



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 микроколоночные
«Милихром-6»
Методика поверки**

РТ-МП-1848-205-2025

**г. Москва
2025 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1 Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные микроколоночные «Милихром-6» (далее по тексту - хроматографы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

1.2 Прослеживаемость поверяемого СИ реализуется посредством применения ГСО:

- к единице массовой концентрации компонентов, воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 208-2024, в соответствии с поверочной схемой «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах», утвержденной Приказом Росстандарта от 28.12.2024 г. № 3158;

- к единице массы (кг), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 3-2020, в соответствии с поверочной схемой «Государственная поверочная схема для средств измерений массы», утвержденной Приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622;

- к единице объема (м³), воспроизводимой государственным первичным эталоном ГЭТ 216-2018, в соответствии с поверочной схемой «Государственная поверочная схема 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 г. № 2356.

1.3 Методы, обеспечивающие реализацию методики поверки – косвенные.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
2. Подготовка к поверке средства измерений	Да	Да	8
3. Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
4. Опробование средства измерений	Да	Да ¹⁾	10
- определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	Да	Да ¹⁾	10.2
- определение предела детектирования	Да	Да ¹⁾	10.3
5. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	Да	Да ¹⁾	11
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	Да	Да ¹⁾	11.1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа	Да	Да ¹⁾	11.2
- определение показателей точности результатов измерений	Нет	Да ²⁾	11.3
6. Оформление результатов поверки	Да	Да	12
Примечания: ¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009. ²⁾ При наличии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.			

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) в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, утвержденным Приказом Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», проводится на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку.

Информация об объеме проведенной поверки передается в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений (ФИФОЕИ).

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25
- относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80
- атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7
мм рт. ст.	от 630 до 800

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.

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
8.1	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 измерений от 20 % 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 мод. 608-N1, рег. № 53505-13 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76
Стандартные образцы (СО), средства измерений, мерная посуда, вспомогательные средства, реактивы и материалы для приготовления контрольных растворов и проведения измерений		
8.2.1, 10.3, 11.1, 11.2	Контрольные растворы: - антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией $2 \cdot 10^{-5}$; $2 \cdot 10^{-4}$; $2 \cdot 10^{-3}$ г/дм ³ ; - 2-нитроанилина в элюенте с массовой концентрацией $5 \cdot 10^{-3}$; $5 \cdot 10^{-2}$ г/дм ³	Контрольные растворы, приготовленные по методике, приведенной в приложении А, на основе ГСО 8749-2006 2-нитроанилин, ч., ТУ 6-09-258-77
Вспомогательные средства поверки: - весы лабораторные, класс точности I «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 200 г; - колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770-74; - цилиндр 1-100-2 по ГОСТ 1770-74; - пипетки градуированные 1-1-2-0,1; 1-1-2-1; 1-1-2-10 по ГОСТ 29227-91; - ацетонитрил по ТУ 6-09-14-2167-84 или с аналогичными характеристиками чистоты и оптического поглощения; - вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018; - колонка с обращенной фазой C18 по ТУ 25-7405.003-86.		

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

5.3 Все средства измерений, применяемые для поверки, 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 руководстве по эксплуатации (далее – РЭ).

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида изображениям, приведенным в описании типа;
- соответствие внешнего вида и комплектности поверяемого хроматографа требованиям эксплуатационной документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа.

Результаты внешнего осмотра считают положительными, если хроматограф соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где проходит поверка средства измерений, проводят контроль условий окружающей среды: определяют температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля окружающей среды фиксируют в протоколе поверки.

8.2 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.2.1 Готовят контрольные растворы, назначение и содержание анализируемых компонентов в которых приведены в таблице 3. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

8.2.2 Хроматограф подготавливают к работе в соответствии с РЭ.

Хроматограф выдерживают не менее 30 минут после включения для установления динамического равновесия в системе (выхода на режим).

Перед включением детекторов хроматографическую систему промывают подвижной фазой не менее 10 минут.

8.2.3 Определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования, относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа выполняют с аналитической колонкой с обращенной фазой С18.

