

СОГЛАСОВАНО

Главный метролог

ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»

В. А. Лапшинов

М.п. «04» апреля 2025 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные Agilent 1260 Infinity III

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-700-2025

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные Agilent 1260 Infinity III (далее – хроматографы), представленные в Приложении Г данной методики поверки и предназначенные для измерения содержания компонентов в жидких пробах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

1.2 Настоящая методика поверки устанавливает методы и средства первичной поверки хроматографа перед вводом в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.3 При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки прослеживаемость поверяемых хроматографов реализуется путем применения методик измерений с использованием государственных стандартных образцов утвержденного типа:

- при применении стандартного образца состава кофеина (Кфн СО УНИИМ) ГСО 11872-2022 к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2024, согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утверждённой Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3158 от 28.12.2024 г.;

- при применении стандартного образца сахарозы (Сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022 к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019, согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утверждённой Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 г. с внесением изменений в приложение А в соответствии с Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 761 от 17.05.2021 г.;

- при применении стандартного образца состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр) ГСО 8749-2006 к Государственному первичному эталону единицы массы – килограмму ГЭТ 3-2020, согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений массы, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1622 от 04.07.2022, и к Государственному первичному эталону единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ ГЭТ 216-2018, согласно государственной поверочной схеме для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2356 от 26.09.2022 г.

1.4 Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенные измерения поверяемым средством измерений величины, воспроизводимой стандартным образцом.

1.5 На основании письменного заявления владельца хроматографа или лица, предоставившего хроматограф на поверку, оформленного в произвольной форме, в случае наличия нескольких детекторов на поверяемом хроматографе, допускается проведение периодической поверки на меньшем числе детекторов с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

| Наименование операции поверки | Обязательность проведения операции при поверке | | Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|---------------|--|
| | первичной | периодической | |
| 1 Внешний осмотр средства измерений | да | да | 7 |
| 2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений | да | да | 8 |
| 2.1 Контроль условий поверки | да | да | 8.1 |
| 2.2 Подготовка к поверке средства измерений | да | да | 8.2 |
| 2.3 Опробование средства измерений | да | да | 8.3 |
| 3 Проверка программного обеспечения средства измерений | да | да | 9 |
| 4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | да | да | 10 |
| 4.1 Определение предела детектирования | да | да | 10.1 |
| 4.2 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика, по времени удерживания) | да | да | 10.2 |
| 4.3 Определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы | да | да | 10.3 |

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха, °C

от +15 до +25

относительная влажность окружающего воздуха, %

от 20 до 80

атмосферное давление, кПа

от 84 до 106

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации хроматографа и имеющие навыки работы с хроматографом.

4.2 Для получения результатов измерений, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего (эксплуатирующего) хроматограф (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 2 - Средства поверки

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|--|--|
| п. 8 Контроль условий поверки (при подготовке к | Средство измерений: | Измеритель влажности и температуры |

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|---|--|---|
| поверке и опробовании средства измерений) | - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °С до + 25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ °С; - атмосферного давления в диапазоне от 84 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью: $\pm 0,3$ кПа - относительной влажности воздуха от 20 % до 80 % с погрешностью ± 2 % | ИВТМ-7 рег. № 71394-18 |
| п. 10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | Стандартные образцы состава кофеина, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли кофеина от 97,00 % до 99,99 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО ± 1 %; Стандартные образцы состава сахарозы, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли сахарозы от 95,00 % до 100,00 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности $\pm 0,90$ %; Стандартные образцы состава раствора антрацена в ацетонитриле, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ± 2 % | Стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ), ГСО 11872-2022; Стандартный образец состава сахарозы (Сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022; Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр), ГСО 8749-2006 |
| Вспомогательные средства: -Ацетонитрил для градиентной ВЭЖХ «ос.ч.», ТУ 20.14.43-005-62112778-2020; -Вода для лабораторного анализа 1-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005; -Дозатор пипеточный DLAB HiPette 100-1000 мкл, рег. № 85773-22 или пипетка градуированная вместимостью 0,5 см ³ 1 класса, ГОСТ 29227-91; -Весы неавтоматического действия ACCULAB ATL модификации ACCULAB ATL-80d4, рег. № 57188-14, максимальная нагрузка 80 г, класс точности I; -Колбы конические Кн 01-2000-14/23-ТСХ, Кн 01-500-14/23-ТСХ, ГОСТ 25336-82; -Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74; -Мешалка магнитная ПЭ-6100; -Устройство для фильтрации подвижной фазы в сборе с фильтрующей насадкой вместимостью 500 см ³ и приемной колбой – на 2 дм ³ в комплекте с мини-насосом для создания вакуума; -Ультразвуковая ванна; -Хроматографическая колонка ZORBAX SB-C18 (4,6×150 мм, 5 мкм); -Хроматографическая колонка ZORBAX Original NH2 (4,6×150 мм, 5 мкм); -Мембранные фильтры 0,45 мкм, PTFE | | |
| Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице. | | |

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации.

