

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»  
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиал



Е.П. Собина

04 2025 г.

«ГСИ. Хроматографы ионные Prin-Cen.

Методика поверки»

МП 10-241-2025

Екатеринбург

2025

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

- 1 РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ** с.н.с. лаборатории 241 Крашенинина М.П.
- 3 СОГЛАСОВАНА** директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в апреле 2025 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения .....	4
2	Нормативные ссылки .....	5
3	Перечень операций поверки .....	6
4	Требования к условиям проведения поверки .....	7
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку .....	7
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки .....	7
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	9
8	Внешний осмотр средства измерений .....	10
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	10
10	Проверка программного обеспечения средства измерений.....	11
11	Определение метрологических характеристик средства измерений .....	12
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	14
13	Оформление результатов поверки.....	16
	Приложение А .....	17

## 1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы ионные Prin-Cen (далее – хроматографы) и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка хроматографов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость хроматографа 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 схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761;

- 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 схемы для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 г. № 3158.

Настоящей методикой поверки предусмотрена поверка методом прямых измерений.

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки хроматографов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модели	
	IC-20	IC-50
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов, не более:		
Кондуктометрический, См	$0,5 \cdot 10^{-9}$	$0,5 \cdot 10^{-9}$
Электрохимический, Кл	-	$0,05 \cdot 10^{-9}$
Спектрофотометрический детектор с переменной длиной волны, Б	$50 \cdot 10^{-6}$	$50 \cdot 10^{-6}$

Наименование характеристики	Значение для модели	
	IC-20	IC-50
Дрейф нулевого сигнала детекторов, не более:		
Кондуктометрический, См/ч	$20 \cdot 10^{-9}$	$20 \cdot 10^{-9}$
Электрохимический, Кл/ч	-	$60 \cdot 10^{-9}$
Спектрофотометрический детектор с переменной длиной волны, Б/ч	$40 \cdot 10^{-5}$	$40 \cdot 10^{-5}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала детекторов хроматографа, %:		
– по времени удерживания:		
Кондуктометрический	0,3	0,3
Электрохимический	-	1,0
Спектрофотометрический детектор с переменной длиной волны	1,0	1,0
– по площади пика:		
Кондуктометрический	2,0	2,0
Электрохимический	-	3,0
Спектрофотометрический детектор с переменной длиной волны	2,0	2,0
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала хроматографа (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы детекторов, %	$\pm 3,0$	
Предел детектирования по нитрат-ионам или ионам натрия для кондуктометрического детектора, г/см <sup>3</sup>	$1,0 \cdot 10^{-9}$	
Предел детектирования по сахарозе для электрохимического детектора, г/см <sup>3</sup>	$1,0 \cdot 10^{-10}$	
Предел детектирования по антрацену для спектрофотометрического детектора с переменной длиной волны детектора, г/см <sup>3</sup>	$2,0 \cdot 10^{-9}$	

## 2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 г. № 761 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.12.2024 г. № 3158 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ ОИМЛ Р 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ТУ 6-09-5449-89 Ацетонитрил. Технические условия

### **3 Перечень операций поверки**

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первой проверке	периодической проверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение метрологических характеристик: - определение уровня флюктуационных шумов нулевого сигнала и дрейфа нулевого сигнала;	да	да	11.1
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	да	да	11.2
- определение относительного изменения выходного сигнала хроматографа (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы детекторов;	да	да	11.3
- определение предела детектирования.	да	да	11.4
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, хроматограф бракуется.

3.3 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

#### 4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 25;
  - относительная влажность воздуха, %, не более 80

## 5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке хроматографа допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с хроматографом.

## 6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	<p>Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры <math>\pm 1^{\circ}\text{C}</math>, относительной влажности <math>\pm 5,0\%</math>.</p> <p>Стандартный образец массовой концентрации нитрат-ионов, интервал допускаемых аттестованных значений от 0,95 до 1,05 <math>\text{mg}/\text{cm}^3</math>, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при <math>P=0,95 \pm 1,0\%</math></p> <p>Стандартный образец массовой концентрации ионов натрия, интервал допускаемых аттестованных значений от 0,95 до 1,05 <math>\text{mg}/\text{cm}^3</math>, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО при <math>P=0,95 \pm 1,0\%</math></p> <p>Стандартный образец состава сахарозы с массовой долей сахарозы от 95,0 % до 100,0 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности при <math>P=0,95 \% \pm 1,0\%</math></p> <p>Стандартный образец состава антрацена с массовой долей антрацена от 99,00 % до 99,80 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО при <math>P=0,95 \pm 0,36 \cdot (100-\omega)</math>, <math>\omega</math> – аттестованное значение СО, %</p>	<p>Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04</p> <p>Стандартный образец состава раствора нитрат-ионов ГСО 7793-2000</p> <p>Стандартный образец состава раствора ионов натрия ГСО 7775-2000</p> <p>Стандартный образец состава сахарозы (Сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022</p> <p>Стандартный образец состава раствора антрацена (Ант-ВНИИМ-ЭС) ГСО 12059-2022</p>
	Весы лабораторные электронные I (специальный) класс точности по ГОСТ OIML R 76-1, дискретность отчета не более 0,1 $\text{mg}$ Колбы мерные исполнения 2-200-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74 Пипетки градуированные исполнения 1-2-1 по ГОСТ 29169-91 Гидроксид натрия х.ч. по ГОСТ 4328-77 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии о.с.ч. по ТУ 6-09-5449-89 Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 Азот газообразный особой чистоты 1 сорт по ГОСТ 9293-74	

