

ОКП 42 1544



СОГЛАСОВАНО

Руководитель
ГЦИ СИ «ВНИИМС»

29.05.2019

В.Н. Яншин

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
ЗАО «Научриб»



А.А. Пахомов

ХРОМАТОГРАФ ЖИДКОСТНОЙ МИКРОКОЛОНОЧНЫЙ «МИЛИХРОМ-6»

Инструкция по поверке

АПУ2.840.012 И10



л.р. 29367-09

Настоящая инструкция по поверке 2.840.012И10 «Хроматограф жидкостный микроколоночный «Милихром-6» «Инструкция по поверке» (далее по тексту – инструкция) распространяется на хроматограф жидкостный микроколоночный «Милихром-6» (далее по тексту – хроматограф), технические требования к которому регламентируются техническими условиями ТУ4215-048–00226230–2004 и устанавливают методику первичной, периодической и внеочередной поверок.

Периодичность поверки один раз в год.

1 Операции и средства поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции и применены средства поверки с характеристиками, указанными в таблице 1.1

Таблица 1.1 – Операции и средства поверки

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Наименование средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
1 Внешний осмотр	4.1	Визуально
2 Опробование	4.2	
3 Определение отклонения расхода элюента от номинального значения диапазона и проверка диапазона расхода элюента	4.3	Пробирка для микропроб ТУ64-2.300-80 весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; секундомер СДСпр-1-2-010 склянка СОП-10 АБ-1 ТУ64-2-48-85
4 Определение относительного отклонения расхода элюента от среднего значения	4.4	Пробирка для микропроб ТУ64-2.300-80 весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; секундомер СДСпр-1-2-010

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Наименование средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
5 Определение характеристик хроматографа со спектрофотометрическим детектором на УФ-область (далее по тексту - СДФ-УФ)	4.5	
5.1 Определение времени выхода на режим, дрейфа нулевого сигнала хроматографа на имитаторе кюветы	4.5.1	Линейка-500 ГОСТ 427-75; часы наручные электронные «Электроника» 11МО.081.437ТУ-88; измерительная лупа ГОСТ 7594-75; секундомер СДСпр-1-2-010 прибор лабораторный компенсационный самопишущий TZ 4620
5.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа	4.5.2	Линейка-500 ГОСТ 427-75; измерительная лупа ГОСТ 7594-75; колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; секундомер СДСпр-1-2-010 цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76; прибор лабораторный компенсационный самопишущий TZ 4620
5.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее по тексту – СКО) выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика)	4.5.3	Весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76; нафталин для хроматографии «хч» ТУ6-09-2200-77

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Наименование средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
5.4 Определение изменения выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч	4.5.4	Часы наручные электронные «Электроника» 11МО.081.437ТУ-88; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76; нафталин для хроматографии «хч» ТУ6-09-2200-77
5.5 Определение минимального значения амплитуды выходного сигнала	4.5.5	Антрацен каменноугольный «чда» ТУ6-09-2283-77; гексан «ч» ТУ6-09-3375-78; секундомер СДСпр-1-2-010 ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76; весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; колба 2-100-2 ГОСТ 1770-74; пипетка 4-2-1
6 Определение характеристик хроматографа со спектрофотометрическим детектором на видимую область (далее по тексту – СФД-В)	4.6	
6.1 Определение времени выхода на режим, дрейфа нулевого сигнала хроматографа на имитаторе кюветы	4.6.1	Линейка-500 ГОСТ 427-75; часы наручные электронные «Электроника» 11МО.081.437ТУ-88; измерительная лупа ГОСТ 7594-75; секундомер СДСпр-1-2-010 ГОСТ 5072-79; прибор лабораторный компенсационный самопишущий TZ 4620

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Наименование средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
6.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа	4.6.2	<p>Линейка-500 ГОСТ 427-75; измерительная лупа ГОСТ 7594-75; колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; секундомер СДСпр-1-2-010 ГОСТ 5072-79; цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76; прибор лабораторный компенсационный самопишущий TZ 4620</p>
6.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее по тексту – СКО) выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика)	4.6.3	<p>Весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76 о-нитроанилин чистый ТУ6-09-1321-76</p>
6.4 Определение изменения выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч	4.6.4	<p>Часы наручные электронные «Электроника» 11МО.081.437ТУ-88; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76; о-нитроанилин чистый ТУ6-09-2044-77 пипетка 1-2-1-10 ГОСТ 29227-91</p>

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Наименование средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
6.5 Определение минимального значения амплитуды выходного сигнала	4.6.5	Метиленовый голубой «чда» ТУ6-09-2283-77; спирт этиловый ректификованный технический высший сорт ГОСТ 18300-87 секундомер СДСпр-1-2-010 ГОСТ 5072-79; линейка-500 ГОСТ 427-75; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76; весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; колба 2-100-2 ГОСТ 1770-74; пипетка 1-2-1-1 ГОСТ 29227-91
7 Определение характеристик хроматографа с флуориметрическим детектором (далее по тексту – ФМД)	4.7	
7.1 Определение времени выхода на режим, дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	4.7.1	Линейка-500 ГОСТ 427-75; часы наручные электронные «Электроника» 11МО.081.437ТУ-88; секундомер СДСпр-1-2-010 ГОСТ 5072-79; прибор лабораторный компенсационный самопишущий TZ 462 (далее по тексту – регистратор); колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74
7.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее по тексту – СКО) выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика)	4.7.2	Весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; пипетка 1-2-1-10 ГОСТ 29227-91; колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; Антрацен каменноугольный «чда» ТУ6-09-2283-77; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76;

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Наименование средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
7.3 Определение изменения выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч	4.7.3	Часы наручные электронные «Электроника» 11МО.081.437ТУ-88; вода дистиллированная ГОСТ 6709-72; весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; цилиндр 2-100 ГОСТ 1770-74; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; пипетка 1-2-1-10 ГОСТ 29227-91; колонка аналитическая хроматографическая КАХ-6 ТУ25-7405.003-86; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; ацетонитрил для хроматографии «хч» ТУ6-09-4326-76;
7.4 Определение минимального значения амплитуды выходного сигнала	4.7.4	Флуоресцеин ТУ6-09-2464-77; гидроокись натрия «хч» ГОСТ 4328-77; секундомер СДСпр-1-2-010 ГОСТ 5072-79; линейка-500 ГОСТ 427-75; весы лабораторные равноплечие ВЛР-200 г, 2 кл. ТУ25-06.1131-79; стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336-82; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74 колба 2-100-2 ГОСТ 1770-74; пипетка 1-2-1-1 ГОСТ 29227-91

Примечания

1 Перечисленные в таблице операции производить при выпуске из производства, а также при эксплуатации хроматографа.