6.2 При проведении поверки хроматограф должен быть надежно заземлен.

6.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.4 Следует выполнять требования, изложенные в документах:

- «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии. ПТЭЭП» (с изменениями 2022 г.), утвержденные приказом Минэнерго России от 12 августа 2022 года N 811.

- «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные приказом Минтруда России от 15.12.2020 N 903н (ред. от 29.04.2022).

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре проверяют:

- отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на процесс поверки хроматографа;
- правильность установки хроматографа;
- соответствие комплектации хроматографа эксплуатационной документации на него;
- соответствие внешнего вида хроматографа описанию и изображению, приведенному в описании типа;
- правильность подключения капилляров и колонок хроматографа;
- возможность идентификации средства измерений по маркировке;
- исправность органов управления, настройки и коррекции.

7.2 Результат внешнего осмотра считается положительным, если хроматограф соответствует требованиям, перечисленным в п. 7.1. Если перечисленные требования не выполняются, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где будет проходить поверка средств измерений, необходимо провести контроль условий окружающей среды – определить температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля условий окружающей среды отображают в рабочих записях и в протоколе поверки.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 При подготовке к поверке необходимо провести следующие операции.

- ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф, описанием программного обеспечения и настоящей методикой поверки;
- убедиться, что хроматограф подготовлен к работе согласно указаниям Руководства по эксплуатации;
- убедиться, что выполнены мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- убедиться, что эталоны выдержаны при температуре поверки не менее 24 ч.;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации.

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 Включают питание хроматографа на всех блоках. Прогревают хроматограф в течение одного часа. Устанавливают хроматографическую колонку в термостат. Устанавливают поток 1 мл/мин для детектора с диодной матрицей или 0,6 мл/мин для флуориметрического детектора, проверяют отсутствие течей подвижной фазы в местах соединений. Удостоверяются в стабильности давления подвижной фазы на входе в колонку.

8.3.2 Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Перед проведением измерений хроматограф должен прокачивать поток элюента для стабилизации определяемых параметров не менее двух часов. Поток при этом допускается снизить в два раза от указанного в п.8.3.1.

Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов проводится с помощью программного обеспечения хроматографа. Для этого следует снять базовую линию в течение не менее 30 минут.

Измерение уровня флуктуационных шумов проводится по алгоритму Peak-to-Peak и определяется за любой 1 минутный отрезок времени, начиная с 10 минуты записи хроматограммы базовой линии. Дрейф, начиная с 10-ой минуты записи хроматограммы базовой линии, определяется за 20 минутный отрезок времени и автоматически пересчитывается программой как за один час.

Примечание – Для детектора FLD уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не нормируется, поэтому для данного детектора определяется только уровень флуктуационных шумов для расчета предела детектирования.

8.3.3 Результат опробования хроматографа считается положительным, если отсутствуют сообщения об ошибках и неисправностях в работе каждого блока, хроматограф стабильно держит давление, полученные значения дрейфа и уровня флуктуационных шумов не превышают значений, указанных в описании типа. Если перечисленные условия не выполняются, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия программного обеспечения (далее – ПО) выполняют следующие операции:

9.1.1 Запускают программу OpenLab CDS 2.

9.1.2 В верхнем левом углу кликают на вкладку «File», далее нажимают кнопку «About».

9.1.3 В открывшемся окне появляются идентификационные данные ПО хроматографа

9.1.4 Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в Таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|--|---------------|
| Идентификационное наименование | OpenLab CDS 2 |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже | 2.8 |

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО считается положительным, если номер версии ПО хроматографа не ниже указанного в таблице 3. Если это условие не выполняется, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение предела детектирования

10.1.1 С помощью ПО задают условия проведения анализа из Таблицы Б.1 Приложения Б, для этого создают метод и последовательность в соответствии с Руководством по эксплуатации. Дожидаются, пока хроматограф выйдет на режим с заданными условиями.