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Массовая концентрация нитрат-ионов 10 мг/дм <sup>3</sup>	Контрольный раствор нитрат ионов, приготовленный из ГСО 7793-2000 и воды для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 в качестве растворителя
	Массовая концентрация ионов натрия 10 мг/дм <sup>3</sup>	Контрольный раствор ионов натрия, приготовленный из ГСО 7775-2000 и воды для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 в качестве растворителя
	Массовая концентрация сахарозы 10 мг/дм <sup>3</sup>	Контрольный раствор, приготовленный из ГСО 11886-2022 и воды для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 в качестве растворителя
	Массовая концентрация антрацена 10 мг/дм <sup>3</sup>	Контрольный раствор, приготовленный из ГСО 12059-2022 и ацетонитрила в качестве растворителя

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы, а также утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

## 7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России № 903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

## 8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида хроматографа сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений хроматографа;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре хроматографа выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

## 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Включить хроматограф, запустить программное обеспечение хроматографа в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки в соответствии с инструкциями по применению и таблицей 4:

- приготовить контрольный раствор нитрат-ионов из ГСО 7793-2000 и воды для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 в качестве растворителя;
- приготовить контрольный раствор ионов натрия из ГСО 7775-2000 и воды для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 в качестве растворителя;
- приготовить контрольный раствор сахарозы из ГСО 11886-2022 и воды для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005 в качестве растворителя;
- приготовить контрольный раствор антрацена, приготовленный из ГСО 12059-2022 и ацетонитрила в качестве растворителя.

9.3 Приготовить по 500 см<sup>3</sup> подвижных фаз воды. Назначение контрольных растворов и подвижных фаз приведено в таблице 4. Процедура приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

Таблица 4 – Детекторы, контрольное вещество

Детектор	Контрольный раствор	Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	Объем пробы, мм <sup>3</sup>	Элюент	Скорость потока, см <sup>3</sup> /мин
Кондуктометрический детектор СД	Раствор нитрат-ионов или ионов натрия	10	25	Деионизованная вода	1,0

Детектор	Контрольный раствор	Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	Объем пробы, мм <sup>3</sup>	Элюент	Скорость потока, см <sup>3</sup> /мин
Электрохимический детектор ED	Раствор сахарозы	10	25	50 ммоль/дм <sup>3</sup> NaOH	1,0
Спектрофотометрический детектор с переменной длиной волны VWD	Раствор антрацена	10	25	80 % Ацетонитрил: 20 % деионизованная вода	1,0

9.4 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

#### 9.5 Опробование

При опробовании проверить действие органов управления и регулировки, соответствие функционирования всех узлов хроматографа, функциональных клавиш и программного обеспечения требованиям, изложенным в РЭ.

### 10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Провести проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) хроматографа. Наименование и версия ПО появляются при обращении к пункту меню «Help», расположенному на панели инструментов ПО хроматографа, затем «About EasySpec».



Рисунок 1 – Наименование и версия ПО

Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в таблице 5.

Таблица 5 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	EasySpec
Номер версии (идентификационный номер ПО)	4.x.xx.xxxx
Цифровой идентификатор ПО	-
<sup>1)</sup> «х» относится к метрологически не значимой части ПО и принимает значения от 0 до 9	

## 11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и дрейфа нулевого сигнала

11.1.1 Проводят определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала с кондуктометрическим детектором при следующих условиях:

- вместо колонки устанавливают последовательно два ограничивающих капилляра длиной 1 м и диаметром 0,1 мм и длиной 2 м и диаметром 0,5 мм соответственно;
- элюент – деионизованная вода;
- расход элюента -1 см<sup>3</sup>/мин;
- контрольный раствор - раствор нитрат-ионов или ионов натрия с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>;
- объем аликовты – 25 мм<sup>3</sup>.