2 Измерительные приборы, перечисленные в таблице, могут быть заменены аналогичными, обеспечивающие требуемую точность и пределы измерения.

3 Указанные средства измерения должны быть поверены в соответствии с ПР 50.2.006.

2 Требования безопасности

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, изложенные в разделе 5 «Указания мер безопасности» АПУ2.840.012 РЭ «Хроматограф жидкостный микроколоночный «Милихром-6». Руководство по эксплуатации» (далее по тексту – РЭ).

3 Условия поверки и подготовка к поверке

3.1 Поверку хроматографа проводить согласно таблице 1.1.

3.2 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия применения:

- температура окружающего воздуха (20 ± 2) °С;
- относительная влажность от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);
- напряжение переменного тока, питающего хроматограф, (220 ± 10) В;
- частота питающей сети (50 ± 1) Гц.

Примечания

1 Контроль температуры, влажности и давления окружающего воздуха проводить при помощи психрометра аспирационного МВ-4М ТУ25-1607.054-85; барометра-анероида метеорологического БАММ-1 ТУ25-11.1513-79 или с помощью других средств измерения обеспечивающих требуемую точность пределы измерений.

2 Для обеспечения вышеуказанного напряжения переменного тока необходимо использовать стабилизатор напряжения электромагнитный С-0,5 ТУ25-05-1798-75.

3.3 Перед проведением поверки должны быть выполнены подготовительные работы в соответствии с РЭ, приложениями А и Б настоящей инструкции.

Примечания

1 Допускается использовать любой регистратор, имеющий вход, рассчитанный на максимальный сигнал 100 мВ и время пробега пера на полную шкалу $\approx 0,2$ с. Подготовительные работы в этих случаях проводить в соответствии с документами на их поставку.

2 В зависимости от поставленной задачи для получения хроматографической информации скорость диаграммной ленты регистратора должна выбираться оператором.

3 Режимы хроматографа устанавливаются в соответствии с «Комплектом автоматизированной системы обработки информации хроматографической АСОИХ» (далее по тексту – АСОИХ).

4 Проведение поверки

4.1 Внешний осмотр

4.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие хроматографа технической документации в части его комплектности (на соответствие формуляра АПУ2.840.012 ФО «Хроматограф жидкостный микроколоночный «Милихром–6». Формуляр» (далее по тексту – ФО);
- исправность механизмов и крепежных деталей.

4.2 Опробование

4.2.1 Опробование хроматографа должно быть проведено по методике РЭ, раздел «Порядок работы на хроматографе».

4.3 Определение допускаемого отклонения расхода элюента от номинального значения диапазона и проверка диапазона расхода элюента.

Примечание – Проверки производятся на каждом насосе в отдельности.

4.3.1 Заполнить насос элюентом, в качестве элюента использовать предварительно продегазированную дистиллированную воду (далее по тексту – вода). Для проведения проверки иглу с держателем снять с устройства ввода пробы автоматического (далее по тексту – УВПА).

4.3.2 Задать для насоса по программе «Ручное управление» следующий режим:

- насос: останов после $0,04 \text{ см}^3$ (40 мкл);
- расход элюента $0,002 \text{ см}^3/\text{мин}$ (2 мкл/мин).

Установить под иглу предварительно взвешенную на весах лабораторных равноплечих ВЛР-200 г (далее по тексту – весы) пробирку для микропроб (далее по тексту – пробирка). Одновременно включить насос и секундомер. Собрать воду в пробирку и зафиксировать время, за которое наберется $0,04 \text{ см}^3$ (40 мкл).

Повторить проверку не менее трех раз.

4.3.3 Заполнить насос водой.

Задать для насоса по программе «Ручное управление» следующий режим:

- насос: останов после $0,2 \text{ см}^3$ (200 мкл);
- расход элюента $0,2 \text{ см}^3/\text{мин}$ (200 мкл/мин).

Установить под иглу, предварительно взвешенную на весах пробирку. Одновременно включить насос и секундомер. Собрать воду в пробирку и зафиксировать время, за которое наберется $0,2 \text{ см}^3$ (200 мкл).

Повторить проверку не менее трех раз.

4.3.4 Заполнить насос водой.

Задать для насоса по программе «Ручное управление» следующий режим:

- насос: останов после $0,9 \text{ см}^3$ (900 мкл);
- расход элюента $0,9 \text{ см}^3/\text{мин}$ (900 мкл/мин).

Установить под иглу, предварительно взвешенную на весах склянку СОП-10 АБ-1. Одновременно включить насос и секундомер. Собрать воду в склянку СОП-10 АБ-1 и зафиксировать время, за которое наберется $0,9 \text{ см}^3$ (900 мкл).

Проверку повторить не менее трех раз.

4.3.5 Проверку насоса проводить в среднем положении поршня.

Среднее положение поршня определяется следующим образом: добиться отключения насоса в верхнем положении поршня. Набрать $1,2 \text{ см}^3$ (1200 мкл). Затем провести проверку.

4.3.6 Взвесить пробирку с водой на весах. Определить объем V воды, вытесненной насосом при i -значениях расхода элюента в кубических сантиметрах по формуле

$$V_i = \frac{m}{\rho} \quad (1)$$

где V_i – значения расхода элюента $0,002; 0,2; 0,9 \text{ см}^3$ (2, 200, 900 мкл/мин);

m – масса элюента, вытесненная насосом, мг;

ρ – плотность воды, равная 1 г/см^3 (1 мг/мкл).

4.3.7 Рассчитать расход элюента q_i при i -значениях расхода элюента в кубических сантиметрах в минуту по формуле

$$q_i = \frac{V_i}{t_i} \quad (2)$$

где t_i – время, зафиксированное по секундомеру, мин.

