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.
« 28 » сентября 2026 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТОГРАФЫ ЖИДКОСТНЫЕ LC-2070C 3D

Методика поверки

РТ-МП-1080-205-2026

г. Москва
2026 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные LC-2070C 3D (далее – хроматографы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается посредством применения ГСО:

- к единице массовой концентрации в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 28.12.2024 г. № 3158, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 208-2024 (для ГСО 12059-2022);

- к единицам массы и объема в соответствии с Государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной приказом Росстандарта от 04.07.2022 № 1622, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 3-2020, и Государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной приказом Росстандарта от 19.05.2026 № 936, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 216-2018 (для ГСО 8749-2006).

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

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции поверки	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при поверке	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	8	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	10	Да	Да
– определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	10.1	Да	Да
– определение предела детектирования	10.2	Да	Да
– определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	10.3	Да	Да
– определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы	10.4	Да	Да
5 Оформление результатов поверки	11	Да	Да

2.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

2.3 Поверка по отдельному измерительному каналу (детектору) не предусмотрена.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С — от +15 до +25
- атмосферное давление, кПа — от 84,0 до 106,0
- относительная влажность воздуха, % — от 25 до 80

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего средство измерений (под контролем поверителя).

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
пп. 8 – 10	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 25 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ±3 %. Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,0 кПа с абсолютной погрешностью не более ±3 кПа.	Прибор комбинированный Testo 608-H1, рег. № 53505-13. Барометр-анероид метеорологический БАММ-1, рег. № 5738-76.
п. 10	Контрольный раствор с массовой концентрацией антрацена 0,001 мг/см^3, приготовленный по методике, приведенной в приложении А.	Стандартный образец состава антрацена (ГСО 12059-2022) или Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле (ГСО 8749-2006)*.
	Вспомогательные средства поверки: Весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг. Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-200-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74. Пипетки с одной отметкой 1-2-1, ГОСТ 29169-91. Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84; или с аналогичными характеристиками чистоты и оптического поглощения. Вода для лабораторного анализа, степень чистоты I, ГОСТ Р 52501-2005 (или деионизированная вода).	
* При выборе средств поверки предпочтительным является использование стандартного образца утвержденного типа с установленной прослеживаемостью к государственному первичному эталону ГЭТ 208		

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

5.3 Все средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа, поверены и соответствовать требованиям методики поверки. Стандартные образцы, используемые при поверке, должны быть утвержденного типа, соответствовать требованиям методики поверки и иметь действующие паспорта.

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в РЭ хроматографа.

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают

- соответствие комплектности хроматографа требованиям эксплуатационной документации;
- соответствие внешнего вида хроматографа описанию и изображению из описания типа;
- четкость маркировки;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа.

Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.2 Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с РЭ.

8.3 Средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

8.4 Проверяют наличие сведений о поверке и/или паспортов на средства поверки.

8.5 Готовят растворы в соответствии с приложением А.

8.6 Проводят опробование хроматографа, включая питание и запуская управляющее программное обеспечение (далее – ПО) на компьютере.

Хроматограф считается прошедшим опробование, если после включения питания отсутствуют сообщения о неисправности и устанавливается соединение ПО с хроматографом.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных ПО выполняют, проверяя соответствие версии ПО хроматографа версии ПО, указанной в описании типа. В главном меню необходимо перейти во вкладку «Help» – «About» («Помощь» – «О программе»). В открывшемся окне будет отображено название программы «LabSolutions» и номер версии ПО.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	5.136
Цифровой идентификатор ПО	-

10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

10.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.

При определении уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала рекомендуется удалить хроматографическую колонку, установить вместо колонки стальной капилляр или капилляр из полиэфирэфиркетона. После чего промыть хроматографическую систему изопропанолом со скоростью потока 2 $см^3$/мин в течение 2 часов.

Определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала хроматографа выполняют после выхода СИ на режим при условиях, указанных в таблице 4. Рекомендуется проводить определение не менее чем через 1 час после выхода хроматографа на режим.

Таблица 4 - Условия определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Элюент	Скорость потока, $см^3$/мин	Параметры
Хроматограф со встроенным детектором на диодной матрице	Вода	1	Длина волны 250 нм, ширина полосы пропускания (bandwidth) ±4 нм, постоянная времени (time constant) 2 с, температура проточной кварцевой ячейки 40 ^{0}C

Определение проводят при помощи ПО.

Задают метод расчета шума = «ASTM» и максимальное время = «15 минут», выбрав в меню «Метод» - «Проверка параметров базовой линии». Сохранив файл, нажимают на кнопку «Проверка базовой линии» на панели инструментов.

Хроматограф регистрирует нулевой сигнал в течение 15 мин, экстраполирует полученный результат на часовой отрезок и отображает итог на экране. Также результаты проверки сохраняются в папке «C:\LabSolution\Log\Baseline».

