



СОГЛАСОВАНО

Главный метролог

ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»

В. А. Лапшинов

М.п. «27» апреля 2026 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные Agilent 1260 Infinity III

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-1076-2026

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные Agilent 1260 Infinity III (далее – хроматографы) со следующими серийными номерами: DEGEВ02235, DEGEВ02587, DEGEВ01632, предназначенные для измерения содержания компонентов в жидких пробах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

1.2 Настоящая методика поверки устанавливает методы и средства первичной поверки хроматографа перед вводом в эксплуатацию и периодической поверки в процессе эксплуатации.

1.3 При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается прослеживаемость к Государственному первичному эталону 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 ГЭТ 208-2024 (далее - ГЭТ 208-2024) путем применения государственного стандартного образца утвержденного типа состава кофеина (Кфн СО УНИИМ) ГСО 11872-2022, прослеживаемого к ГЭТ 208-2024 согласно Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утверждённой Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3158 от 28.12.2024 г.

1.4 При определении метрологических характеристик поверяемого средства измерений используется метод косвенных измерений.

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
1 Внешний осмотр средства измерений	да	да	7
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	да	да	8
2.1 Контроль условий поверки	да	да	8.1
2.2 Подготовка к поверке средства измерений	да	да	8.2
2.3 Опробование средства измерений	да	да	8.3
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	да	да	9
4 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	10
4.1 Определение предела детектирования	да	да	10.1
4.2 Определение относительного среднеквадратического отклонения	да	да	10.2

Наименование операции поверки	Обязательность проведения операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
выходного сигнала (по площади пика, по времени удерживания)			
4.3 Определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы	да	да	10.3

2.2 Проведение поверки в сокращенном объеме не допускается.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	от +15 до +25;
относительная влажность окружающего воздуха, %	от 20 до 80;
атмосферное давление, кПа	от 84 до 106.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие Руководство по эксплуатации хроматографа и имеющие навыки работы с хроматографом.

4.2 Для получения результатов измерений, необходимых для поверки, допускается участие в поверке оператора, обслуживающего (эксплуатирующего) хроматограф (под контролем поверителя).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 8 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании средства измерений)	Средство измерений: - температуры окружающей среды в диапазоне измерений от +15 °С до +25 °С с абсолютной погрешностью $\pm 0,5$ °С; - атмосферного давления в диапазоне измерений от 84 до 106 кПа, с абсолютной погрешностью $\pm 0,3$ кПа; - относительной влажности воздуха в диапазоне измерений от 20% до 80 % с погрешностью ± 2 %	Измеритель влажности и температуры ИВТМ-7 рег. № 71394-18
п. 10 Определение метрологических характеристик и	Стандартные образцы состава кофеина, интервал допускаемых аттестованных значений от 97,00 % до 99,99 %,	Стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ),

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $CO \pm 1 \%$	ГСО 11872-2022
Вспомогательные средства:		
Весы неавтоматического действия, класс точности I в соответствии с ГОСТ OIML R 76-1-2011		Весы неавтоматического действия ACCULAB ATL модификации ACCULAB ATL-80d4, рег. № 57188-14
–Ацетонитрил для градиентной ВЭЖХ ос.ч., ТУ 20.14.43-005-62112778-2020; –Вода для лабораторного анализа 1-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005; –Колбы конические Кн 01-2000-14/23-ТСХ, Кн 01-500-14/23-ТСХ, ГОСТ 25336-82; –Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74; –Мешалка магнитная ПЭ-6100; –Цилиндры мерные 2-500-2, 2-2000-2, ГОСТ 1770-74; –Устройство для фильтрации подвижной фазы в сборе с фильтрующей насадкой вместимостью 500 см ³ и приемной колбой – на 2 дм ³ в комплекте с мини-насосом для создания вакуума; –Ультразвуковая ванна; –Хроматографическая колонка ZORBAX SB-C18 (4,6×150 мм, 5 мкм); –Мембранные фильтры 0,45 мкм, PTFE		
Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации.

6.2 При проведении поверки хроматограф должен быть надежно заземлен.

6.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

6.4 Следует выполнять требования, изложенные в документах:

- «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии. ПТЭЭП» (с изменениями 2022 г.), утверждённые приказом Минэнерго России от 12 августа 2022 года N 811.