4.3.8 Рассчитать отклонение от номинального значения диапазона расхода элюента Δq в процентах по формуле

$$\Delta q = \pm \frac{\bar{q}_i - q}{q} \cdot 100, \quad (3)$$

где \bar{q}_i – среднее арифметическое значение расхода элюента из трех измерений для каждого i -го значения, $\text{см}^3/\text{мин}$ (мкл/мин);

q – заданное значение диапазона расхода элюента при значениях расхода «2», «200», «900» мкл/мин.

4.3.9 Диапазон расхода элюента должен быть 0,002–0,9 $\text{см}^3/\text{мин}$

(2-900 мкл/мин) с допуском отклонением от номинального значения диапазона $\pm 2\%$.

4.4 Определение относительного отклонения расхода элюента 0,2 $\text{м}^3/\text{мин}$ (200 мкл/мин) от среднего значения.

4.4.1 Задать для насоса по программе «Ручное управление» следующий режим:

- насос: останов после 0,2 см^3 (200 мкл);
- расход элюента 0,2 $\text{см}^3/\text{мин}$ (200 мкл/мин).

Установить под иглу предварительно взвешенную пробирку. Одновременно включить насос и секундомер. Собрать воду в пробирку и зафиксировать время за которое наберется 0,2 см^3 (200 мкл).

4.4.2 Повторить проверку не менее трех раз при различных положениях поршня (верхнее, среднее, нижнее).

Определяется положение поршня следующим образом:

Верхнее положение: добиться отключения насоса в верхнем положении, набрать 0,12 см^3 (120 мкл) воды, затем выбрать люфт 0,01 см^3 (10 мкл), провести проверку.

Нижнее положение: добиться отключения насоса в нижнем положении поршня, выбрать люфт 0,01 см^3 (10 мкл), провести проверку.

Среднее положение поршня определяется по 4.3.5.

4.4.3 Взвесить пробирки с водой на весах. Определить объем воды, вытесненной насосом при различных положениях поршня насоса в кубических сантиметрах по формуле

$$V_{\text{верх(ср),нижн}} = \frac{m}{\rho}, \quad (4)$$

где m – масса элюента, вытесненная насосом, мг;

ρ – плотность воды, равная 1 г/см³/мин (1 мг/мкл).

4.4.4 Рассчитать расход элюента $Q_{\text{верх(ср)(нижн)}}$ в кубических сантиметрах в минуту при различном положении поршня насоса по формуле

$$q_{\text{верх(ср)(нижн)}} = \frac{V_{\text{верх(ср)(нижн)}}}{t_{\text{верх(ср)(нижн)}}}, \quad (5)$$

где $t_{\text{верх(ср)(нижн)}}$ – время, зафиксированное по секундомеру, мин.

4.4.5 Рассчитать относительное отклонение расхода элюента δ_{θ} от среднего значения в процентах по формуле для каждого положения поршня насоса

$$\delta_{\theta} = \frac{1}{q_{\text{верх(ср)(нижн)}}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^3 (\bar{q}_{\text{верх(ср)(нижн)}} - q_{\text{верх(ср)(нижн)}})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где $\bar{q}_{\text{верх(ср)(нижн)}}$ – среднее арифметическое значение расхода элюента из трех измерений для каждого положения, см³/мин (мкл/мин).

4.4.6 Относительное отклонение расхода элюента 0,2 см³/мин (200 мкл/мин) от среднего значения не должно быть более $\pm 0,8\%$.

4.5 Определение характеристик хроматографа с СФД-УФ

4.5.1 Определение времени выхода на режим, дрейфа нулевого сигнала хроматографа проводить на имитаторе кюветы.

4.5.1.1 Установить следующий режим работы:

- длина волны 260 нм;
- время измерения 20 с.

4.5.1.2 Произвести калибровку регистратора в течение 2 мин. Время измерить секундомером.

Записывать нулевой сигнал в течение 2,0 ч. Время измерить часами наручными электронными «Электроника» (далее по тексту – часы), наибольшее смещение – измерительной лупой (далее по тексту – лупа) с учетом толщины линии, длину калибровочной прямой – линейкой–500.

4.5.1.3 Рассчитать дрейф как одностороннее смещение нулевого сигнала за 1 ч работы в единицах оптической плотности в час (далее по тексту – е.о.п/ч) по формуле

$$\delta_{xi} = 0,0076 \frac{L_{cm}}{L_k}, \quad (7)$$

где 0,0076 – оптическая плотность в пересчете на реальную кювету;

L_{cm} – одностороннее смещение нулевого сигнала за 1 ч, мм;

L_k – длина калибровочной прямой, мм.

Примечание – Порядок пересчета значений относительной оптической плотности на оптическую плотность реальной кюветы приведен в приложении В.

4.5.1.5 Дрейф нулевого сигнала хроматографа не должен быть более $5 \cdot 10^{-5}$ е.о.п/ч на имитаторе кюветы.

Время выхода на режим хроматографа должно быть не более 1 ч.

4.5.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала производить после выхода хроматографа на режим, на колонке аналитической хроматографической КАХ-6, предварительно прокачав через нее от 5 до 7 см³ (от 5 до 7 мл) элюента.

Примечание – Методика приготовления элюента приведена в приложении А.

4.5.2.1 Установить следующий режим работы хроматографа:

- время измерения 1,0 с;
- длина волны 260 нм;
- расход элюента 0,1 см³/мин (100 мкл/мин);

4.5.2.2 Произвести калибровку регистратора в течение 2 мин. Время измерить секундомером.

Записать нулевой сигнал в течение 1 мин. Время измерить секундомером, длину калибровочной прямой – линейкой-500.

4.5.2.3 Измерить уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала как максимальную амплитуду нулевого сигнала с периодом не более 20 с. Максимальную амплитуду измерить лупой с учетом толщины линии.

Сигнал длительностью менее 1,0 с считать случайным выбросом и в расчет не принимать.

Примечание – При измерении уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа допускается включать цифровой фильтр и вычитать фон.

4.5.2.4 Рассчитать уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала в единицах оптической плотности по формуле

$$\Delta_x = 0,0076 \frac{L_{\max}}{L_k}, \quad (8)$$

где L_{\max} – максимальная амплитуда нулевого сигнала, мм.

