



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ПРИКЛАДНОЙ МЕТРОЛОГИИ – РОСТЕСТ»
(ФБУ «НИЦ ПМ – РОСТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора

С.А. Денисенко

М.п.



2025 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные LC-2050C 3D

Методика поверки

РТ-МП-1261-205-2025

Москва 2025 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные LC-2050C 3D (далее – хроматографы), изготовленные фирмой Shimadzu Corporation, Япония, и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается посредством применения ГСО:

- к единице массовой доли в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 28.12.2024 г. № 3158, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 208-2024 (для ГСО 12059-2022);

- к единицам массы и объема в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 3-2020, и 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 № 2356, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 216-2018 (для ГСО 8749-2006).

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 поверки | Номер пункта методики поверки | Обязательность проведения операции при поверке | |
|--|-------------------------------|--|---------------|
| | | первичной | периодической |
| 1 Внешний осмотр | 7 | Да | Да |
| 2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений | 8 | Да | Да |
| 3 Проверка программного обеспечения средства измерений | 9 | Да | Да |
| 4 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям: | 10 | Да | Да |
| – определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала | 10.1 | Да | Да |
| – определение предела детектирования | 10.2 | Да | Да |
| – определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала | 10.3 | Да | Да |
| – определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы | 10.4 | Да | Да |
| 5 Оформление результатов поверки | 11 | 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) не предусмотрена.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от +15 до +25 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84,0 до 106,7 |
| - относительная влажность воздуха, % | от 25 до 80 |

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 средство измерений (под контролем поверителя).

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 |
|---|--|--|
| пп. 8 – 10 | Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 25 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа. | Прибор комбинированный Testo 608-H1, рег. № 53505-13. Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76. |
| п. 10 | Контрольный раствор с массовой концентрацией антрацена 0,001 мг/см ³ , приготовленный по методике, приведенной в приложении А. Вспомогательные средства поверки: Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг. Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74. Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-10, 1-2-20 по ГОСТ 29169-91. Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84; или с аналогичными характеристиками чистоты и оптического поглощения. Вода для лабораторного анализа, степень чистоты I, ГОСТ Р 52501-2005 (или деионизированная вода). | Стандартный образец состава антрацена (ГСО 12059-2022) или Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле (ГСО 8749-2006)*. |
| * При выборе средств поверки предпочтительным является использование стандартного | | |

| Операции поверки, требующие применения средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|--|--|
| образца утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону единиц содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах ГЭТ 208. | | |

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

5.3 Все средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

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 хроматографа требованиям эксплуатационной документации;
- соответствие внешнего вида хроматографа описанию и изображению из описания типа;
- четкость маркировки;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа.

Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.2 Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с РЭ.

8.3 Средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

8.4 Проверяют наличие сведений о поверке и/или паспортов на средства поверки.

8.5 Готовят растворы в соответствии с приложением А.

8.6 Проводят опробование хроматографа, включая питание и запуская управляющее программное обеспечение на компьютере.

Хроматограф считается прошедшим опробование, если после включения питания отсутствуют сообщения о неисправности и устанавливается соединение ПО с хроматографом.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО хроматографа версии ПО, указанной в описании типа. В главном меню необходимо перейти во вкладку «Help» – «About» («Помощь» – «О программе»). В открывшемся окне будет отображено название программы «LabSolutions» и номер версии ПО.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные ПО

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|---|--------------|
| Идентификационное наименование ПО | LabSolutions |
| Номер версии (идентификационный номер ПО) | 5.117 |
| Цифровой идентификатор ПО | - |

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.

При определении уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала рекомендуется удалить хроматографическую колонку, установить вместо колонки стальной капилляр или капилляр из полиэфирэфиркетона. После чего промыть хроматографическую систему изопропанолом со скоростью потока $2 \text{ см}^3/\text{мин}$ в течение 2 часов.

Определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала хроматографа выполняют после выхода СИ на режим при условиях, указанных в таблице 4. Рекомендуется проводить определение не менее чем через 1 час после выхода хроматографа на режим.

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

| Детектор | Элюент | Скорость потока, $\text{см}^3/\text{мин}$ | Параметры |
|---|--------|---|---|
| Хроматограф LC-2050C 3D со встроенным детектором на диодной матрице | Вода | 1 | Длина волны 250 нм, ширина полосы пропускания (bandwidth) ± 4 нм, постоянная времени (time constant) 2 с, температура проточной кварцевой ячейки 40°C |

Определение проводят при помощи программного обеспечения.