10.1.2 В инжектор хроматографа вводят 20 мкл контрольного раствора. Состав и концентрация контрольных растворов приведены в таблице Б.1 Приложения Б.

10.1.3 Регистрируют хроматограмму.

10.1.4 После записи хроматограммы проводят ее обработку с помощью ПО и рассчитывают предел детектирования, C_{min} , г/см³, по формуле (1):

$$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S \cdot V}, \quad (1)$$

$$G = V_{\text{пр}} \cdot C_{\text{комп}}, \quad (2)$$

где ΔX – уровень флуктуационных шумов, Б, мВ/ч, ед. рефр. (в зависимости от типа детектора), определенный по п. 8.3.2;
 S – площадь пика, Б·с, мВ/ч·с, ед.рефр·с;
 V – скорость потока (расход) элюента, мл/с;
 G – масса контрольного вещества, г, рассчитанная по формуле (2);
 $V_{\text{пр}}$ – объем введенной пробы, см³;
 $C_{\text{комп}}$ – концентрация введенного компонента.

10.1.5 Результат определения предела детектирования считается положительным, если полученное значение предела детектирования C_{min} для поверяемого детектора не превышает значения, указанного в таблице А.1 Приложения А.

10.2 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (площади пика, по времени удерживания).

10.2.1 В инжектор хроматографа последовательно вводят каждый контрольный раствор из таблицы Б.1 Приложения Б не менее 5 раз.

10.2.2 Регистрируют хроматограммы после каждого введения, затем обрабатывают их с помощью ПО.

10.2.3 Фиксируют площадь пика (далее – S_i) и время удерживания (далее – t_i) контрольного компонента. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения», п. 3.21), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

10.2.4 Рассчитывают относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала (площади пика), S_s , в %, по формуле (3):

$$S_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n - 1}} \quad (3)$$

где S_i – площадь пика i -го измерения, Б·с, мВ/ч·с, ед. рефр·с;

n – число полученных результатов измерений;

\bar{S} – среднеарифметическое значение площади пика, Б·с, мВ/ч·с, ед.рефр·с.

10.2.5 Рассчитывают относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала (по времени удерживания), t_t , в %, по формуле (4):

$$t_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n - 1}} \quad (4)$$

где t_i – время удерживания i -го измерения, с;

n – число полученных результатов измерений;

\bar{t} – среднеарифметическое значение времени удерживания, с.

10.2.6 Результат определения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика, по времени удерживания) считается положительным, если полученное значение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика, по времени удерживания) для проверяемого детектора не превышает значения, указанного в Таблице А.1 Приложения А.

Пр и м е ч а н и е – Допускается определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала совмещать с определением предела детектирования по п. 10.1.

10.3 Определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы

Внимание! Необходимо убедиться, что запаса подвижной фазы (элюента) будет достаточно для работы хроматографа в течение не менее 4 часов.

10.3.1 После проведения операций по п. 10.1-10.2 оставляют хроматограф в рабочем режиме на 4 часа. Затем в инжектор запускают контрольный раствор не менее двух раз, регистрируют хроматограмму, фиксируют значения выходного сигнала и вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала.

10.3.2 Относительное изменение выходного сигнала (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (5):

$$\delta = \frac{|\bar{X}_i - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (5)$$

где \bar{X}_i – среднее арифметическое значение параметров выходного сигнала в начальный момент времени;

\bar{X} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (по площади пика) через 4 часа непрерывной работы.

10.3.3 Результат операции поверки считают положительным, если полученное значение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) хроматографа за 4 часа непрерывной работы не превышает значений, указанных в Таблице А.1 Приложения А.

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений.

11.2 Результаты поверки хроматографа подтверждаются сведениями, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком, установленным действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

11.3 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке по форме, установленной в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений, заверяемой подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки.