4.5.2.5 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа не должен превышать $1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.

4.5.3 Определение относительного СКО выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) выполнять после выхода хроматографа на режим.

4.5.3.1 Произвести дозирование контрольного раствора № 1 из сосуда для элюента № 1, находящегося в гнезде дозатора № 1.

4.5.3.2 Установить следующий режим работы хроматографа:

– время измерения	0,4 с;
– длина волны	254 нм;
– расход элюента	0,1 см ³ /мин (100 мкл/мин);
– объем пробы	0,006 см ³ (6 мкл);
– количество образцов	12.

Примечание – Методика приготовления контрольного раствора № 1 приведена в приложении Б.

Первые два дозирования не учитывать, так в этот момент происходит стабилизация химических процессов в колонке.

4.5.3.3 Произвести математическую обработку данных десяти измерений и рассчитать относительное СКО выходного сигнала (высота или площадь пика) в процентах по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{h}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (9)$$

где n – число измерений;

h_i – значение высоты пика в i -измерении, е.о.п.;

\bar{h} – среднее арифметическое значение высоты пика из десяти измерений, е.о.п.

Допускается исключать аномальные результаты из десяти измерений и проводить расчет СКО по оставшимся измерениям при уровне значимости $\lambda=0,95$. Аномальным является результат, для которого

$$\frac{100}{\bar{h}} \left(\frac{h_i - \bar{h}}{\sigma_h} \right) \geq 2,18, \quad (10)$$

Относительное СКО выходного сигнала (высота или площадь пика) не должно быть более 1 %.

4.5.4 Определение изменения выходного сигнала (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч производить после выхода хроматографа на режим при следующем режиме работы:

- время измерения 0,4 с;
- длина волны 254 нм;
- расход элюента 0,1 см³/мин (100 мкл/мин);
- объем пробы 0,006 см³ (6 мкл);
- количество образцов 12.

Произвести дозирование контрольного раствора № 1 из сосуда для элюента, находящегося в гнезде дозатора № 1. Первые два дозирования не учитывать, так как в этот момент в колонке происходит стабилизация химических процессов.

Дозирование контрольного раствора № 1 производить в начале и конце испытаний. Время измерить часами.

4.5.4.1 Произвести математическую обработку данных десяти измерений и рассчитать изменение выходного сигнала (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч непрерывной работы в процентах по формуле

$$\delta_i = \pm \frac{\bar{h}_i - \bar{h}}{\bar{h}} \cdot 100, \quad (11)$$

где \bar{h}_i – среднее арифметическое значение высот пиков серии, полученной в конце испытаний, е.о.п.;

\bar{h} – среднее арифметическое значение высот пиков серии, полученной в начале испытаний, е.о.п.

4.5.4.2 Изменение выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч не должно быть более $\pm 5 \%$.

4.5.5 Определение минимального значения амплитуды выходного сигнала

4.5.5.1 Установить следующий режим работы хроматографа:

- время измерения 1,2 с;
- длина волны 254 нм.

4.5.5.2 Заполнить рабочую и сравнительную кюветы ацетонитрилом.

Включить хроматограф. Вычисть фон и записать нулевой сигнал в течение 2 мин. Время измерить секундомером.

4.5.5.4 Заполнить рабочую кювету контрольным раствором № 2. Записать в течение 2 мин подаваемый сигнал.

Примечание – Методика приготовления контрольного раствора № 2 приведена в приложении Б.

4.5.5.5 Минимальное значение амплитуды выходного сигнала должно быть не менее 0,025 е.о.п.

4.6 Определение характеристик хроматографа с СФД-В

4.6.1 Определение времени выхода на режим, дрейфа нулевого сигнала хроматографа проводить на имитаторе кюветы.

4.6.1.1 Установить следующий режим работы:

- длина волны 520 нм;
- время измерения 20 с.

4.6.1.2 Произвести калибровку регистратора в течение 2 мин. Время измерить секундомером.

Записывать нулевой сигнал в течение 2,0 ч. Время измерить часами наручными электронными «Электроника» (далее по тексту – часы), наибольшее смещение – лупой измерительной с учетом толщины линии, длину калибровочной прямой – линейкой–500.

4.6.1.3 Рассчитать дрейф как одностороннее смещение нулевого сигнала за 1 ч работы в единицах оптической плотности в час (далее по тексту – е.о.п/ч) по формуле (7)

4.6.1.4 Дрейф нулевого сигнала хроматографа не должен быть более $1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п/ч на имитаторе кюветы.

Время выхода на режим хроматографа должно быть не более 1 ч.

4.6.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала производить после выхода хроматографа на режим, на колонке аналитической хроматографической КАХ-6, предварительно прокачав через нее $5-7 \text{ см}^3$ (5–7 мл) элюента.

Примечание – Методика приготовления элюента приведена в приложении А.

4.6.2.1 Установить следующий режим работы хроматографа:

- | | |
|-------------------|--|
| – время измерения | 1,0 с; |
| – длина волны | 520 нм; |
| – расход элюента | 0,1 $\text{см}^3/\text{мин}$ (100 мкл/мин) |

4.6.2.2 Произвести калибровку регистратора в течение 2 мин. Время измерить секундомером.

Записать нулевой сигнал в течение 1 мин. Время измерить секундомером, длину калибровочной прямой – линейкой–500.

4.6.2.3 Измерить уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала как максимальную амплитуду нулевого сигнала с периодом не более 20 с. Максимальную амплитуду измерить лупой измерительной с учетом толщины линии.

Сигнал длительностью менее 1,0 с считать случайным выбросом и в расчет не принимать.

Примечание – При измерении уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала допускается включать цифровой фильтр и вычитать фон.

4.6.2.4 Рассчитать уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала в единицах оптической плотности по 4.5.2.4.

4.6.2.5 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа не должен превышать $1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.

4.6.3 Определение относительного СКО выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) выполнять после выхода хроматографа на режим.

4.6.3.1 Произвести дозирование контрольного раствора № 3 из сосуда для элюента № 1, находящегося в гнезде дозатора № 1.