Таблица 3 - Контрольные растворы и условия для определения предела детектирования и метрологических характеристик

Детектор	Состав раствора	Содержание контрольного компонента в растворе, г/дм ³		Объем вводимой пробы, мм ³
		Определение предела детектирования	Определение метрологических характеристик	
спектрофотометрический СФД-УФ	антрацен в ацетонитриле	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$	6
спектрофотометрический СФД-В	2-нитроанилин в элюенте ацетонитрил/вода 85:15	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2}$	6
флуориметрический ФМД	антрацен в ацетонитриле	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-4}$	6

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

На рабочем столе компьютера нажимают на ярлык программы «UniChrom-97». Производят запуск программы. Открывают вкладку «ПОМОЩЬ». В открытом окне выбирают вкладку «О системе». Появляется информация о наименовании программного обеспечения (далее – ПО) и номер версии.

Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	UniChrom-97
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	5.0.19
Цифровой идентификатор ПО	9723466a5f0de4842dd46a6376ce2b95

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 При опробовании определяют уровень флуктуационных шумов, дрейф нулевого сигнала и предел детектирования. Процедуру опробования выполняют при помощи ПО «UniChrom-97» (раздел UniChrom Chromatograph Validation Template for Milichrom-6 - rus.uwb).

10.2 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

10.2.1 Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют при условиях, указанных в таблице 5, после выхода хроматографа на режим в соответствии с РЭ.

Таблица 5 - Условия определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Элюент	Время измерений*, с		Скорость потока элюента, см ³ /мин	Режимные параметры
		уровня флуктуационных шумов	дрейфа нулевого сигнала		
спектрофотометрический СФД-УФ	ацетонитрил/вода	1,2	20	0,1	одноволновой режим с длиной волны детектирования 250 нм
спектрофотометрический СФД-В	ацетонитрил/вода	1,2	20	0,1	одноволновой режим с длиной волны детектирования 400 нм
флуориметрический ФМД	ацетонитрил/вода	1	5	0,1	длина волны возбуждения Ех 250 нм, эмиссии Ем 450 нм

* Под временем измерений здесь и далее следует понимать время (шаг) интегрирования. При определении уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа допускается включать цифровой фильтр и вычитать фон в соответствии с РЭ.

10.2.2 Результаты операции поверки считают положительными, если значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 7.

10.3 Определение предела детектирования

10.3.1 Определение предела детектирования выполняют с применением контрольных растворов, приготовленных в соответствии с Приложением А и приведенных в таблице 3.

Методика приготовления элюента приведена в приложении Б.

Для определения предела детектирования вводят в хроматограф не менее шести раз соответствующий поверяемому детектору контрольный раствор (таблица 3).

Предел детектирования C_{\min} , г/см³, рассчитывают по формуле (1)

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot C \cdot V_{\text{пробы}} \cdot 60}{S \cdot V}, \quad (1)$$

- где C – массовая концентрация контрольного вещества, г/дм³;
 $V_{\text{пробы}}$ – объем вводимой пробы, дм³;
 S – площадь пика, е.о.п.с или мВ·с;
 Δx – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, е.о.п. или мВ;
 V – расход элюента, см³/мин.

Результаты считают положительными, если значения предела детектирования не превышают значений, приведенных в таблице 7.

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

11.1.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала (по времени удерживания, по площади пика) проводят на хроматографе с соответствующим детектором и аналитической колонкой, указанной в 8.2.3.

11.1.2 Метрологические характеристики определяют с использованием контрольных растворов, приведенных в таблице 3, при условиях хроматографирования, указанных в таблице 6.