- «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утверждённые приказом Минтруда России от 15.12.2020 N 903н (ред. от 29.04.2022).

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 При внешнем осмотре проверяют:

- отсутствие внешних механических повреждений (царапин, вмятин и др.), влияющих на процесс поверки хроматографа;
- правильность установки хроматографа;

- соответствие комплектации хроматографа эксплуатационной документации на него;
- соответствие внешнего вида хроматографа описанию и изображению, приведенному в описании типа;
- правильность подключения капилляров и колонок хроматографа;
- возможность идентификации средства измерений по маркировке;
- исправность органов управления, настройки и коррекции.

7.2 Результат внешнего осмотра считается положительным, если хроматограф соответствует требованиям, перечисленным в п. 7.1. Если перечисленные требования не выполняются, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Контроль условий поверки

8.1.1 В помещении, где будет проходить поверка средств измерений, необходимо провести контроль условий окружающей среды – определить температуру, атмосферное давление и влажность окружающей среды.

8.1.2 Результаты контроля условий окружающей среды отображают в рабочих записях и в протоколе поверки.

8.2 Подготовка к поверке средства измерений

8.2.1 При подготовке к поверке необходимо провести следующие операции:

- ознакомиться с эксплуатационной документацией на хроматограф, описанием программного обеспечения и настоящей методикой поверки;
- убедиться, что хроматограф подготовлен к работе согласно указаниям Руководства по эксплуатации;
- убедиться, что выполнены мероприятия по обеспечению условий безопасности;
- убедиться, что эталоны выдержаны при температуре поверки не менее 24 ч.;
- подготовить к работе средства поверки в соответствии с требованиями их эксплуатационной документации;
- приготовить подвижную фазу и контрольные растворы в соответствии с процедурой, приведенной в Приложении В.

8.3 Опробование средства измерений

8.3.1 Включают питание хроматографа на всех блоках. Прогревают хроматограф в течение одного часа. Устанавливают хроматографическую колонку в термостат. Устанавливают поток 0,5 мл/мин, проверяют отсутствие течей подвижной фазы в местах соединений. Удостоверяются в стабильности давления подвижной фазы на входе в колонку.

8.3.2 Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Перед проведением измерений хроматограф должен прокачивать поток элюента для стабилизации определяемых параметров не менее двух часов.

Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов проводится с помощью программного обеспечения (далее – ПО) хроматографа. Для этого следует установить хроматографические условия из таблицы Б.1 Приложения Б и снять базовую линию в течение не менее 30 минут.

Измерение уровня флуктуационных шумов проводится по алгоритму Peak-to-Peak и определяется за любой 1-минутный отрезок времени, начиная с 10 минуты записи хроматограммы. Дрейф, начиная с 10-ой минуты записи хроматограммы базовой линии, определяется за 20-минутный отрезок времени и автоматически пересчитывается программой как за один час.

8.3.3 Результат опробования хроматографа считается положительным, если отсутствуют сообщения об ошибках и неисправностях в работе каждого блока, хроматограф

стабильно держит давление, полученные значения дрейфа и уровня флуктуационных шумов не превышают значений, указанных в описании типа. Если перечисленные условия не выполняются, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Для проверки соответствия ПО выполняют следующие операции:

9.1.1 Запускают программу OpenLab CDS 2.

9.1.2 В верхнем левом углу «кликают» на вкладку «File», далее нажимают кнопку «About».

9.1.3 В открывшемся окне появляются идентификационные данные ПО хроматографа.

9.1.4 Идентификационные данные ПО должны соответствовать указанным в Таблице 3.

Таблица 3 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	OpenLab CDS 2
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	2.7

9.2 Результат подтверждения соответствия ПО считается положительным, если номер версии ПО хроматографа не ниже указанного в таблице 3. Если это условие не выполняется, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

10.1 Определение предела детектирования

10.1.1 С помощью ПО задают условия проведения анализа из Таблицы Б.1 Приложения Б, для этого создают метод и последовательность в соответствии с Руководством по эксплуатации. Дожидаются, пока хроматограф выйдет на режим с заданными условиями.

10.1.2 В инжектор хроматографа вводят 20 мкл контрольного раствора. Состав и концентрация контрольных растворов приведены в таблице Б.1 Приложения Б.