4.6.3.2 Установить следующий режим работы хроматографа:

– время измерения	0,4 с;
– длина волны	400 нм;
– расход элюента	0,1 см ³ /мин (100 мкл/мин);
– объем пробы	0,006 см ³ (6 мкл);
– количество образцов	12.

Примечание – Методика приготовления контрольного раствора № 3 приведена в приложении Б.

Первые два дозирования не учитывать, так в этот момент происходит стабилизация химических процессов в колонке.

4.6.3.3 Произвести математическую обработку данных десяти измерений и рассчитать относительное СКО выходного сигнала (высота или площадь пика) по 4.5.3.3.

Относительное СКО выходного сигнала (высота или площадь пика) не должно быть более 1 %.

4.6.4 Определение изменения выходного сигнала (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч производить после выхода хроматографа на режим при следующем режиме работы:

– время измерения	0,4 с;
– длина волны	400 нм;
– расход элюента	0,1 см ³ /мин (100 мкл/мин);
– объем пробы	0,006 см ³ (6 мкл);

– количество образцов 12.

Произвести дозирование контрольного раствора № 3 из сосуда для элюента, находящегося в гнезде дозатора № 1. Первые два дозирования не учитывать, так как в этот момент в колонке происходит стабилизация химических процессов.

Дозирование контрольного раствора № 3 производить в начале и конце испытаний. Время измерить часами.

4.6.4.1 Произвести математическую обработку данных десяти измерений и рассчитать изменение выходного сигнала (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч непрерывной работы по 4.5.4.1.

4.6.4.2 Изменение выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч не должно быть более $\pm 5\%$.

4.6.5 Определение минимального значения амплитуды выходного сигнала

4.6.5.1 Установить следующий режим работы хроматографа:

– время измерения 1,2 с;
– длина волны 664 нм.

4.6.5.2 Заполнить рабочую и сравнительную кюветы ацетонитрилом.

Включить хроматограф. Вычистить фон и записать нулевой сигнал в течение 2 мин. Время измерить секундомером.

4.6.5.3 Заполнить рабочую кювету контрольным раствором № 4. Записать в течение 2 мин подаваемый сигнал.

Примечание – Методика приготовления контрольного раствора № 4 приведена в приложении Б.

4.6.5.4 Минимальное значение амплитуды выходного сигнала должно быть не менее 0,025 е.о.п.

4.7 Определение характеристик хроматографа с ФМД

4.7.1 Определение времени выхода на режим, дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа проводить в следующем режиме работы:

	Определение времени выхода на режим и дрейфа	Определение уровня флуктуационных шумов
– диапазон измерения	500;	500;
– постоянная времени	5 с;	1 с;
– длина волны возбуждения	240 нм;	240 нм
– светофильтр	420–600 нм;	420–600 нм;
– расход элюента	0,02 см ³ /мин (20 мкл/мин);	0,1 см ³ /мин (100 мкл/мин);
– время измерения	5 с.	1,2 с.

Использовать элюент № 1.

Примечание – Методика приготовления элюента приведена в приложении А.

4.7.1.1 Записывать нулевой сигнал в течение 2,0 ч. Время измерить часами, наибольшее смещение – линейкой–500.

4.7.1.2 Рассчитать дрейф как одностороннее смещение нулевого сигнала за 1 ч работы в процентах по формуле

$$\delta_{\text{дт}} = \frac{L_{\text{см}}}{L_{\text{к}}} \cdot 100, \quad (12)$$

где $L_{\text{см}}$ – одностороннее смещение нулевого сигнала за 1 ч, мм;

$L_{\text{к}}$ – длина калибровочной прямой, мм.

4.7.1.3 Дрейф нулевого сигнала хроматографа не должен быть более 10 %.
Время выхода на режим хроматографа должно быть не более 1 ч.

4.7.1.4 Записать нулевой сигнал в течение 1 мин. Время измерить секундомером, наибольшую амплитуду – линейкой-500.

4.7.1.5 Измерить уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала как максимальную амплитуду нулевого сигнала.

4.7.1.6 Рассчитать уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала в процентах по формуле

$$\Delta_x = \frac{L_{\max}}{L_k} \cdot 100, \quad (13)$$

где L_{\max} – максимальная амплитуда нулевого сигнала, мм.

4.7.1.7 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа не должен превышать 10 %.

4.7.2 Определение относительного СКО выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) выполнять после выхода хроматографа на режим.

4.7.2.1 Произвести дозирование контрольного раствора № 5 из сосуда для элюента № 1, находящегося в гнезде дозатора № 1.

4.7.2.2 Установить следующий режим работы хроматографа:

– диапазон измерения	100;
– постоянная времени	1 с;
– длина волны	248 нм;
– светофильтр	420–600 нм;
– время измерения	0,6 с;
– расход элюента	0,1 см ³ /мин (100 мкл/мин);
– объем пробы	0,006 см ³ (6 мкл);
– количество образцов	12.

Примечание – Методика приготовления контрольного раствора № 5 приведена в приложении Б.

Первые два дозирования не учитывать, так в этот момент происходит стабилизация химических процессов в колонке.

4.7.2.3 Произвести математическую обработку данных десяти измерений и рассчитать относительное СКО выходного сигнала (высота или площадь пика) в процентах по 4.5.3.3.

Относительное СКО выходного сигнала (высота или площадь пика) не должно быть более 1,5 %.

4.7.3 Определение изменения выходного сигнала (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч производить после выхода хроматографа на режим при режиме работы, указанном в 4.7.2.2.

4.7.3.1 Произвести дозирование контрольного раствора № 5 из сосуда для элюента, находящегося в гнезде дозатора № 1. Первые два дозирования не учитывать, так как в этот момент в колонке происходит стабилизация химических процессов.

Дозирование контрольного раствора № 5 производить в начале и конце испытаний. Время измерить часами.

4.7.3.2 Произвести математическую обработку данных десяти измерений и рассчитать изменение выходного сигнала (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч непрерывной работы в процентах по 4.5.4.1.

4.7.3.3 Изменение выходного сигнала хроматографа (высота или площадь пика) за нормируемое время 16 ч не должно быть более $\pm 10\%$.