Полученные значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не должны превышать значений, приведенных ниже:

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В $5 \cdot 10^{-5}$

Дрейф нулевого сигнала, В/ч $5 \cdot 10^{-3}$

10.2 Определение предела детектирования

Определение предела детектирования выполняют после выхода на режим хроматографа, укомплектованного аналитической колонкой. Определение предела детектирования проводят по антрацену с применением контрольных растворов и условий в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 – Условия определения метрологических характеристик для хроматографов жидкостных LC-2070C 3D со встроенным детектором на диодной матрице

Контрольный раствор	Объем вводимой пробы, $см^3$	Скорость потока, $см^3$/мин	Подвижная фаза	Условия
Раствор антрацена с массовой концентрацией 1 мг/$дм^3$ (0,001 мг/$см^3$) в ацетонитриле	0,05	1	Ацетонитрил-вода, объемное отношение 80:20	Длина волны 250 нм, ширина полосы пропускания (bandwidth) ± 4 нм, постоянная времени (time constant) 0,24 с, температура проточной кварцевой ячейки 40 ^{0}C, колонка с обращенной фазой C18

Предел детектирования (C_{min}), г/см^3, рассчитывают по формуле

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

где C_1 - массовая концентрация контрольного вещества, мг/см^3;

V - объём вводимой пробы, см^3;

ν - скорость потока элюента, см^3/мин;

S - площадь пика контрольного вещества, В·с;

60 - коэффициент пересчета минут в секунды;

Δx - уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, определенный после выхода хроматографа на режим.

Полученное значение предела детектирования не должно превышать $1 \cdot 10^{-9}$ г/см^3.

10.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

Определение относительного СКО выходного сигнала выполняют после выхода хроматографа на режим, с использованием контрольных веществ и условий, применяемых при определении предела детектирования. Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходных сигналов (площади пика и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение.

Относительное СКО выходного сигнала рассчитывают по формуле:

$$\sigma = \frac{100}{\overline{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \overline{X})^2}{n-1}} \quad , \qquad (2)$$

где $\overline{X}$ – среднеарифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

X_i - значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

n – количество измерений.

Полученные значения относительного среднего квадратичного отклонения (СКО) выходного сигнала, %, не должны превышать значений, приведенных ниже:

- по площади пика 1;
- по времени удерживания 1.

10.4 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы хроматографа

Проводят операции по 10.3. Через 4 часа непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по 10.3. Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{\left| \overline{X}_t - \overline{X} \right|}{\overline{X}} \cdot 100 \, , \qquad (3)$$

где $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика);

$\overline{X}_t$ – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика), полученное через 4 часа непрерывной работы.

Полученные согласно п. 10.4 значения относительного изменения выходного сигнала (площади пика) δ_i за 4 ч непрерывной работы хроматографа должны находиться в пределах ±2 %.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

11.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

11.2 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

При положительных результатах поверки допускается оформление свидетельства о поверке в случаях, предусмотренных действующим законодательством в области обеспечения единства измерений.

11.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляют извещение о непригодности с указанием причин по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

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

Начальник отдела 205
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест» С.В. Вихрова

Ведущий инженер отдела 205
ФБУ «НИЦ ПМ – Ростест» Т.О. Никифоров

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 Стандартные образцы в соответствии с таблицей 2.

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

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

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

А.1.5 Вода для лабораторного анализа, степень чистоты I, ГОСТ Р 52501-2005 (или деионизированная вода с удельным сопротивлением не менее 15 МОм·см).

Примечание - Допускается использование иных средств измерений и оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

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

А.2.1 Приготовление раствора антрацена с массовой концентрацией 100 мг/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 0,10 г антрацена, растворяют, доводят раствором подвижной фазы (ацетонитрил / вода в объемном соотношении 80 % / 20 %) до метки, перемешивают.

А.2.2 Приготовление водного раствора антрацена с массовой концентрацией 1 мг/дм^3.

Пипеткой вместимостью 1 см^3 переносят аликвоту объемом 1 см^3 раствора антрацена, приготовленного в соответствии с А.2.1, в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Далее доводят до метки раствором подвижной фазы (ацетонитрил / вода в объемном соотношении 80 % / 20 %) и перемешивают.

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

А.3.1 Приготовление водного раствора антрацена с массовой концентрацией 1 мг/дм^3.

Пипеткой переносят 1 см^3 ГСО 8749-2006 с массовой концентрацией антрацена 0,2 мг/см^3 (200 мг/дм^3) в мерную колбу вместимостью 200 см^3. Далее доводят до метки раствором подвижной фазы (ацетонитрил / вода в объемном соотношении 80 % / 20 %) и перемешивают.