11.4 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, отрицательные результаты поверки оформляют извещением о непригодности к применению средства измерений по форме, установленной в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

Ведущий инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»



Г.С. Володарская

Инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»



О.Н. Бегутова

Приложение А
(обязательное)

Метрологические характеристики хроматографов

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

| Наименование характеристики | Значение |
|---|---|
| Предел детектирования, г/см ³ , не более: - DAD по кофеину или антрацену - FLD по антрацену - RID по сахарозе - VWD по кофеину | 3,0·10 ⁻⁹ 2,0·10 ⁻¹² 2,0·10 ⁻⁷ 2,0·10 ⁻⁹ |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений для детекторов DAD, FLD, RID, VWD (по площади пика, по времени удерживания), % | 10 |
| Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 ч непрерывной работы, % - DAD - FLD - RID - VWD | ±3,0 ±4,0 ±4,0 ±3,0 |

Приложение Б
(обязательное)

Хроматографические условия для проведения поверки

Таблица Б.1 - Хроматографические условия для проведения поверки

| Детектор | DAD | FLD | RID | VWD |
|---|---|---|--|---|
| Контрольный раствор, массовая концентрация определяемого компонента | Кофеин/ацетонитрил, 12,5 мкг/см ³ | Антрацен/ацетонитрил, 5 мкг/дм ³ | Сахароза, 200 мкг/см ³ | Кофеин/ацетонитрил, 12,5 мкг/см ³ |
| Хроматографическая колонка ^{1) 2)} | Колонка длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм | Колонка длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм | Колонка длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом NH ₂ , фракции 5 мкм | Колонка длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм |
| Подвижная фаза (элюент) | 80 % ацетонитрил/ 20 % вода | 80 % ацетонитрил/ 20 % вода | Дистиллированная вода | 80 % ацетонитрил/ 20 % вода |
| Расход элюента, мл/мин | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Объем дозирования пробы, мкл | 20 | 20 | 20 | 20 |
| Температура колонки, °С | 25±5 | 25±5 | 80 | 25±5 |
| Рабочая длина волны детекторов | 273 нм | возб. – 350 нм эмисс. – 375 нм | - | 273 |

¹⁾ При проведении операций поверки на определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа рекомендуется, во избежание влияния фазы колонок, заменять их на рестрикторы (пустотелая колонка с диаметром 0,12 мм или капилляры);

²⁾ Допускается использование аналогичных колонок других размеров и фракций, при этом изменять сорбент категорически запрещено!

Приложение В (обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов

В.1 Средства измерений, реактивы, материалы

Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74;
 Дозатор пипеточный DLAB HiPette 100-1000 мкл, рег. № 85773-22 или пипетки мерные 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91;
 Стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ), ГСО 11872-2022;
 Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр), ГСО 8749-2006;
 Стандартный образец состава глюкозы (Гл-ВНИИМ-ЭС), ГСО 11989-2022;
 Колбы конические Кн 01-2000-14/23-ТСХ, ГОСТ 25336-82;
 Колбы мерные 2(4)-50-2, ГОСТ 1770-74;
 Цилиндры мерные 2-500-2, 2-2000-2, ГОСТ 1770-74;
 Мешалка магнитная ПЭ-6100;
 Устройство для фильтрации подвижной фазы в сборе с фильтрующей насадкой вместимостью 500 см³ и приемной колбой – на 2 дм³ в комплекте с мини-насосом для создания вакуума;
 Ультразвуковая ванна;
 Мембранные фильтры 0,45 мкм, PTFE;
 Ацетонитрил для градиентной ВЭЖХ «ос.ч.», ТУ 20.14.43-005-62112778-2020;
 Вода для лабораторного анализа 1-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005

Допускается использовать при приготовлении растворов другие утвержденные и аттестованные средства измерений, реактивы, материалы утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям

В.2 Приготовление подвижной фазы

В коническую колбу вместимостью 2000 см³ при помощи мерного цилиндра помещают 1600 см³ ацетонитрила и 400 см³ воды для лабораторного анализа, закрывают крышкой и ставят на мешалку для тщательного перемешивания подвижной фазы в течение не менее 30 минут. Затем фильтруют полученный элюент на устройстве для фильтрации. Помещают полученную подвижную фазу в ультразвуковую ванну на 10 минут.

В.3 Приготовление контрольных растворов

В.3.1 Приготовление контрольного раствора антрацена

Раствор 1: Дозатором или пипеткой переносят 0,25 см³ ГСО антрацена в колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки ацетонитрилом и аккуратно перемешивают.