4.7.4 Определение минимального значения амплитуды выходного сигнала

4.7.4.1 Установить следующий режим работы хроматографа:

– диапазон чувствительности	1000;
– постоянная времени	5 с;
– время измерения	1,0 с;
– длина волны возбуждения	244 нм;
– светофильтр	420–600 нм.

4.7.4.2 Произвести калибровку регистратора в течение 2 мин. Время измерять секундомером.

4.7.4.3 Заполнить рабочую кювету раствором гидроокиси натрия концентрацией 0,1 моль/дм³. Вычесть фон и записать нулевой сигнал в течение 2 мин. Время измерить секундомером.

4.7.4.4 Заполнить рабочую кювету контрольным раствором № 6. Записать в течение 2 мин подаваемый сигнал.

Примечание – Методика приготовления контрольного раствора № 6 приведена в приложении Б.

4.7.4.5 Минимальное значение амплитуды выходного сигнала должно быть не менее 0,5 В.

5 Оформление результатов поверки

5.1 По результатам поверки хроматографа при выпуске из производства и в период эксплуатации выполняется запись в ФО на хроматограф, заверенная поверителем с нанесением поверительного клейма и даты поверки.

5.2 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей инструкции, делается запись в ФО о непригодности применения хроматографа с указанием дефектов.

Приложение А
(обязательное)**Методика приготовления элюента**

1 Методика приготовления элюента

1.1 В качестве элюента используется смесь ацетонитрила и дистиллированной воды.

Объемная доля компонентов в смеси составит:

- | | |
|----------------------------------|------|
| а) ацетонитрил для хроматографии | 0,85 |
| б) вода дистиллированная | 0,15 |

Примечание – Пропорции а) и б) могут быть изменены в зависимости от типа сорбента.

1.2 Для приготовления этой смеси в цилиндр 2-100 налить 85 см³ (85 мл) ацетонитрила и 15 см³ (15 мл) воды. Смесь встряхивать до полного перемешивания.

1.3 Погрешность приготовления элюента определяется погрешностью, обусловленной наличием примесей в ацетонитриле и погрешностью используемого цилиндра.

Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества δ_N в ацетонитриле определяется по формуле

$$\delta_N = \pm \frac{\Delta N}{N}, \quad (\text{A.1})$$

где ΔN – допускаемая погрешность от содержания примесей в основном веществе, %;

N – массовая доля основного вещества в препарате, %.

Если объемная доля основного вещества в ацетонитриле 99,9 %, то допускаемая погрешность от содержания примесей в ацетонитриле составит 0,1 %.

$$\delta_N = \pm \frac{0,1}{99} = \pm 0,001$$

Относительная погрешность замера объема ацетонитрила за счет используемого цилиндра δ_v определяется по формуле

$$\delta_v = \pm \frac{\Delta V}{V}, \quad (\text{A.2})$$

где ΔV – допускаемая погрешность от номинальной вместимости цилиндра, см^3 (мл);

V – объем ацетонитрила, см^3 (мл).

$$\delta_v = \pm \left(\frac{0,5}{85} + \frac{0,5}{15} \right) = \pm 0,039.$$

Погрешность приготовления элюента (δ) в процентах определяется по формуле

$$\delta = \pm K \cdot \sqrt{\delta_N^2 + \delta_v^2} \cdot 100, \quad (\text{A.3})$$

где K – коэффициент, равный 1,1 при доверительной вероятности 0,95.

$$\delta = \pm 1,1 \cdot \sqrt{0,001^2 + 0,039^2} \cdot 100 = \pm 4,29 \approx \pm 4,3,$$

Погрешность приготовления элюента составит $\pm 4,29 \% \approx \pm 4,3 \%$.

Приложение Б
(обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов

1 При приготовлении контрольных растворов массовая концентрация веществ C определяется по формуле

$$C = \frac{N \cdot m}{V}, \quad (\text{Б.1})$$

где N – массовая доля основного вещества;

m – масса вещества, г;

V – объем раствора, см^3 (мл).

2 Погрешность приготовления контрольных растворов определяется погрешностью, обусловленной наличием примесей в препарате, погрешностью взвешивания, погрешностью используемой мерной посуды.

Погрешностью, обусловленной аэродинамическим выталкиванием и погрешностью массы гирь можно пренебречь.

Предел допускаемой погрешности весов лабораторных второго класса (далее по тексту – весы) составляет $\pm 0,75$ мг, а погрешность от неравноплечести коромысла – ± 2 мг.

Относительная погрешность определения массы вещества δ_m определяется по формуле

$$\delta_m = \pm \frac{\Delta m}{m}, \quad (\text{Б.2})$$

где Δm – допускаемая погрешность взвешивания, мг;

m – масса навески вещества, мг.

Допускаемая погрешность взвешивания Δm в миллиграммах для двух измерений (пустого стаканчика и стаканчика с навеской) составляет

$$\Delta m = 2 \cdot \sqrt{0,75^2 + 2^2} = 4,272 \approx 4,3$$

Относительная погрешность используемой мерной посуды δ_V определяется по формуле

$$\delta_V = \pm \frac{\Delta V}{V}, \quad (\text{Б.3})$$

где ΔV – допускаемая погрешность от номинальной вместимости мерной посуды, см^3 (мл);

V – объём ацетонитрила, см^3 (мл).

Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества δ_N в препарате определяется по формуле

$$\delta_N = \pm \frac{\Delta N}{N}, \quad (\text{Б.4})$$

где ΔN – допускаемая погрешность от содержания примесей в основном веществе, %;

N – массовая доля основного вещества в препарате, %.

Погрешность приготовления контрольного раствора δ в процентах определяется по формуле

$$\delta = \pm K \cdot \sqrt{\delta_N^2 + \delta_m^2 + \delta_V^2} \cdot 100, \quad (\text{Б.5})$$

где K – коэффициент, равный 1,1 при доверительной вероятности 0,95.

3 Методика приготовления контрольного раствора № 1

3.1 Для приготовления контрольного раствора № 1 используется нафталин для хроматографии «хч».

На весах в стаканчике СВ-14/8 (далее по тексту – стаканчик) взвесить 75 мг нафталина.

Навеску перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить элюент, встряхивать до полного растворения осадка.

Перед работой контрольный раствор профильтровать.

