



Руководителю  
Федерального научного центра  
"ВНИИМС"

В.Н.Яншин

"20" \_\_\_\_\_ 2010 г.

## ИНСТРУКЦИЯ

### Хроматографы ионные

ICS-1000, ICS-1100, ICS-1500, ICS-1600, ICS-2000, ICS-2100,  
ICS-2500, ICS-3000, ICS-5000

### Методика поверки

ч.р 29799-10

Москва 2010 г.

Настоящая инструкция распространяется на хроматографы ионные ICS-1000, ICS-1100, ICS-1500, ICS-1600, ICS-2000, ICS-2100, ICS-2500, ICS-3000, ICS-5000 фирмы "DIONEX Corporation", США с детекторами: кондуктометрическими (встроенными и внешними: CD20, CD25, CD25A), фотометрическими (AD25, ICS-VWD-3100, ICS-VWD-3400), диодно-матричными (PDA-100, ICS-PDA), электрохимическим (ICS-3000, ED40, ED50, ED50A) – и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта инструкции
Внешний осмотр	4.1
Опробование:	4.2
– определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	4.2.1–4.2.3
– определение дрейфа нулевого сигнала	4.2.4
Определение метрологических характеристик:	4.3
– определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов	4.3.1–4.3.3
– определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы	4.3.4–4.3.5

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 7258–96 состава водного раствора нитрат–ионов, массовая концентрация нитрат–ионов 1 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность  $\pm 1\%$ ;
- деионизованная вода (18 МОм);
- кофеин по ФС 42–2426–86 (содержание основного вещества не менее 99%).
- ГСО 7474–98 состава водного раствора натрий–ионов, массовая концентрация натрий–ионов 1,0 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность  $\pm 1\%$ ;
- ГСО 7101-94 состава фенола, масса фенола 0,1 г, относительная погрешность  $\pm 0,2\%$ ;
- ГСО 7270-96 состава фенола в этаноле, массовая концентрация фенола 1 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность  $\pm 1\%$ .

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным выше.

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
– атмосферное давление, кПа	84 ÷ 106,7
– относительная влажность воздуха, %	30 ÷ 90
– напряжение переменного тока, В	220 ± 22
– частота сети, Гц	50 ± 1

3.2 Подготовительные работы выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

3.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы, назначение и содержание анализируемых компонентов в которых приведены в таблице 2.

3.4 Процедура приготовления контрольных растворов приведена в приложении 1. Таблица 2

Контрольный раствор	Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	Объем пробы, мм <sup>3</sup>	Элюент	Скорость потока, см <sup>3</sup> /мин	Детектор
Кофеин в деионизированной воде	10	20	Деионизованная вода	1,0	Фотометрические AD25, ICS-VWD-3100, ICS-VWD-3400, диодноматричные PDA-100, ICS-PDA
Раствор нитрат-ионов (для определения анионов)	10	20	Деионизованная вода	1,0	Кондуктометрические ICS-1000, ICS-1100, ICS-1500, ICS-1600, ICS-2000, ICS-2100, ICS-3000, ICS-5000, ED40, ED50, ED50A (в режиме кондуктометрии), CD20, CD25, CD25A
Раствор натрий-ионов (для определения катионов)	10	20	Деионизованная вода	1,0	Кондуктометрические ICS-1000, ICS-1100, ICS-1500, ICS-1600, ICS-2000, ICS-2100, ICS-3000, ICS-5000, ED40,

Контрольный раствор	Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	Объем пробы, мм <sup>3</sup>	Элюент	Скорость потока, см <sup>3</sup> /мин	Детектор
					ED50, ED50A (в режиме кондуктометрии), CD20, CD25, CD25A
Фенол	5	20	Ацетонитрил - вода + монохлоруксусная кислота	1,0	Электрохимические ED40, ED50, ED50A, ICS-3000 и ICS-5000

#### 4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

##### 4.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

##### 4.2 Опробование

При опробовании проводят определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала и предела детектирования.

4.2.1 Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют при условиях, указанных в таблице 3, в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

Измерения проводят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр с внутренним диаметром 0.075 мм длиной не менее 6 м.

