

**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
«ЦЕНТР МЕТРОЛОГИИ СЕРТИФИКАЦИИ КАРТЕСТ»
(ООО «ЦМС КАРТЕСТ»)**

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор ООО «ЦМС КАРТЕСТ»

А.А. Клоков

2025 г.



ГСИ. Хроматографы жидкостные 1260 Infinity III

Методика поверки

МП КРТ-11-2025

**г. Москва
2025 г.**

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные 1260 Infinity III (далее – хроматографы) и устанавливает методы и средства поверок. Поверка хроматографов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость хроматографов к:

- ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 (для ГСО 11886-2022);

- ГЭТ 208-2024 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» в соответствии с приказом Росстандарта от 28.12.2024 № 3158 (для ГСО 11872-2022 и ГСО 11840-2021);

- ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы – килограмма» в соответствии с приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 (для ГСО 8749-2006) и ГЭТ 216-2018 «Государственный первичный эталон единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9} \text{ м}^3$ до $1,0 \text{ м}^3$ » в соответствии с Приказом Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356 (для ГСО 8749-2006).

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений поверяемым средством измерений величины, функционально связанной с величиной, воспроизводимой стандартным образцом утвержденного типа.

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

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел детектирования по антрацену (кофеину) ¹⁾ , г/см ³	$2,0 \cdot 10^{-9}$
Предел детектирования по сахарозе (глюкозе) ²⁾ , г/см ³	$2,0 \cdot 10^{-7}$
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала, %:	
- для детектора на диодной матрице:	
по времени удерживания	1,0
по площади пика	1,5
- для рефрактометрического детектора:	
по времени удерживания	1,0
по площади пика	1,5
Примечания к таблице:	
¹⁾ характеристики приведены при использовании детектора на диодной матрице	
²⁾ характеристики приведены при использовании рефрактометрического детектора	

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

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

Приказ Росстандарта от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 28.12.2024 № 3158 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы»

Приказ Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости»

ГОСТ 12.2.007.0–75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ OIML R 76-1-2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Перечень операций поверки

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

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операции при		Номер пункта методики поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	8
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	9
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	10
4 Определение метрологических характеристик средства измерений:			
- Определение предела детектирования	да	да	11.1
- Определение относительного средне-квадратического отклонения выходного сигнала	да	да	11.2
5 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, хроматограф бракуется, и выполняются операции по п. 13.4.

3.3 На основании письменного заявления владельца хроматографа или лица, представившего хроматограф на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для одного из детекторов (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 30;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

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

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

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

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений: относительной влажности от 10 % до 95 %, температуры от +10 °С до +35 °С, абсолютная погрешность по каналу относительной влажности $\pm 3,0$ %, по каналу температуры $\pm 0,4$ °С	Прибор комбинированный Testo 622, рег. № 53505-13
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Интервал аттестованных значений массовой концентрации антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения ± 2 %, при P=0,95	Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр) ГСО 8749-2006
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Интервал аттестованных значений массовой доли кофеина от 97,00 % до 99,99 %, доверительные границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0$ %, при P=0,95	Стандартный образец состава кофеина (Кнф СО УНИИМ) ГСО 11872-2022
	Интервал аттестованных значений массовой доли сахарозы от 95,00 % до 100,00 %, доверительные границы абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,90$ %, при P=0,95	Стандартный образец состава сахарозы (Сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022
	Интервал аттестованных значений массовой доли D-глюкозы ангидрида от 95,00 % до 99,99 %, доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 0,50$ %, при P=0,95	Стандартный образец УГЛЕВОДЫ 2 ГСО 11840-2021
	Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности, цена деления 0,1 мг, максимум – 220 г	Весы неавтоматического действия SECURA 224 1ORU, рег. № 55629-13
	Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501	
Ацетонитрил для жидкостной хроматографии о.с.ч. по ТУ 2634-002-54260861-2013		
Хроматографическая колонка Agilent ZORBAX SB-C18 4,6x150 мм, 5 мкм, или аналогичная		
Хроматографическая колонка Agilent Hi-Plex Ca 7,7 x 300 мм, 8 мкм, или аналогичная		
Колонка может быть заменена на рестриктор (отрезок капилляра)		
Меры объема – колбы мерные II класса точности исполнения 2-25-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770		
Меры объема – пипетки II класса точности 2-2-5, 2-1-25 по ГОСТ 29227		

