориметрический детектор	RF-62	RF-62E
Отношение сигнал/шум для Рамановского спектра воды, не менее	650	1000

### 10.3 Определение предела детектирования

Для хроматографа со спектрофлуориметрическим детектором значение предела детектирования не нормируется.

Определение предела детектирования выполняют после выхода на режим хроматографа, укомплектованного аналитической колонкой (таблица 8) и детектором. Контрольные растворы

и условия определения предела детектирования и метрологических характеристик приведены в таблице 8. Скорость потока элюента 1 см<sup>3</sup>/мин.

Предел детектирования не определяется для спектрофлуориметрического детектора RF-62 и RF-62E.

Предел детектирования ( $C_{\min}$ ), г/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле (1)

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot C_1 \cdot V \cdot 60}{1000 \cdot S \cdot v} , \quad (1)$$

где  $C_1$  - массовая концентрация контрольного вещества, мг/см<sup>3</sup>;  
 $V$  - объём вводимой пробы, см<sup>3</sup>;  
 $v$  - скорость потока элюента, см<sup>3</sup>/мин;  
 $60$  - коэффициент пересчета минут в секунды;  
 $S$  - площадь пика контрольного вещества, (е.о.п.·с, мВ·с, А·с);  
 $\Delta x$  - уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала, (е.о.п., мВ, А), определенный после выхода хроматографа на режим по п. 10.1.

Таблица 8 -Условия определения предела детектирования и метрологических характеристик

Детектор	Контрольный раствор, массовая концентрация, мг/дм <sup>3</sup>	Элюент	Объём вводимой пробы, мм <sup>3</sup>	Условия	Колонка
Спектрофотометрический UV-62	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм <sup>3</sup>	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	5	Режим: одна длина волны Частота опроса: 10 Hz Постоянная времени: 2 с Длина волны: 250 нм Источник излучения: дейтериевая лампа	C18
Диодно-матричный DAD-62 или DAD-62E	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм <sup>3</sup>	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	5	Частота опроса: 10 Hz Время экспозиции: Автоматически Щель: 8 нм Длина волны: 250 нм Источник излучения: дейтериевая лампа	C18
Рефрактометрический детектор (обращенно-фазовый режим) RID-62E, условия 1	Раствор антрацена в ацетонитриле, 100 мг/дм <sup>3</sup>	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	20	Частота опроса: 10 Hz Режим: 0. Полярность: + Температура ячейки: 40 Диапазон: 4	C18

Детектор	Контрольный раствор, массовая концентрация, мг/дм <sup>3</sup>	Элюент	Объём вводимой пробы, мм <sup>3</sup>	Условия	Колонка
Рефрактометрический детектор (нормально-фазовый режим) RID-62E, условия 2	Раствор антрацена в гептане, 100 мг/дм <sup>3</sup>	n-гептан	20	Частота опроса: 10 Hz Режим: 0. Полярность: + Температура ячейки: 40 Диапазон: 4	NH <sub>2</sub>
Испарительного свето-рассеяния ELSD-62	Раствор антрацена в ацетонитриле, 200 мг/дм <sup>3</sup>	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	20	Частота опроса: 20 Hz Температура: 35 °C Сифон заполнен подвижной фазой Давления газа-распылителя 350 кПа	C18
Испарительного свето-рассеяния ELSD-62E	Раствор антрацена в ацетонитриле, 100 мг/дм <sup>3</sup>	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	20	Частота опроса: 1 Hz Температура: 35 °C Сифон заполнен подвижной фазой Давления газа-распылителя 350 кПа	C18
Амперометрический ED-8	Раствор фенола в элюенте, 10 мкг/дм <sup>3</sup>	Ацетонитрил: ацетатный буфер (pH=5) в объемном соотношении 32:68	20	E <sub>ox</sub> =0,80 V. Диапазон чувствительности 20 нА. Filt=1 Hz. Температура 40 °C.	C18
Спектрофлуориметрический детектор RF-62	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм <sup>3</sup>	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	5	Длина волны возбуждения: 360 nm Длина волны эмиссии: 450 nm Постоянная времени 1 с. Щель 15 nm. Напряжение: среднее	C18
Спектрофлуориметрический RF-62E	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм <sup>3</sup>	Ацетонитрил:вода, объемное отношение 80:20	5	Частота опроса: 10 Hz Длина волны возбуждения: 360 nm Длина волны эмиссии: 450 nm Отклик: 3 Усиление: 1 Чувствительность: 2 Колонка C18	C18

Результаты операции поверки считаются положительными, если значения предела детектирования не превышают значений, приведенных в таблице 9.