4.2.2 После выхода хроматографа на режим записывают в течение 30 мин. часа нулевой сигнал каждого детектора на наиболее чувствительной шкале в координатах оптическая плотность (ток, напряжение, удельная электрическая проводимость) – время.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ( $\Delta x$ ) принимают равным максимальному значению амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с.

Значения дрейфа нулевого сигнала принимают равным смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.

Таблица 3.

Условия поверки	Детекторы		
	Фотометрические AD25, ICS-VWD-3100, ICS-VWD-3400, диодноматричные PDA-100, ICS-PDA	Кондуктометрические ICS-1000, ICS-1100, ICS-1500, ICS-1600, ICS-2000, ICS-2100, ICS-3000, ICS-5000, ED40, ED50, ED50A (в режиме кондуктометрии), CD20, CD25, CD25A	Электрохимические ED40, ED50, ED50A, ICS-3000 и ICS-5000
Элюент	Деионизованная вода по п.2.1.	Деионизованная вода по п.2.1.	Сухая ячейка или имитатор.
Длина волны	254 нм	—	—
Скорость потока элюента	1 см <sup>3</sup> /мин	1 см <sup>3</sup> /мин	—
Постоянная времени	2 с	1 с	2 с

4.2.3 Значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала не должны превышать, соответственно:

Фотометрический AD25	$4 \times 10^{-5}$ е.о.п.
Фотометрические ICS-VWD-3100, ICS-VWD-3400	$1 \times 10^{-5}$ е.о.п.
Диодноматричные PDA-100, ICS-PDA	$1 \times 10^{-4}$ е.о.п.
Кондуктометрические ICS-1000, ICS-1100, ICS-1500, ICS-1600, ICS-2000, ICS-2100, ICS-3000, ICS-5000, CD20, CD25, CD25A, ED40, ED50, ED50A (в режиме кондуктометрии)	$2 \times 10^{-9}$ См
Электрохимические ED40, ED50, ED50A (в режиме постоянно-токовой амперометрии)	$4 \times 10^{-12}$ А
Электрохимические ED40, ED50, ED50A (в режиме интегральной амперометрии)	$4 \times 10^{-12}$ Кл
Электрохимический ICS-3000 и ICS-5000 (в режиме постоянно-токовой амперометрии)	$5 \times 10^{-12}$ А
Электрохимический ICS-3000 и ICS-5000 (в режиме интегральной амперометрии)	$80 \times 10^{-12}$ Кл

4.2.4 Значения дрейфа нулевого сигнала не должны превышать, соответственно:

Фотометрический AD25, ICS-VWD-3100, ICS-VWD-3400	$2 \times 10^{-4}$ е.о.п./час
Диодноматричные PDA-100, ICS-PDA	$1 \times 10^{-3}$ е.о.п./час
Кондуктометрические ICS-1000, ICS-1100, ICS-1500, ICS-1600,	$20 \times 10^{-9}$ См/час

ICS-2000, ICS-2100, ICS-3000, ICS-5000, CD20, CD25, CD25A, ED40, ED50, ED50A (в режиме кондуктометрии)

Электрохимические ED40, ED50, ED50A (в режиме постоянно-токовой амперометрии)  $4 \times 10^{-12}$  А/час

Электрохимические ED40, ED50, ED50A (в режиме интегральной амперометрии)  $4 \times 10^{-12}$  Кл/час

Электрохимический ICS-3000 и ICS-5000 (в режиме постоянно-токовой амперометрии)  $5 \times 10^{-12}$  А/час

Электрохимический ICS-3000 и ICS-5000 (в режиме интегральной амперометрии)  $80 \times 10^{-12}$  Кл/час

#### 4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать п.3.1.

4.3.2 Контрольную смесь (табл.2.) вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходного сигнала (времени удерживания и площади пика) вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала ( $\bar{X}$ ).

4.3.3 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле:

$$S = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}{n-1}},$$

где  $X_i$  – i-ое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать норм, приведенных в таблице 4.

4.3.4 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы.

Условия измерений аналогичны, описанным в п.3.1. Проводят операции, по п.4.3.2. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.4.3.2.

Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле:

$$\delta_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100$$

где  $\bar{X}_i$  – среднее арифметическое значение выходного сигнала через 8 часов непрерывной работы.

4.3.5 Значения относительного изменения выходного сигнала не должны превышать норм, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Хроматограф	Норма		
	Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов (%)		Относительное изменение выходного сигнала площади пика за 8 часов непрерывной работы (%)
	Время удерживания	Площадь пика	
ICS-1000, ICS-1100, ICS-1500, ICS-1600, ICS-2000, ICS-2100, ICS-3000, ICS-5000	1,5	1,5	3
ICS-3000, ICS-5000 с детекторами AD25, ICS-VWD-3100, ICS-VWD-3400, PDA-100, ICS-PDA	1,5	4	3
ICS-2500 с детекторами AD25, PDA-100, CD20, CD25, CD25A, ED40, ED50, ED50A	1,5	4	5

## 5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол.

5.2 Положительные результаты поверки хроматографов оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

5.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Хроматографы изымаются из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

5.4 После ремонта хроматографы подвергают поверке.

## Приложение 1

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления аттестованных водных растворов кофеина, нитрат-иона, натрий-иона, раствора фенола в диапазоне массовой концентрации (5 – 10) мг/дм<sup>3</sup>.

## 1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

1.1 ГСО состава раствора нитрат-ионов.

1.2 ГСО состава раствора натрий-ионов

1.3 Весы лабораторные по ГОСТ 24104-01, с верхним пределом взвешивания 200 г.

1.4 Мера массы (гири), 2–01 класс точности, ГОСТ 7328.

1.5 Колбы мерные наливные 2–100–2 по ГОСТ 1770-74

1.6 Пипетки градуированные 1–2–2–0,5 по ГОСТ 29227 (I)

1.7 Стаканы В–1–50ТС по ГОСТ 25336

1.8 Кофеин по ФС 42–2426–86

1.9 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

1.10 ГСО состава фенола

## 2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление раствора нитрат-ионов с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>

1 см<sup>3</sup> раствора ГСО с массовой концентрацией нитрат-ионов 1 мг/дм<sup>3</sup> пипеткой, вместимостью 1 см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации нитрат-ионов в растворе не более 1,2%.

2.2 Приготовление раствора натрий-ионов с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>

1 см<sup>3</sup> раствора с массовой концентрацией натрий-ионов 1 мг/дм<sup>3</sup> пипеткой, вместимостью 1 см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки деионизованной водой.

Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации натрий-ионов в растворе не более 1,2%.

## 2.3 Приготовление исходного раствора кофеина

2.3.1 Взвешивают в стакане около 200 мг кофеина, добавляют в стакан 25 мл дистиллированной воды, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Ополаскивают стакан дистиллированной водой, переносят ее в мерную колбу, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Содержание кофеина в исходном растворе в растворе (C<sup>0</sup>, мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле

$$C_0 = \frac{m}{V_{100} \cdot 10^{-3}} = \frac{m}{0,1},$$



где  $m$  – масса кофеина, мг

$V_{100}$  – вместимость мерной колбы,  $V = 100 \text{ см}^3$ .

2.3.2 Приготовление аттестованного раствора кофеина с массовой концентрацией  $10 \text{ мг/дм}^3$ .

$1 \text{ см}^3$  исходного раствора кофеина переносят пипеткой вместимостью  $1 \text{ см}^3$  в мерную колбу вместимостью  $200 \text{ см}^3$ . Доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Массовую концентрацию в  $\text{мг/дм}^3$  кофеина в аттестованном растворе находят следующим образом:

$$C_0 = \frac{C_0 \cdot V_n}{V_{200}},$$

где  $V_n$  – вместимость пипетки,  $V_n = 1 \text{ см}^3$ ;

$V_{200}$  – вместимость мерной колбы,  $V_{200} = 200 \text{ мл}$ .

2.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией фенола  $5 \text{ мг/дм}^3$

$1 \text{ см}^3$  ГСО фенола в этаноле пипеткой вместимостью  $1 \text{ см}^3$  переносят в мерную колбу вместимостью  $200 \text{ см}^3$  и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом.

Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации в растворе не более  $1,4\%$ .