С помощью ПО установить рабочие параметры хроматографа по п. 11.1.1. Осуществить закол контрольного раствора нитрат-ионов или ионов натрия, установить время анализа 65 минут.

11.1.2 Проводят определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала с электрохимическим детектором при следующим условиях:

- вместо колонки устанавливают последовательно два ограничивающих капилляра длиной 1 м и диаметром 0,1 мм и длиной 2 м и диаметром 0,5 мм соответственно;
- элюент - NaOH 50 ммоль/дм<sup>3</sup>;
- расход элюента – 1 см<sup>3</sup>/мин;
- контрольный раствор - раствор сахарозы с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>;
- объем аликовты – 25 мм<sup>3</sup>;
- настройки детектора (Au-электрод и Ag/AgCl – референсный электрод) в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6 – Настройки электрохимического детектора

Время, с	Потенциал, В	Интегрирование
0,00	+0,10	–
0,20	+0,10	+
0,40	+0,10	+
0,41	-2,00	–
0,42	-2,00	–
0,43	+0,60	–
0,44	-0,10	–
0,50	-0,10	–

Примечание – При работе с электрохимическим детектором важно минимизировать влияние кислорода на анализируемое вещество. Для этого элюент необходимо дегазировать и держать под газовой пробкой азота по ГОСТ 9293-74, а также убедиться, что все соединения и резервуары для элюента герметичны, чтобы минимизировать контакт с воздухом.

С помощью ПО установить рабочие параметры хроматографа по п. 11.1.2. Осуществить закол контрольного раствора сахарозы, установить время анализа 65 минут.

11.1.3 Проводят определение уровня флюктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала со спектрофотометрическим детектором с переменной длиной волны при следующим условиях:

- вместо колонки устанавливают последовательно два ограничивающих капилляра длиной 1 м и диаметром 0,1 мм и длиной 2 м и диаметром 0,5 мм соответственно;
- элюент – 80 % ацетонитрил: 20 % вода деионизованная;
- расход элюента – 1 см<sup>3</sup>/мин;
- контрольный раствор – раствор антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>;
- объем аликовты – 25 мм<sup>3</sup>;
- длина волны для антрацена 375 нм.

С помощью ПО установить рабочие параметры хроматографа по п. 11.1.3. Осуществить закол контрольного раствора антрацена, установить время анализа 65 минут.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

С помощью ПО установить рабочие параметры хроматографа по п.п. 11.1.1 – 11.1.3 в зависимости от детектора.

Для определения ОСКО выходного сигнала хроматограф должен быть подвергнут технологической наработке. Провести 10 вводов контрольного раствора (таблица 4) с регистрацией времени удерживания ( $t_i$ ) и площади пика контрольного вещества ( $S_i$ ).

11.3 Определение относительного изменения выходного сигнала хроматографа (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы детекторов

Через 4 часа непрерывной работы проводят повторную серию измерений в соответствии с п. 11.2.

11.4 Определение предела детектирования

11.4.1 При определении предела детектирования  $C_{min}$  использовать средние значения площадей пиков контрольных веществ, полученные при определении значений ОСКО площадей пиков п. 11.2.

## **12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям**

12.1 Для результатов измерений, полученных по 11.1, определить уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала и дрейфа нулевого сигнала.

За дрейф нулевого сигнала принять наибольшее смещение средней линии нулевого сигнала в течение 1 часа.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным максимальному значению амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с.

С помощью ПО EasySpec открыть хроматограмму, полученную в условиях, указанных в п. 11.1. Провести определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и дрейфа нулевого сигнала:

- нажать кнопку «Method Editor» (задать начальные условия для интегрирования);
- нажать кнопку «Detect» (ПО EasySpec найдет пик по заданным условиям);
- «Save Method and Exit»;
- нажать кнопку «Baseline Noise and Drift»
- ввести «Noise Regions Start» 5 минут;
- ввести «Noise Regions End» 65 минут;
- ввести «Drift Regions Start» 5 минут;
- ввести «Drift Regions End» 65 минут;
- нажать кнопку «Calc. Noise»;
- нажать кнопку «Calc. Drift».

Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

12.2 Для результатов измерений, полученных по 11.2, рассчитать относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала ( $\sigma$ , %) по формуле

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

где  $X_i$  – результат  $i$ -го измерения выходного сигнала (площадь пика, время удерживания);

$\bar{X}$  – среднее арифметическое значение результатов измерений выходного сигнала (площадь пика, время удерживания);

$n$  – число измерений ( $n=10$ ).

