



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.

15

09

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 флюктуационных 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 поциальному измерительному каналу (детектору) не предусмотрена.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C 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	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °C до 25 °C с абсолютной погрешностью не более ±1 °C.</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 25 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ±3 %.</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ±3 кПа.</p>	<p>Прибор комбинированный Testo 608-H1, рег. № 53505-13.</p> <p>Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76.</p>
п. 10	<p>Контрольный раствор с массовой концентрацией антрацена 0,001 мг/см³, приготовленный по методике, приведенной в приложении А.</p> <p>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).</p>	<p>Стандартный образец состава антрацена (ГСО 12059-2022) или Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле (ГСО 8749-2006)*.</p>

* 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 флюктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.

При определении уровня флюктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала рекомендуется удалить хроматографическую колонку, установить вместо колонки стальной капилляр или капилляр из полизэфирэфиркетона. После чего промыть хроматографическую систему изопропанолом со скоростью потока 2 см³/мин в течение 2 часов.

Определение уровня флюктуационных 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 флюктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Элюент	Скорость потока, см ³ /мин	Параметры
Хроматограф LC-2050C 3D со встроенным детектором на одной 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 флюктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не должны превышать значений, приведенных ниже:

Уровень флюктуационных 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 °C, колонка с обращенной фазой C18

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

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

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

V - объём вводимой пробы, см³;

v - скорость потока элюента, см³/мин;

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

Δx - 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 квадратичного 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

A.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

A.1.1 Стандартные образцы в соответствии с таблицей 2.

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

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

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

A.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.

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

A.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.

A.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 A.2.1, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее доводят до метки раствором подвижной фазы (ацетонитрил / вода в объемном соотношении 80 % / 20 %) и перемешивают.

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

A.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.