Таблица 9– Значения предела детектирования и метрологических характеристик

Детектор	Предел детектирования, г/см <sup>3</sup>	Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %		Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы хроматографа, %
		времени удерживания	площади пика	
Спектрофотометрический UV-62	$3 \cdot 10^{-10}$ (по антрацену)	0,2	1,0	$\pm 2,0$
Диодно-матричный DAD-62	$3 \cdot 10^{-10}$ (по антрацену)	0,5	1,0	$\pm 2,0$
Диодно-матричный DAD-62E	$1,5 \cdot 10^{-10}$ (по антрацену)	0,5	1,0	$\pm 1,5$
Рефрактометрический детектор (обращенно-фазовый режим) RID-62E, условия 1	$2,0 \cdot 10^{-7}$ (по антрацену)	0,3	1,0	$\pm 1,0$
Рефрактометрический детектор (нормально-фазовый режим) RID-62E, условия 2	$5,0 \cdot 10^{-7}$ (по антрацену)	1,0	2,0	$\pm 4,0$
Испарительного светорассеяния ELSD-62	$9 \cdot 10^{-8}$ (по антрацену)	0,5	4,0	-
Испарительного светорассеяния ELSD-62E	$15,0 \cdot 10^{-7}$ (по антрацену)	0,5	4,0	-
Спектрофлуориметрический детектор RF-62	-	0,5	2,0	$\pm 3,5$
Спектрофлуориметрический детектор RF-62E	-	0,5	2,0	$\pm 2,0$
Амперометрический ED-8	$1,0 \cdot 10^{-10}$ (по фенолу)	0,5	3	$\pm 3$

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

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала выполняют на хроматографе, укомплектованном аналитической колонкой. Измерения проводят после выхода хроматографа на режим, с использованием контрольного раствора при условиях, указанных в таблице 8, и в соответствии с руководством по эксплуатации.

Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (площади пиков и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение.

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где  $\bar{X}$  – среднеарифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

$X_i$  – значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания) при  $i$ -ом измерении;

$n$  – число измерений.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения относительного СКО выходного сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 9.

11.2 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы хроматографа

Для хроматографа с детектором испарительного светорассеяния значение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы хроматограф не нормируются.

Выполняют операции по 11.1, измерения повторяют через 4 часа непрерывной работы хроматографа. Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{|\bar{X}_i - \bar{X}|}{\bar{X}_i} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $\bar{X}_i$  - среднее значение выходного сигнала (площади пика);

$\bar{X}$  - среднее значение выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы;

$\delta$  - относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы, %.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения изменения выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы не превышают значений, приведенных в таблице 9.

## 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 из-

мерений 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.

Заместитель начальника отдела ФГБУ "ВНИИМС"



Д.А. Пчелин

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

О.Л. Рутенберг

Инженер 1 категории ФГБУ "ВНИИМС"



Д.Р. Гуммель

## ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

### МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

#### А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 7101-94 стандартный образец состава фенола с аттестованным значением молярной доли фенола от 99,30 % до 99,98 % и границами допускаемой абсолютной погрешности  $\pm 0,2\%$  при  $P=0,95$ .

А.1.2 ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр) с массовой концентрацией антрацена от 0,19 до 0,21  $\text{мг}/\text{см}^3$ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО  $\pm 2\%$  (при  $P=0,95$ ).

А.1.3 Весы лабораторные по ГОСТ ОIML R 76-1-2011, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

А.1.4 Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.5 Пипетки градуированные 1-2-2-1 по ГОСТ 29227-91.

А.1.6 Пипетки с одной отметкой 2-2-1 по ГОСТ 29169-91.

А.1.7 Цилиндр мерный 1-250-2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.8 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84; или с аналогичными характеристиками чистоты и оптического поглощения.

А.1.9 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.

А.1.10. Ацетат натрия 3-х водный по ГОСТ 199-78.