Задают метод расчета шума = «ASTM» и максимальное время = «15 минут», выбрав в меню «Метод» - «Проверка параметров базовой линии». Сохранив файл, нажимают на кнопку «Проверка базовой линии» на панели инструментов.

Хроматограф регистрирует нулевой сигнал в течение 15 мин, экстраполирует полученный результат на часовой отрезок и отображает итог на экране. Также результаты проверки сохраняются в папке «C:\LabSolution\Log\Baseline».

Полученные значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не должны превышать значений, приведенных ниже:

| | |
|--|-------------------|
| Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В | $5 \cdot 10^{-5}$ |
| Дрейф нулевого сигнала, В/ч | $5 \cdot 10^{-3}$ |

10.2 Определение предела детектирования

Определение предела детектирования выполняют после выхода на режим хроматографа, укомплектованного аналитической колонкой. Определение предела детектирования проводят по антрацену с применением контрольных растворов и условий в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 – Условия определения предела детектирования, относительного СКО выходного сигнала и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

| Контрольный раствор | Объем вводимой пробы, см ³ | Скорость потока, см ³ /мин | Подвижная фаза | Условия |
|--|---------------------------------------|---------------------------------------|--|---|
| Раствор антрацена с массовой концентрацией 1 мг/дм ³ (0,001 мг/см ³) в ацетонитриле | 0,05 | 1 | Ацетонитрил-вода, объемное отношение 80:20 | Длина волны 250 нм, ширина полосы пропускания (bandwidth) ± 4 нм, постоянная времени (time constant) 0,24 с, температура проточной кварцевой ячейки 40 °С, колонка с обращенной фазой C18 |

Предел детектирования (C_{\min}), г/см³, рассчитывают по формуле

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

где C_1 - массовая концентрация контрольного вещества, мг/см³;

V - объём вводимой пробы, см³;

ν - скорость потока элюента, см³/мин;

S - площадь пика контрольного вещества, В·с.;

60 - коэффициент пересчета минут в секунды;

Δx - уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, определенный после выхода хроматографа на режим.

Полученное значение предела детектирования не должно превышать $1 \cdot 10^{-9}$ г/см³.

10.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

Определение относительного СКО выходного сигнала выполняют после выхода хроматографа на режим, с использованием контрольных веществ и условий, применяемых при определении предела детектирования. Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходных сигналов (площади пика 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);

n – количество измерений.

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, %, не должны превышать значений, приведенных ниже:

- по площади пика 1;
- по времени удерживания 1.

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

Проводят операции по 10.3. Через 4 часа непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по 10.3. Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

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

где \bar{X} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика);

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

Полученные согласно п. 10.4 значения относительного изменения выходного сигнала (площади пика) δ , за 4 ч непрерывной работы хроматографа должны находиться в пределах $\pm 2\%$.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

11.2 Результаты поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляют извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

11.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке (при его оформлении).

Начальник отдела 205
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест»



С.В. Вихрова

Ведущий инженер отдела 205
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест»



Т.О. Никифоров

ПРИЛОЖЕНИЕ А **(обязательное)**

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 Стандартные образцы в соответствии с таблицей 2.

А.1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг.

А.1.3 Пипетка с одной отметкой 1-2-1 по ГОСТ 29169-91

А.1.4 Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.5 Вода для лабораторного анализа, степень чистоты I, ГОСТ Р 52501-2005 (или деионизированная вода с удельным сопротивлением не менее 15 МОм·см).

Примечание - Допускается использование иных средств измерений и оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА АНТРАЦЕНА **(при использовании ГСО 12059-2022)**

А.2.1 Приготовление раствора антрацена с массовой концентрацией 100 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 0,10 г антрацена, растворяют, доводят раствором подвижной фазы (ацетонитрил / вода в объемном соотношении 80 % / 20 %) до метки, перемешивают.

А.2.2 Приготовление водного раствора антрацена с массовой концентрацией 1 мг/дм³.

Пипеткой вместимостью 1 см³ переносят аликвоту объемом 1 см³ раствора антрацена, приготовленного в соответствии с А.2.1, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее доводят до метки раствором подвижной фазы (ацетонитрил / вода в объемном соотношении 80 % / 20 %) и перемешивают.

А.3 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА АНТРАЦЕНА **(при использовании ГСО 8749-2006)**

А.3.1 Приготовление водного раствора антрацена с массовой концентрацией 1 мг/дм³.

Пипеткой переносят 1 см³ ГСО 8749-2006 с массовой концентрацией антрацена 0,2 мг/см³ (200 мг/дм³) в мерную колбу вместимостью 200 см³. Далее доводят до метки раствором подвижной фазы (ацетонитрил / вода в объемном соотношении 80 % / 20 %) и перемешивают.