10.1.3 Регистрируют хроматограмму.

10.1.4 После записи хроматограммы проводят ее обработку с помощью ПО и рассчитывают предел детектирования, C_{min} , г/см³, по формуле (1):

$$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S \cdot V}, \quad (1)$$

$$G = V_{пр} \cdot C_{комп}, \quad (2)$$

где ΔX – уровень флуктуационных шумов, Б, определенный по п. 8.3.2;

S – площадь пика, Б·с;

V – скорость потока (расход) элюента, см³/с;

G – масса контрольного вещества, г, рассчитанная по формуле (2);

$V_{пр}$ – объем введенной пробы, см³;

$C_{комп}$ – концентрация введенного компонента, г/см³.

10.1.5 Результат определения предела детектирования считается положительным, если полученное значение предела детектирования $C_{\min}$ не превышает значения, указанного в таблице А.1 Приложения А. Если это условие не выполняется, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

10.2 Определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика, по времени удерживания)

10.2.1 В инжектор хроматографа последовательно вводят контрольный раствор из таблицы Б.1 Приложения Б не менее 5 раз.

10.2.2 Регистрируют хроматограммы после каждого введения, затем обрабатывают их с помощью ПО.

10.2.3 Фиксируют площадь пика (далее – S_i) и время удерживания (далее – t_i) контрольного компонента. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения», п. 3.21), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

10.2.4 Рассчитывают относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала (по площади пика), S_s , в %, по формуле (3):

$$S_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где S_i – площадь пика i -го измерения, Б·с;
 n – число полученных результатов измерений;
 $\bar{S}$ – среднеарифметическое значение площади пика, Б·с.

10.2.5 Рассчитывают относительное среднеквадратическое отклонение выходного сигнала (по времени удерживания) t_t , в %, по формуле (4):

$$t_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

где t_i – время удерживания i -го измерения, с;
 n – число полученных результатов измерений;
 $\bar{t}$ – среднеарифметическое значение времени удерживания, с.

10.2.6 Результат определения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика, по времени удерживания) считается положительным, если полученное значение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика, по времени удерживания) не превышает значения, указанного в Таблице А.1 Приложения А. Если это условие не выполняется, хроматограф признают непригодным к применению, дальнейшие операции поверки не производят.

П р и м е ч а н и е – Допускается определение относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала совмещать с определением предела детектирования по п. 10.1.

10.3 Определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы

Внимание! Необходимо убедиться, что запаса подвижной фазы (элюента) будет достаточно для работы хроматографа в течение не менее 4 часов.

10.3.1 После проведения операций по п. 10.1, 10.2 оставляют хроматограф в рабочем режиме на 4 часа. Затем в инжектор запускают контрольный раствор не менее двух раз, регистрируют хроматограммы, фиксируют значения выходного сигнала и вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала.

10.3.2 Относительное изменение выходного сигнала (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (5):

$$\delta = \frac{|\bar{x}_i - \bar{x}|}{\bar{x}} \cdot 100, \quad (5)$$

где $\bar{x}_i$ – среднее арифметическое значение параметров выходного сигнала (по площади пика) в начальный момент времени;

$\bar{x}$ – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (по площади пика) через 4 часа непрерывной работы.

10.3.3 Результат операции поверки считают положительным, если полученное значение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) хроматографа за 4 часа непрерывной работы не превышает значений, указанных в Таблице А.1 Приложения А

11 Оформление результатов поверки

11.1 При проведении поверки составляется протокол результатов измерений.

11.2 Результаты поверки хроматографа подтверждаются сведениями, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком, установленным действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

11.3 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, положительные результаты поверки оформляют свидетельством о поверке по форме, установленной в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений, заверяемой подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки.