Таблица 6 - Условия определения метрологических характеристик

Детектор	Элюент	Время измерений, с	Объем вводимой пробы, мм ³	Скорость потока, см ³ /мин	Режимные параметры
спектрофотометрический СФД-УФ	ацетонитрил/вода	0,4	6	0,1	одноволновой режим с длиной волны детектирования 250 нм
спектрофотометрический СФД-В	ацетонитрил/вода	0,4	6	0,1	одноволновой режим с длиной волны детектирования 400 нм
флуориметрический ФМД	ацетонитрил/вода	1	6	0,1	длина волны возбуждения E_x 250 нм, эмиссии E_m 450 нм

11.1.3 Контрольную смесь вводят в хроматограф не менее 12 раз, измеряют значения выходных сигналов (по площади пика и времени удерживания).

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле (2)

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

где n – число измерений;

h_i – i -ое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания), е.о.п., В;

\bar{h} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (по площади пика и времени удерживания), е.о.п., В.

Примечание - Допускается не учитывать первые два результата, так как в этот момент происходит стабилизация химических процессов в колонке.

Обработку результатов десяти измерений проводят с помощью ПО «UniChrom-97» (раздел UniChrom Chromatograph Validation Template for Milichrom-6 - rus.uwb).

Результаты операции поверки считают положительными, если значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 7.

11.2 Определение относительного изменения параметров выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы хроматографа (по площади пика)

После выполнения измерений по 11.1.3 через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют операции по 11.1.3 при условиях хроматографирования, указанных в таблице 6.

Относительное изменение параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа (по площади пика) рассчитывают по формуле (3)

$$\sigma_t = \frac{\bar{h}_t - \bar{h}}{\bar{h}} \cdot 100, \quad (3)$$

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

\bar{h}_t – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (по площади пика), полученное через 8 часов непрерывной работы хроматографа, е.о.п., В.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа (по площади пика) не превышают значений, приведенных в таблице 7.

Таблица 7 – Значения уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования, предела допустимого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика и времени удерживания), пределов допустимого относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа (по площади пика)

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (элюент ацетонитрил-вода, объемное отношение 85/15, скорость потока элюента 0,1 см ³ /мин), не более: СФД-УФ, СФД-В, е.о.п. ФМД, В	1·10 ⁻⁴ 5·10 ⁻⁴

Наименование характеристики	Значение
Дрейф нулевого сигнала (элюент ацетонитрил-вода, объемное отношение 85/15, скорость потока элюента 0,1 см ³ /мин), не более: СФД-УФ, СФД-В, е.о.п./ч ФМД, В/ч	5·10 ⁻⁴ 5·10 ⁻⁴
Предел детектирования, г/см ³ , не более: СФД-УФ по антрацену СФД-В по 2-нитроанилину ФМД по антрацену	2·10 ⁻⁹ 2·10 ⁻⁹ 2·10 ⁻¹⁰
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа (по площади пика и времени удерживания), %: СФД-УФ, СФД-В ФМД	1 1,5
Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа за 8 ч непрерывной работы (по площади пика), %: СФД-УФ, СФД-В ФМД	±5 ±10

11.3 Определение показателей точности результатов измерений

При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Результаты поверки (с учетом объема проведенной поверки) передаются 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.

12.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин.

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

Заместитель начальника отдела
ФБУ «НИЦ ПМ - РОСТЕСТ»

Д.А. Пчелин

Начальник сектора ФБУ «НИЦ ПМ - РОСТЕСТ», к.х.н.

О.Л. Рутенберг

Методика приготовления контрольных растворов

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр) с массовой концентрацией антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $CO \pm 2\%$ при $P=0,95$.

А.1.2 2-нитроанилин, массовая доля основного вещества не менее 99 %, ч., по ТУ 6-09-258-77.

А.1.3 Весы лабораторные, класс точности I «специальный» по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 200 г.

А.1.4 Колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.5 Цилиндр 1-100-2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.6 Пипетки градуированные 1-1-2-0,1; 1-1-2-1, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227-91.

А.1.7 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии по ТУ 2634-002-54260861-2013 или с аналогичными характеристиками чистоты и оптического поглощения.

А.1.8 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Приготовление контрольных растворов антрацена

А.2.1.1 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией антрацена $C_1 = 2 \cdot 10^{-3}$ мг/см³ ($2 \cdot 10^{-3}$ г/дм³).

