

**УТВЕРЖДАЮ**

**Заместитель директора по  
производственной метрологии  
ФГУП «ВНИИМС»**



**Н.В. Иванникова**

*22* ноября **2016 г.**

**Хроматографы жидкостные Vanquish, Vanquish Flex**

**Методика поверки**

**МП 205-13-2016**

**г. Москва  
2016 г.**

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные Vanquish, Vanquish Flex, изготавливаемые фирмой «Thermo Fisher Scientific Inc», США, фирмой «Thermo Fisher Scientific (Bremen) GmbH», Германия, фирмой «Dionex Softron GmbH a part of Thermo Fisher Scientific», Германия, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции при	
		выпуске из производства и из ремонта	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	Да	Да
Опробование	6.2		
- определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала диодно-матричного детектора и детектора с переменной длиной волны	6.2.2	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение дрейфа нулевого сигнала диодно-матричного детектора и детектора с переменной длиной волны	6.2.3	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение предела детектирования диодно-матричного детектора и детектора с переменной длиной волны	6.2.4	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение отношения сигнал/шум масс-спектрометрических детекторов и флуориметрического детектора	6.2.5	Да	Да <sup>1)</sup>
Определение метрологических характеристик	6.3		
- определение относительного среднего квадратичного отклонения (ОСКО) выходного сигнала хроматографов Vanquish, Vanquish Flex с соответствующими детекторами	6.3.1	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографов Vanquish, Vanquish Flex с соответствующими детекторами	6.3.2	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение показателей точности результатов измерений	6.3.3	Нет	Да <sup>2)</sup>

Примечания:

<sup>1)</sup> При отсутствии НД на МИ, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563.

<sup>2)</sup> При наличии НД на МИ.

1.2 Допускается проводить первичную поверку с детекторами, входящими в комплект хроматографа в соответствии с заказом.

1.3 Периодическую поверку допускается проводить по письменному заявлению владельца с теми детекторами, с которыми хроматограф эксплуатируется.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 7346-96 состава фенола, массовая концентрация фенола 1 г/дм<sup>3</sup>;
- резерпин по ФС № 423267-96;
- ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле с аттестованным значением массовой концентрации 0,2 мг/см<sup>3</sup>, границы допускаемого значения относительной погрешности ±2 % (P=0,95).
- кофеин безводный по ФС 42-0249-07
- колбы мерные наливные 2-100-2, 2-50-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 6-2-1, 6-2-5, ГОСТ 29227-91(I);
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, LC-MS № 34967 по каталогу Fluka;
- вода для лабораторного анализа, ГОСТ Р 52501-2005;
- дистиллированная вода LC-MS № 39253 по каталогу Fluka;
- хроматографическая колонка Нуперсил Gold C18 с размером частиц 3 мкм, длиной 100, диаметром 2,1 мм (допускается использовать аналогичные колонки других типоразмеров, при этом необходимо произвести корректировку скорости потока элюента);
- инъекционный вентиль с петлей 2, 5, 10 и 20 мкл.

2.2 Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, ГСО - паспорта.

2.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью.

## 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- |  |                           |
|--|---------------------------|
| – температура окружающего воздуха, °С    | от 15 до 25               |
| – атмосферное давление, кПа              | от 84 до 107              |
| – относительная влажность воздуха, %     | от 30 до 80               |
| – напряжение питания переменного тока, В | 220(+15) <sub>-10</sub> % |
| – частота переменного тока, Гц           | от 49 до 51               |

Подготовку к поверке хроматографов выполняют в соответствии с руководством по их эксплуатации.

3.2 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы. Назначение растворов и содержание в них анализируемых компонентов приведены в таблице 2.

Таблица 2

Контрольное вещество и элюент	Массовая концентрация контрольного вещества	Объем пробы, мкл	Детектор
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	50 нг/дм <sup>3</sup> (Ж)	2	Orbitrap Fusion
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	50 нг/дм <sup>3</sup> (Ж)	2	Orbitrap Fusion Lumos
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	50 нг/дм <sup>3</sup> (Ж)	2	Orbitrap Elite
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил /50:50)	50 нг/дм <sup>3</sup> (Ж)	2	Velos Pro

Контрольное вещество и элюент	Массовая концентрация контрольного вещества	Объем пробы, мкл	Детектор
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/ 50:50)	1 мкг/дм <sup>3</sup> (Г)	2	LCQ Fleet
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	100 нг/дм <sup>3</sup> (Е)	10	TSQ Quantum Access MAX
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	500 нг/дм <sup>3</sup> (Д)	2	TSQ Endura
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	500 нг/дм <sup>3</sup> (Д)	2	TSQ Quantiva
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	100 нг/дм <sup>3</sup> (Е)	5	Exactive Plus
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	100 нг/дм <sup>3</sup> (Е)	5	Q Exactive
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	100 нг/дм <sup>3</sup> (Е)	5	Q Exactive Plus
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	100 нг/дм <sup>3</sup> (Е)	5	Q Exactive Focus
Резерпин в элюенте (вода : ацетонитрил/50:50)	100 нг/дм <sup>3</sup> (Е)	5	Q Exactive HF
Антрацен (вода: ацетонитрил/20:80)	0,1 мг/дм <sup>3</sup>	20	FLD
Кофеин в воде	10 мг/дм <sup>3</sup>	10	DAD, VWD
Фенол в элюенте (вода: ацетонитрил/70:30)	10 мг/дм <sup>3</sup>	10	

#### 4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации жидкостных хроматографов с масс-спектрометрическими, диодно-матричными, флуориметрическими детекторами и детекторами с переменной длиной волны.