11.4 По заявлению владельца хроматографа или лица, представившего его на поверку, отрицательные результаты поверки оформляют извещением о непригодности к применению средства измерений по форме, установленной в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

Ведущий инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»



Г.С. Володарская

Инженер по метрологии
ЛОЕИ ООО «ПРОММАШ ТЕСТ Метрология»



О.Н. Бегутова

Приложение А
(обязательное)

Метрологические характеристики хроматографов

Таблица А.1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Предел детектирования (по кофеину), г/см ³ , не более	$3,0 \cdot 10^{-9}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) результатов измерений (по площади пика, по времени удерживания), %	10
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 ч непрерывной работы, %	$\pm 3,0$

Приложение Б
(обязательное)

Хроматографические условия для проведения поверки

Таблица Б.1 - Хроматографические условия для проведения поверки

Детектор	DAD
Контрольный раствор, массовая концентрация определяемого компонента	Кофеин/ацетонитрил, 12,5 мкг/см ³
Хроматографическая колонка ¹⁾	Колонка длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм
Подвижная фаза (элюент)	80 % ацетонитрил/ 20 % вода
Расход элюента, мл/мин	1,0
Объем дозирования пробы, мкл	20
Температура колонки, °C	25±5
Рабочая длина волны детекторов	273 нм
¹⁾ При проведении операции поверки на определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа рекомендуется, во избежание влияния фазы колонок, заменять их на рестрикторы (пустотелая колонка с диаметром 0,12 мм или капилляры)	

Приложение В (обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов

В.1 Средства измерений, реактивы, материалы

Стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ), ГСО 11872-2022
 Весы неавтоматического действия ACCULAB ATL модификации ACCULAB ATL-80d4, рег. № 57188-14
 Ацетонитрил для градиентной ВЭЖХ ос.ч., ТУ 20.14.43-005-62112778-2020;
 Вода для лабораторного анализа 1-ой степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005;
 Колбы конические Кн 01-2000-14/23-ТСХ, Кн 01-500-14/23-ТСХ, ГОСТ 25336-82;
 Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
 Цилиндры мерные 2-500-2, 2-2000-2, ГОСТ 1770-74;
 Мешалка магнитная ПЭ-6100;
 Устройство для фильтрации подвижной фазы в сборе с фильтрующей насадкой вместимостью 500 см³ и приемной колбой – на 2 дм³ в комплекте с мини-насосом для создания вакуума;
 Ультразвуковая ванна;
 Хроматографическая колонка ZORBAX SB-C18 (4,6×150 мм, 5 мкм);
 Мембранные фильтры 0,45 мкм, PTFE

В.2 Приготовление подвижной фазы

В коническую колбу вместимостью 2000 см³ при помощи мерного цилиндра помещают 1600 см³ ацетонитрила и 400 см³ воды для лабораторного анализа, закрывают крышкой и ставят на мешалку для тщательного перемешивания подвижной фазы в течение не менее 30 минут. Затем фильтруют полученный элюент на устройстве для фильтрации. Помещают полученную подвижную фазу в ультразвуковую ванну на 10 минут.

В.3 Приготовление контрольного раствора кофеина массовой концентрации 12,5 мкг/см³

Навеску ГСО 12,5 мг взвешивают на аналитических весах с точностью до четвертого десятичного знака, далее помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют указанный в таблице Б.1 Приложения Б растворитель на треть объема колбы и перемешивают до растворения. Затем доводят растворителем до метки, закрывают колбу пробкой и перемешивают. Растворы пригодны для использования в течение трех суток с момента приготовления.

Массовую концентрацию кофеина в полученном растворе, C_k , г/см³, рассчитывают по формуле В.1:

$$C_k = \frac{C_{\text{ГСО}} \cdot m_{\text{нав}}}{100 \cdot V_k}, \quad (\text{В.1})$$

где $C_{\text{ГСО}}$ – аттестованное значение массовой доли кофеина в ГСО, %;
 $m_{\text{нав}}$ – навеска кофеина, г;
 V_k – объем колбы для приготовления раствора, см³.

В.4 Расчет относительной погрешности приготовления контрольного раствора

Относительную погрешность приготовления контрольных растворов рассчитывают по формуле В.2:

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2}, \quad (\text{В.2})$$

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (\text{В.3})$$

где ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);
 V_k – объем мерной колбы, см³;
 δ_1 – погрешность мерной колбы, рассчитанная по формуле (В.3);
 δ_2 – границы относительной погрешности аттестованного значения стандартного образца, взятые из паспорта, %;
 δ_3 – погрешность весов, %.

П р и м е ч а н и е – При определении относительной погрешности учитываются погрешности только тех средств измерений и лабораторной посуды, которые использовались при приготовлении контрольных растворов.