А.1.11 Уксусная кислота по ГОСТ 61-69.

А.1.12 Хлорид натрия по ГОСТ 4233-77.

#### А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Приготовление контрольного раствора антрацена

А.2.2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена 1  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $1 \cdot 10^{-3} \text{ мг}/\text{см}^3$ ).

0,5  $\text{см}^3$  ГСО состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,2  $\text{мг}/\text{см}^3$  градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100  $\text{см}^3$  и доводят объем до метки раствором элюента (ацетонитрил: вода с объемным отношением 80: 20).

А.2.2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена 100  $\text{мг}/\text{дм}^3$  в ацетонитриле

0,5  $\text{см}^3$  ГСО состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,2  $\text{мг}/\text{см}^3$  градуированной пипеткой переносят в хроматографическую виалу. В эту же виалу вносят 0,5  $\text{см}^3$  раствора элюента (ацетонитрил: вода с объемным отношением 80: 20). Перемешивают.

А.2.2.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена 100  $\text{мг}/\text{дм}^3$  в гептане  
0,5  $\text{см}^3$  ГСО состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,2  $\text{мг}/\text{см}^3$  градуированной пипеткой переносят в хроматографическую виалу. В эту же виалу вносят 0,5  $\text{см}^3$  раствора элюента (гептана). Перемешивают.

А.2.2.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена 200  $\text{мг}/\text{дм}^3$

Раствор с массовой концентрацией антрацена 200  $\text{мг}/\text{дм}^3$  соответствует ГСО состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,2  $\text{мг}/\text{см}^3$ .

А.2.2 Приготовление контрольного раствора фенола

А.2.2.1 Приготовление раствора фенола с массовой концентрацией 1  $\text{г}/\text{дм}^3$

Навеску ( $0,1 \pm 0,001$ ) г ГСО состава фенола количественно переносят в мерную колбу на  $100 \text{ см}^3$  и доводят до метки элюентом (ацетонитрил: ацетатный буфер ( $\text{pH}=5$ ) в объемном соотношении 32:68). Тщательно перемешивают.

**A.2.2.2 Приготовление раствора фенола с массовой концентрацией  $1 \text{ мг}/\text{дм}^3$**

$1 \text{ см}^3$  раствора фенола с массовой концентрацией  $1 \text{ г}/\text{дм}^3$  пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  и доводят объем до метки элюентом (ацетонитрил: ацетатный буфер ( $\text{pH}=5$ ) в объемном соотношении 32:68). Тщательно перемешивают.

**A.2.2.3 Приготовление контрольного раствора фенола с массовой концентрацией  $10 \text{ мкг}/\text{дм}^3$**

$1 \text{ см}^3$  раствора фенола с массовой концентрацией  $1 \text{ мг}/\text{дм}^3$  пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  и доводят объем до метки элюентом (ацетонитрил: ацетатный буфер ( $\text{pH}=5$ ) в объемном соотношении 32:68). Тщательно перемешивают.

**A.2.3. Приготовление элюента ацетонитрил: ацетатный буфер ( $\text{pH}=5$ ) в объемном соотношении 32:68**

**A.2.3.1 Приготовление ацетатного буферного раствора.**

Для приготовления  $1 \text{ дм}^3$  буферного раствора взвешивают  $(6,8 \pm 0,1)$  г ацетата натрия 3-х водного и  $(0,15 \pm 0,01)$  г хлорида калия. Полученные навески переносят в мерную колбу и наполовину заполняют ее деионизированной водой. Затем в мерную колбу добавляют  $1 \text{ см}^3$  уксусной кислоты, тщательно перемешивают и доводят объем в колбе до метки деионизированной водой. Значение  $\text{pH}$  полученного буферного раствора должно составлять  $(5,0 \pm 0,2)$ .

**A.2.3.2 Приготовление элюента ацетонитрил: ацетатный буфер ( $\text{pH}=5$ ) в объемном соотношении 32:68**

Для приготовления  $250 \text{ см}^3$  элюента смешивают  $80 \text{ см}^3$  ацетонитрила и  $170 \text{ см}^3$  ацетатного буферного раствора, приготовленного по А.2.3.1. Полученную смесь тщательно перемешивают.