При помощи пипетки переносят 1 см³ ГСО в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

А.2.1.2 Действительное значение массовой концентрации антрацена в контрольном растворе (C_1 , мг/см³) вычисляют по формуле (А.1)

$$C_{1,2} = \frac{C_{zco} \cdot V_n}{V_k}, \quad (A.1)$$

где C_{zco} - действительное (паспортное) значение массовой концентрации контрольного вещества в стандартном образце, мг/см³;

V_n - объем раствора ГСО, отобранный пипеткой, см³;

V_k - объем приготовленного раствора, см³.

Раствор предназначен для определения метрологических характеристик хроматографа с детектором СФД-УФ.

А.2.1.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией антрацена $C_2 = 2 \cdot 10^{-4}$ мг/см³ ($2 \cdot 10^{-4}$ г/дм³).

При помощи пипетки переносят 0,1 см³ стандартного образца в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации антрацена в контрольном растворе (C_2 , мг/см³) вычисляют по формуле (А.1).

Раствор предназначен для определения предела детектирования хроматографа с детектором СФД-УФ и определения метрологических характеристик хроматографа с детектором ФМД.

А.2.1.4 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией антрацена $C_3 = 2 \cdot 10^{-5}$ мг/см³ ($2 \cdot 10^{-5}$ г/дм³)

При помощи пипетки отбирают 1 см³ раствора с массовой концентрацией антрацена $C_1 = 2 \cdot 10^{-3}$ мг/см³ ($2 \cdot 10^{-3}$ г/дм³) и переносят его в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, доводят раствор до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации антрацена в контрольном растворе (C_3 , мг/см³) вычисляют по формуле (А.2)

$$C_3 = \frac{C_1 \cdot V_n}{V_k} \quad (\text{А.2})$$

Раствор предназначен для определения предела детектирования хроматографа с детектором ФМД.

А.3 Приготовление контрольных растворов 2-нитроанилина

А.3.1 Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией 2-нитроанилина 5 г/дм³ (5 мг/см³)

Взвешивают 500 мг 2-нитроанилина, вносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, доводят до метки элюентом и перемешивают.

Массовую концентрацию 2-нитроанилина ($C_{исх}$, г/см³) вычисляют по формуле (А.3)

$$C_{исх} = \frac{m}{V_k}, \quad (\text{А.3})$$

где m - масса контрольного вещества, мг;

V_k - объем приготовленного раствора, см³.

А.3.2 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией 2-нитроанилина $5 \cdot 10^{-2}$ г/дм³ ($5 \cdot 10^{-2}$ мг/см³)

При помощи пипетки отбирают 1 см³ исходного раствора 2-нитроанилина в элюенте и переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, доводят до метки элюентом и перемешивают.

Раствор предназначен для определения метрологических характеристик хроматографа с детектором СФД-В.

А.3.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией 2-нитроанилина $5 \cdot 10^{-3}$ г/дм³ ($5 \cdot 10^{-3}$ мг/см³)

При помощи пипетки отбирают 10 см³ раствора с массовой концентрацией 2-нитроанилина в элюенте $5 \cdot 10^{-2}$ г/дм³ и переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, доводят до метки элюентом и перемешивают.

Раствор предназначен для определения предела детектирования хроматографа с детектором СФД-В.

А.4 Контрольные растворы хранят при температуре от 4 °С до 8 °С не более 5 суток. Контрольные растворы с минимальной концентрацией хранению не подлежат.

Методика приготовления элюента

Б.1 Для приготовления элюента применяют оборудование и реактивы, указанные в таблице 2.

Б.2 В качестве элюента используют смесь ацетонитрила и дистиллированной воды.

Объемная доля компонентов в смеси составит:

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

Примечание – Объемное соотношение компонентов может быть изменено в зависимости от типа сорбента.

Б.3 Для приготовления этой смеси в цилиндр вместимостью 100 см³ наливают 85 см³ (85 мл) ацетонитрила и 15 см³ (15 мл) воды. Смесь встряхивают до полного перемешивания.