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

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа (далее – ГСО) в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

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

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

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

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

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Хроматограф подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить контрольные растворы из ГСО, предусмотренных в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению и таблицей 4:

- для детектора на диодной матрице: контрольный раствор антрацена, используя ГСО 8749-2006, или кофеина, используя ГСО 11872-2022;
- для рефрактометрического детектора: контрольный раствор сахарозы, используя ГСО 11886-2022, или глюкозы, используя ГСО 11840-2021.

Методика приготовления контрольных растворов приведена в Приложении А.

9.3 Приготовить по 200 см³ подвижных фаз воды и ацетонитрила.

Таблица 4 – Детекторы, контрольное вещество

Детектор	Контрольное вещество, массовая концентрация, мкг/см ³	Растворитель для приготовления контрольного вещества
Детектор на диодной матрице	Антрацен, 5,0	Ацетонитрил для жидкостной хроматографии
	Кофеин, 12,5	
Рефрактометрический детектор	Сахароза, 200	Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501
	Глюкоза, 200	

9.4 Опробование

Провести контроль условий поверки с помощью прибора комбинированного Testo 622, приведенного в таблице 3. С помощью программного обеспечения (далее – ПО) установить рабочие параметры хроматографа по таблице 5 в зависимости от детектора.

Включить хроматограф и запустить пробную процедуру измерения уровня флуктуационных шумов. Убедиться, что хроматограф функционирует и результаты измерения выводятся на табло, расположенное на передней панели хроматографа. Зафиксировать полученное значение уровня флуктуационных шумов ΔX (за период не более 20 с).

Хроматограф считается прошедшим опробование, если установлено соединение хроматографа с ПО, успешно проведены измерения уровня флуктуационных шумов.

Таблица 5 – Детекторы и условия проведения поверки

Детектор	Условия проведения поверки
Детектор на диодной матрице	- колонка Agilent ZORBAX SB-C18 4,6x150 мм, 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке) или капилляр; - элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде; - расход элюента 1 см ³ /мин; - длина волны 254 нм.
Рефрактометрический детектор	- колонка Agilent Hi-Plex Ca 7,7 x 300 мм, 8 мкм или Waters Atlantis dC18, 150 x 4,6 мм, 5 мкм или капилляр; - температура колонки – 80 °С; - температура ячейки - 35 °С; - элюент – вода; - расход элюента – 1 см ³ /мин.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Провести проверку идентификационных данных ПО хроматографа. Идентификационные данные ПО, включая наименование и номер версии ПО, могут быть выведены при обращении к подпункту меню ПО «About». Считать идентификационные данные ПО хроматографа и сравнить их с таблицей 6.

Таблица 6 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OpenLab CDS
Номер версии (идентификационный номер ПО)	не ниже 2.7.2.203
Примечание – В номере версии неизменяемая часть 2.7 – отвечает за метрологически значимую часть ПО OpenLab CDS	

Хроматограф считается прошедшим проверку ПО, если зафиксированные идентификационные данные ПО отвечают требованиям таблицы 6.

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение относительного среднеквадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала хроматографа

Для определения ОСКО выходного сигнала ввести не менее трех раз контрольное вещество, выбранное в соответствии с п.9.2 и таблицей 4, для насыщения колонки, а затем провести 10 вводов контрольного вещества (объем каждой вводимой пробы от 5 до 50 мкл) с регистрацией времени удерживания (t_i) и площади пика контрольного вещества (S_i).