3.2 Относительная погрешность определения нафталина δ_m определяется по формуле (Б.2)

$$\delta_m = \pm \frac{4,3}{75} = \pm 0,057$$

3.3 Относительная погрешность используемой мерной посуды определяется по формуле (Б.3).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-250-2 составляет $\pm 0,3 \text{ см}^3$ ($\pm 0,3 \text{ мл}$)

$$\delta_v = \pm \frac{0,3}{250} = \pm 0,001$$

3.4 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества δ_N в препарате определяется по формуле (Б.4).

Массовая доля нафталина в препарате – 99,9 %

$$\delta_N = \pm \frac{0,1}{99} = \pm 0,01$$

3.5 Погрешность приготовления контрольного раствора № 1 определяется по формуле (Б.5)

$$\delta = \pm 1,1 \cdot \sqrt{0,057^2 + 0,001^2 + 0,01^2} \cdot 100 = \pm 6,37$$

Погрешность приготовления контрольного раствора № 1 составит $\pm 6,37 \%$.

4 Методика приготовления контрольного раствора № 2

4.1 Для приготовления контрольного раствора № 2 используется антрацен каменноугольный «чда».

На весах в стаканчике взвесить 62,5 мг антрацена. Навеску перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить гексан, встряхивать до полного растворения осадка. Затем из колбы 2-250-2 отобрать пипеткой 4-2-1 1 см³ (1 мл) исходного раствора и перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить гексан, встряхивать до полного перемешивания. Полученный раствор пипеткой 4-2-1 из колбы 2-250-2

отобрать в количестве 1 см^3 (1 мл) и перенести в колбу 2-100-2, до метки прилить гексан, встряхивать до полного перемешивания.

Перед работой контрольный раствор профильтровать с помощью набора «Х0101».

4.2 Относительная погрешность определения массы антрацена δ_m определяется по формуле (Б.2)

$$\delta_m = \pm \frac{4,3}{62,5} = \pm 0,069$$

4.3 Относительная погрешность используемой мерной посуды δ_v определяется по формуле (Б.3).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-250-2 составляет $\pm 0,3 \text{ см}^3$ ($\pm 0,3$ мл), для колбы 2-100-2 – $\pm 0,2 \text{ см}^3$ ($\pm 0,2$ мл), для пипетки 4-2-1 – $\pm 0,01 \text{ см}^3$ ($\pm 0,01$ мл)

$$\delta_v = \pm \left(2 \cdot \frac{0,3}{250} + \frac{0,2}{100} + 2 \cdot \frac{0,01}{1} \right) = \pm 0,024$$

4.4 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества δ_N в препарате определяется по формуле (Б.4).

Массовая доля антрацена в препарате – 99 %.

$$\delta_N = \pm \frac{1}{99} = \pm 0,01$$

4.5 Погрешность приготовления контрольного раствора № 2 определяется по формуле (Б.5)

$$\delta = \pm 1,1 \cdot \sqrt{0,067^2 + 0,024^2 + 0,01^2} \cdot 100 \approx \pm 7,82 \approx \pm 7,8$$

Погрешность приготовления контрольного раствора № 2 составит $\pm 7,82 \% \approx \pm 7,8 \%$.

5 Методика приготовления контрольного раствора № 3

5.1 Для приготовления контрольного раствора № 3 используется о-нитроанилин чистый

На весах в стаканчике СВ-14/8 (далее по тексту – стаканчик) взвесить 250 мг о-нитроанилина.

Навеску перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить элюент, встряхивать до полного растворения осадка. Затем из колбы 2-250-2 отобрать пипеткой 1-2-1-10 10 см³ (10 мл) исходного раствора, перенести в колбу 2-100-2, до метки прилить элюент, встряхивать до полного перемешивания.

Перед работой контрольный раствор профильтровать с помощью набора «Х0101».

5.2 Относительная погрешность определения массы о-нитроанилина δ_m определяется по формуле (Б.2)

$$\delta_m = \pm \frac{4,3}{250} = \pm 0,017$$

5.3 Относительная погрешность используемой мерной посуды определяется по формуле (Б.3).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-250-2 составляет $\pm 0,3$ см³ ($\pm 0,3$ мл), для колбы 2-100-2 – $\pm 0,2$ см³ ($\pm 0,2$ мл), для пипетки 1-2-1-10 – $\pm 0,1$ см³ (0,1 мл)

$$\delta_v = \pm \left(\frac{0,3}{250} + \frac{0,2}{100} + \frac{0,1}{10} \right) = \pm 0,013$$

5.4 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества δ_N в препарате определяется по формуле (Б.4).

Массовая доля о-нитроанилина в препарате – 99,9 %

$$\delta_N = \pm \frac{0,1}{99} = \pm 0,01$$

5.5 Погрешность приготовления контрольного раствора № 3 определяется по формуле (Б.5)

$$\delta = \pm 1,1 \cdot \sqrt{0,017^2 + 0,013^2 + 0,01^2} \cdot 100 = \pm 2,6$$

Погрешность приготовления контрольного раствора № 3 составит $\pm 2,6 \%$.

6 Методика приготовления контрольного раствора № 4

6.1 Для приготовления контрольного раствора № 4 используется метиленовый голубой «чда».

На весах в стаканчике взвесить 500 мг метиленового голубого. Навеску перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить спирт этиловый ректификованный, встряхивать до полного растворения осадка. Затем из колбы 2-250-2 отобрать пипеткой 1-2-1-1 1 см³ (1 мл) исходного раствора и перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить спирт этиловый ректификованный, встряхивать до полного перемешивания. Полученный раствор пипеткой 1-2-1-1 из колбы 2-250-2 отобрать в количестве 1 см³ (1 мл) и перенести в колбу 2-100-2, до метки прилить спирт этиловый ректификованный, встряхивать до полного перемешивания.

Перед работой контрольный раствор профильтровать с помощью набора «X0101».