Раствор 2: Дозатором или пипеткой отбирают аликвоту 0,2 см³ раствора 1 в колбу вместимостью 20 см³, доводят до метки ацетонитрилом и аккуратно перемешивают. Раствор 2 используют для проведения поверки флуориметрического детектора FLD. Раствор 2 пригоден для использования в течение 24 часов с момента приготовления.

Массовую концентрацию антрацена в полученном растворе, $C_{ан}$, мкг/см³, рассчитывают по формуле В.1:

$$C_{ан} = \frac{C_{ГСО\ ан} \cdot V_{ал1} \cdot V_{ал2}}{V_{к1} \cdot V_{к2}}, \quad (В.1)$$

где $C_{ГСОан}$ – аттестованное значение массовой концентрации антрацена в ГСО, мкг/см³;
 $V_{ал1}$ – объем аликвоты ГСО, см³;
 $V_{ал2}$ – объем аликвоты раствора 1;
 $V_{к1}$ – объем колбы для приготовления раствора 1, см³;
 $V_{к2}$ – объем колбы для приготовления раствора 2, см³

В.3.2 Приготовление контрольных растворов кофеина и сахарозы

Навеску ГСО (12,5 мг – для кофеина, 200 мг – для сахарозы) взвешивают на аналитических весах с точностью до четвертого десятичного знака, далее помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют указанный в таблице Б.1 Приложения Б растворитель на треть объема колбы и перемешивают до растворения. Затем доводят растворителем до метки, закрывают колбу пробкой и перемешивают. Растворы пригодны для использования в течение трех суток с момента приготовления.

Массовую долю кофеина (сахарозы) в полученном растворе, C_k ($C_{сах}$), мкг/см³, рассчитывают по формуле В.2:

$$C_k (C_{сах}) = \frac{C_{ГСО} \cdot m_{нав}}{100 \cdot V_k}, \quad (В.2)$$

где $C_{ГСО}$ – аттестованное значение массовой доли кофеина (сахарозы) в ГСО, %;
 $m_{нав}$ – навеска кофеина (сахарозы), мкг;
 V_k – объем колбы для приготовления раствора, см³

В.4 Расчет абсолютной погрешности приготовления контрольных растворов

Абсолютную погрешность приготовления контрольных растворов рассчитывают по формуле В.3:

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2 + \delta_4^2}, \quad (В.3)$$

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (В.4)$$

где ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);
 V_k – объем мерной колбы, см³;
 δ_1 – погрешность мерной колбы, рассчитанная по формуле (В.4);
 δ_2 – границы относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца, взятые из паспорта, %;
 δ_3 – погрешность дозатора, %;
 δ_4 – погрешность весов, %.

П р и м е ч а н и е – При определении абсолютной погрешности учитываются погрешности только тех средств измерений и лабораторной посуды, которые использовались при приготовлении контрольных растворов.

Приложение Г
(обязательное)

Образцы хроматографов, на которые распространяется данная методика поверки

Таблица 1 – Комплектация хроматографов жидкостных Agilent 1260 Infinity III с указанием заводских номеров детекторов

| № п/п | Детекторы, зав.№ | | | | Насосы | | Термо- стат G7116A | Авто- семплер G7129A |
|--|------------------|----------------|----------------|----------------|--------|--------|--------------------------|----------------------------|
| | DAD | FLD | RID | VWD | G7111A | G7111B | | |
| 1 | DEGC 535390 | - | - | - | - | + | + | + |
| 2 | DEGC 525756 | - | - | - | - | + | + | + |
| 3 ¹⁾ | DEGC 921964 | DEGEJ 21418 | - | - | - | + | + | + |
| 4 ¹⁾ | DEGC 305916 | - | DEGEH 41255 | - | - | + | + | + |
| 5 ¹⁾ | DEGC 400846 | - | DEGEH 70526 | - | - | + | + | + |
| 6 ¹⁾ | - | - | DEGEH 59691 | DEGEA 81037 | - | + | + | + |
| 7 ¹⁾ | - | DEGEJ 81587 | DEGEH 85615 | DEGEA 43666 | - | + | + | + |
| 8 ¹⁾ | - | DEGEJ 84751 | DEGEH 89062 | DEGEA 14547 | - | + | + | + |
| 9 ¹⁾ | DEGC 833152 | - | DEGEH 59081 | - | + | - | + | + |
| ¹⁾ Хроматографы под данными порядковыми номерами могут использоваться с одним или несколькими детекторами, из ряда, указанного в комплектации | | | | | | | | |