11.2 Определение предела детектирования

При определении предела детектирования S_{min} использовать средние значения площадей пиков контрольных веществ, полученные при определении значений ОСКО площадей пиков по п. 11.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Определение ОСКО выходного сигнала хроматографа

По результатам измерений, полученным по п.11.1, определить ОСКО выходного сигнала по площади пика и времени удерживания с помощью ПО хроматографа по формулам:

$$ОСКО_i = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

$$OSKO_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где t_i - i -ое значение результатов измерений времени удерживания, с;

S_i - i -ое значение результатов площади пика, Б·с, Ед. рефр·с;

\bar{t} - среднее арифметическое значение времени удерживания, с;

\bar{S} - среднее арифметическое значение площади пика, Б·с, Ед. рефр·с;

n - количество измерений.

Значения ОСКО времени удерживания, площади пика не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

12.2 Определение предела детектирования

По результатам измерений, полученным по п. 11.2, рассчитать значение предела детектирования C_{\min} (г/см³) по формуле:

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

где ΔX - уровень флуктуационных шумов, полученный по п.9.4, Б, Ед. рефр;

m - масса введенного контрольного вещества, рассчитанная по формуле (4), г;

S - площадь пика, Б·с, Ед. рефр·с;

U - расход элюента, см³/с.

Массу введенного контрольного вещества m рассчитать по формуле:

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

где C - массовая концентрация контрольного вещества в растворе, г/см³;

V - объем вводимого контрольного вещества, см³.

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

13 Оформление результатов поверки

13.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

13.2 Положительные результаты с учетом объема проведенной поверки (при проведении поверки в сокращенном объеме на основании письменного заявления владельца) оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.3 Нанесение знака поверки на хроматограф не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки хроматограф признают непригодным к дальнейшей эксплуатации и оформляют результаты в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510.

13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказами Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 и от 31.07.2020 г. № 2510.

Приложение А (обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов стандартных образцов

А.1 Для приготовления контрольных растворов используются

Стандартные образцы по таблице 3

Колбы мерные II класса точности исполнения 2-25-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770

Пипетки II класса точности 2-2-5, 2-1-25 по ГОСТ 29227

Вода для лабораторного анализа I степени чистоты по ГОСТ Р 52501 (или неионизированная вода с удельным сопротивлением не менее 15 МОм·см)

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии о.с.ч. по ТУ 2634-002-54260861-2013

Весы неавтоматического действия I (специального) класса точности, цена деления 0,1 мг.

А.2 Приготовление контрольных растворов антрацена в ацетонитриле

При помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 1 см³ переносят 0,25 см³ ГСО состава раствора антрацена в ацетонитриле с номинальным значением массовой концентрации 200 мкг/см³ (действительное значение указано в паспорте) в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 10 см³, разбавляют до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации антрацена в растворе (C), мкг/см³, вычисляют по формуле:

$$C = C_0 \cdot \frac{V_0}{V}, \quad (\text{A.1})$$

где C_0 - действительное значение массовой концентрации ГСО состава раствора антрацена, мкг/см³;

V_0 - объем ГСО состава раствора антрацена, использованный для приготовления данного раствора (0,25 см³);

V - объем подготавливаемого раствора (10 см³).

А.3 Приготовление контрольных растворов сахарозы, кофеина, глюкозы

Навеску ГСО (12,5 мг – для кофеина, 200 мг – для сахарозы и глюкозы) взвешивают на весах неавтоматического действия с точностью до четвертого десятичного знака и помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют указанный в таблице 4 растворитель на треть объема колбы и перемешивают до растворения. Затем доводят растворителем до метки, закрывают колбу пробкой и перемешивают.

Действительное значение массовой концентрации кофеина (сахарозы, глюкозы) в контрольном растворе (C'), мкг/см³, вычисляют по формуле:

$$C' = C_{ГСО} \cdot \frac{m_{нав}}{100 \cdot V_K}, \quad (\text{A.2})$$

где $C_{ГСО}$ - действительное значение массовой доли кофеина (сахарозы, глюкозы) в ГСО, %;

$m_{нав}$ - масса навески ГСО, мкг;

V_K - объем подготавливаемого раствора (1000 см³).

А.4 Приготовленные контрольные растворы использовать в день приготовления.