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.3 Определение относительного изменения выходного сигнала хроматографа (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы детекторов

По результатам измерений, полученным по п. 11.2 и п. 11.3, рассчитать относительное изменение выходного сигнала хроматографа за 4 часа непрерывной работы ( $\delta_i$ , %) по формуле

$$\delta_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (2)$$

где  $\bar{X}_i$  – среднее арифметическое значение результатов измерения выходного сигнала (площади пика) через 4 часа непрерывной работы.

Относительное изменение выходного сигнала хроматографа не должно превышать значений, приведенных в таблице 1.

12.4 Определение предела детектирования

По результатам измерений, полученным по п. 11.4, рассчитать значение предела детектирования ( $C_{\min}$ ,  $\text{г}/\text{см}^3$ ) по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot m}{S \cdot U} \quad (3)$$

где  $\Delta X$  – уровень флюктуационных шумов (рассчитанный по п. 12.1) для детекторов кондуктометрического (См), электрохимического (Кл) и спектрофотометрического детектора с переменной длиной волны (Б);

$m$  – масса введенного контрольного вещества, г;

$S$  – среднее арифметическое значение результатов измерения площади пика для кондуктометрического ( $\text{См} \cdot \text{с}$ ), электрохимического ( $\text{Кл} \cdot \text{с}$ ) детекторов или спектрофотометрического детектора с переменной длиной волны ( $\text{Б} \cdot \text{с}$ );

$U$  – расход элюента,  $\text{см}^3/\text{с}$ .

Массу введенного контрольного вещества ( $m$ , г) рассчитать по формуле

$$m = C \cdot V \quad (4)$$

где  $C$  – концентрация контрольного вещества в растворе,  $\text{г}/\text{см}^3$  (таблица 4);

$V$  – объем вводимого контрольного вещества,  $\text{см}^3$ .

Пределы детектирования для каждого детектора не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

### **13 Оформление результатов поверки**

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки хроматограф признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки и пломбирование хроматографа не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки хроматограф признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906.

13.6 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего хроматограф на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению хроматографа.

С.н.с. лаб. 241 УНИИМ – филиала  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 М.П. Красченинина

## Приложение А (рекомендуемое)

### Методика приготовления контрольного раствора

#### A.1 Средства измерений, посуда, реактивы

- A.1.1 Весы лабораторные электронные I (специальный) класс точности по ГОСТ OIML R 76-1, дискретность отчета не более 0,1 мг
- A.1.2 Колбы мерные исполнения 2-200-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74
- A.1.3 Пипетки градуированные исполнения 1-2-1 по ГОСТ 29169-91
- A.1.4 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии о.с.ч. по ТУ 6-09-5449-89
- A.1.5 Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005
- A.1.6 Стандартные образцы по п. 6.1 настоящей методики поверки.

#### A.2 Процедура приготовления

A.2.1 Приготовление контрольного 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/см<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 приготовления контрольного раствора не превышает  $\pm 1,2\%$ .

A.2.2 Приготовление контрольного раствора ионов натрия с массовой концентрацией 10 м/дм<sup>3</sup> 1 см<sup>3</sup> раствора с массовой концентрацией ионов натрия 1 мг/см<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 приготовления контрольного раствора не превышает  $\pm 1,2\%$ .

#### A.2.3 Приготовление исходного раствора антрацена

Взвешивают в стакане около 0,2 г антрацена, добавляют в стакан 25 см<sup>3</sup> ацетонитрила, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Ополаскивают стакан ацетонитрилом, переносят его содержимое в мерную колбу, доводят до метки ацетонитрилом, перемешивают.

Содержимое антрацена в исходном растворе ( $C_0$ , г/см<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле

$$C_0 = \frac{m \cdot \omega}{V_{100} \cdot 100}, \quad (A.1)$$

где  $m$  – масса антрацена, г;

$V_{100}$  – вместимость мерной колбы,  $V_{100} = 100 \text{ см}^3$ , см<sup>3</sup>;

$\omega$  – аттестованное значение стандартного образца в виде массовой доли антрацена (из паспорта на СО), %.

A.2.4 Приготовление контрольного раствора антрацена с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup> 1 см<sup>3</sup> исходного раствора антрацена пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Доводят ацетонитрилом до метки, перемешивают.

Массовую концентрацию в мг/дм<sup>3</sup> антрацена в контрольном растворе рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{C_0 \cdot V_{al} \cdot 10^6}{V_{200}}, \quad (A.2)$$

где  $C_0$  – массовая концентрация антрацена в исходном растворе, г/см<sup>3</sup>;

$V_{al}$  – объем аликовты,  $V_{al} = 1 \text{ см}^3$ , см<sup>3</sup>;

$V_{200}$  – вместимость мерной колбы,  $V_{200} = 200 \text{ см}^3$ , см<sup>3</sup>.