6.2 Относительная погрешность определения массы метиленовый голубой δ_m определяется по формуле (Б.2)

$$\delta_m = \pm \frac{4,3}{500} = \pm 0,008$$

6.3 Относительная погрешность используемой мерной посуды δ_v определяется по формуле (Б.3).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-250-2 составляет $\pm 0,3$ см³ ($\pm 0,3$ мл), для колбы 2-100-2 – $\pm 0,2$ см³ ($\pm 0,2$ мл), для пипетки 1-2-1-1 – $\pm 0,01$ см³ ($\pm 0,01$ мл)

$$\delta_v = \pm \left(2 \cdot \frac{0,3}{250} + \frac{0,2}{100} + 2 \cdot \frac{0,01}{1} \right) = \pm 0,024$$

6.4 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества δ_N в препарате определяется по формуле (Б.4).

Массовая доля метиленового голубого в препарате – 99,3 %.

$$\delta_N = \pm \frac{1}{99,3} = \pm 0,007$$

6.5 Погрешность приготовления контрольного раствора № 4 определяется по формуле (Б.5)

$$\delta = \pm 1,1 \cdot \sqrt{0,008^2 + 0,024^2 + 0,007^2} \cdot 100 = \pm 2,89 \approx \pm 3$$

Погрешность приготовления контрольного раствора № 4 составит $\pm 2,89 \%$ $\approx \pm 3 \%$.

7 Методика приготовления контрольного раствора № 5

7.1 Для приготовления контрольного раствора № 5 используется антрацен каменноугольный «чда».

На весах в стаканчике СВ-14/8 (далее по тексту – стаканчик) взвесить 30 мг антрацена.

Навеску перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить ацетонитрил, встряхивать до полного растворения осадка. Затем из колбы 2-250-2 отобрать пипеткой 1-2-1-10 10 см^3 (10 мл) исходного раствора, перенести в колбу 2-100-2, до метки прилить ацетонитрил, встряхивать до полного перемешивания.

Перед работой контрольный раствор профильтровать с помощью набора «Х0101».

7.2 Относительная погрешность определения антрацена δ_m определяется по формуле (Б.2)

$$\delta_m = \pm \frac{4,3}{30} = \pm 0,14$$

7.3 Относительная погрешность используемой мерной посуды определяется по формуле (Б.3).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-250-2 составляет $\pm 0,3 \text{ см}^3$ ($\pm 0,3 \text{ мл}$), для колбы 2-100-2 – $\pm 0,2 \text{ см}^3$ ($\pm 0,2 \text{ мл}$), для пипетки 1-2-1-10 – $\pm 0,1 \text{ см}^3$ ($\pm 0,1 \text{ мл}$)

$$\delta_V = \pm \left[\frac{0,3}{250} + \frac{0,2}{100} + \frac{0,1}{10} \right] = \pm 0,013$$

7.4 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества δ_N в препарате определяется по формуле (Б.4).

Массовая доля антрацена в препарате – 99 %

$$\delta_N = \pm \frac{0,1}{99} = \pm 0,01$$

7.5 Погрешность приготовления контрольного раствора № 1 определяется по формуле (Б.5)

$$\delta = \pm 1,1 \cdot \sqrt{0,14^2 + 0,013^2 + 0,01^2} \cdot 100 = \pm 15,5$$

Погрешность приготовления контрольного раствора № 5 составит $\pm 15,5$ %.

8 Методика приготовления контрольного раствора № 6

8.1 Для приготовления контрольного раствора № 6 используется флуоресцеин «ч».

На весах в стаканчике взвесить 31,3 мг флуоресцеина. Навеску перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить 0,1 моль/дм³ раствор гидроокиси натрия, встряхивать до полного растворения осадка. Затем из колбы 2-250-2 отобрать пипеткой пипетка 1-2-1-1 1 см³ (1 мл) исходного раствора и перенести в колбу 2-250-2, до метки прилить 0,1 моль/дм³ раствор гидроокиси натрия, встряхивать до полного перемешивания. Полученный раствор пипеткой 1-2-1-1 из колбы 2-250-2 отобрать в количестве 1 см³ (1 мл) и перенести в колбу 2-100-2, до метки прилить 0,1 моль/дм³ раствор гидроокиси натрия, встряхивать до полного перемешивания.

Перед работой контрольный раствор профильтровать с помощью набора «Х0101».

8.2 Относительная погрешность определения массы антрацена δ_m определяется по формуле (Б.2)

$$\delta_m = \pm \frac{4,3}{31,3} = \pm 0,135$$

8.3 Относительная погрешность используемой мерной посуды δ_V определяется по формуле (Б.3).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-250-2 составляет $\pm 0,3 \text{ см}^3$ ($\pm 0,3 \text{ мл}$), для колбы 2-100-2 – $\pm 0,2 \text{ см}^3$ ($\pm 0,2 \text{ мл}$), для пипетки 1-2-1-1 – $\pm 0,01 \text{ см}^3$ ($\pm 0,01 \text{ мл}$)

$$\delta_V = \pm \left(2 \cdot \frac{0,3}{250} + \frac{0,2}{100} + 2 \cdot \frac{0,01}{1} \right) = \pm 0,024$$

8.4 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества δ_N в препарате определяется по формуле (Б.4).

Массовая доля флуоресцеина в препарате – 98,5 %.

$$\delta_N = \pm \frac{1}{98,5} = \pm 0,15$$

8.5 Погрешность приготовления контрольного раствора № 2 определяется по формуле (Б.5)

$$\delta = \pm 1,1 \cdot \sqrt{0,135^2 + 0,024^2 + 0,015^2} \cdot 100 = \pm 15,2$$

Погрешность приготовления контрольного раствора № 6 составит $\pm 15,2\%$.

Аттестация контрольных растворов №№1-6 по методике приготовления.

Контрольные растворы хранятся в холодильнике не более одного месяца. Контрольные растворы вынимают из холодильника за час до начала работы. Приготовление контрольных растворов должно осуществляться лицами, аттестованными на право приготовления контрольных растворов, с обязательной записью в «Журнале приготовления контрольных растворов».

Приложение В
(обязательное)

**Порядок пересчета относительной оптической плотности на
оптическую плотность реальной кюветы**

Показания относительной оптической плотности на экране монитора приводятся для кюветы с оптическим путем 10 мм.

Реальный оптический путь кюветы согласно конструкторской документации составляет 1,53 мм.

Таким образом, значение масштаба регистрации 0,05 соответствует реальному значению оптической плотности равному

$$A^{0,05} = 1,53 \cdot \frac{0,05}{10} = 0,0076 \text{ e.o.n.}$$