#### 5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы с жидкостными хроматографами и изучившие руководство по их эксплуатации и методику поверки.

#### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

##### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям технической документации;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографов и детекторов;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость надписей на лицевой панели.

## 6.2 Опробование

### 6.2.1 Автоматическое тестирование

Запускают программу автоматического тестирования. Хроматографы допускаются к дальнейшей поверке, если результаты автоматического тестирования положительные.

### 6.2.2 Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала диодно-матричного детектора DAD и детектора с переменной длиной волны VWD

Для проверки шума, дрейфа отключают колонку, водой промывают автосамплер (инжектор) и насос, колонку заменяют на стальной или полиэтиленовый капилляр (сталь марки 316 или материал PEEK) длиной 30-50 см и внутренним диаметром (0,1-0,3) мм.

Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа с диодно-матричным детектором DAD проводят после выхода детектора на режим (время прогрева не менее одного часа). В качестве элюента используют дистиллированную воду. Скорость потока элюента 1 мл/мин. После выхода хроматографа на режим в течение 30 минут записывают нулевой сигнал на длине волны 254 нм.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ( $\Delta X$ ) принимают равным амплитуде (h) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд. Полученное значение уровня флуктуационных шумов не должно превышать  $3 \cdot 10^{-6}$  е.о.п. для диодно-матричного детектора DAD и  $2,5 \cdot 10^{-6}$  е.о.п. для детектора с переменной длиной волны VWD.

Дрейф нулевого сигнала принимают равным наибольшему смещению среднего значения нулевого сигнала в течение 1 часа. Полученное значение дрейфа нулевого сигнала не должно превышать  $0,5 \cdot 10^{-3}$  е.о.п. для диодно-матричного детектора и  $0,1 \cdot 10^{-3}$  е.о.п. для детектора с переменной длиной волны.

### 6.2.3 Определение предела детектирования хроматографа с диодно-матричным детектором DAD и детектора с переменной длиной волны VWD

Определение предела детектирования выполняют на хроматографе, укомплектованном аналитической колонкой.

Предел детектирования хроматографа определяют с использованием контрольных веществ, элюентов и условий, указанных в таблице 2. Скорость потока элюента 1 мл/мин.

В хроматограф вводят пробу контрольного вещества, определяют высоту и ширину пика на половине его высоты  $\mu_{0,5}$ .

Предел детектирования рассчитывают по формуле

$$C_{\text{мин}} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{H \cdot \mu_{0,5} \cdot V},$$

где  $G$  – количество контрольного вещества, г;

$\Delta X$  – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, определенный до ввода контрольного вещества;

$H$  – высота пика контрольного вещества.

$V$  – скорость потока элюента, см<sup>3</sup>/мин;

$\mu_{0,5}$  – ширина пика на половине высоты, мин;

$\Delta X$  и  $H$  измеряют в мм, условных единицах или мВ.

$$G = C \cdot V_{\text{проб}} \cdot 10^{-9},$$

где  $C$  – массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_{\text{проб}}$  – объем введенной пробы контрольного вещества, мкл.

Полученное значение предела детектирования не должно превышать  $2 \cdot 10^{-9}$  г/см<sup>3</sup> кофеина или  $6 \cdot 10^{-9}$  г/см<sup>3</sup> фенола.

6.2.4 Определение чувствительности (отношения сигнал/шум) хроматографа с масс-спектрометрическим детектором в режиме «электроспрей»

Контрольным веществом для всех масс-спектрометрических детекторов является резерпин. Массовую концентрацию раствора резерпина выбирают в соответствии с таблицей 2. В качестве элюента применяют смесь ацетонитрила с водой в объемном соотношении 50:50.

Таблица 3

Масс-спектрометрический детектор	Объем вводимой пробы	Режим сканирования	Значение m/z
Orbitrap Fusion	Петлевой ввод 2 мкл раствора резерпина «Ж» в поток элюента из хроматографа	Полное сканирование дочерних ионов m/z 165-615, полученных в результате фрагментации m/z 609,2	m/z 397 и m/z 448
Orbitrap Fusion Lumos			
Orbitrap Elite			
Velos Pro			
LCQ Fleet	Петлевой ввод 2 мкл раствора резерпина «Г» в поток элюента из хроматографа	Полное сканирование дочерних ионов m/z 165-615, полученных в результате фрагментации m/z 609,2	m/z 397 и m/z 448
TSQ Quantum Access MAX	Петлевой ввод 10 мкл раствора резерпина «Е» в поток элюента из хроматографа	Мониторинг выбранных реакций m/z 609,2 → m/z 195,1	m/z 195,1
TSQ Endura	Петлевой ввод 2 мкл раствора резерпина «Д» в поток элюента из хроматографа	Мониторинг выбранных реакций m/z 609,2 → m/z 195,1	m/z 195,1
TSQ Quantiva			
Exactive Plus	Петлевой ввод 5 мкл раствора резерпина «Е» в поток элюента из хроматографа	Полное сканирование m/z 300-1000	m/z 609,28066
Q Exactive			
Q Exactive Plus			
Q Exactive Focus			
Q Exactive HF			

Устанавливают инъекционную петлю в инъекционный вентиль. Выбирают петлю, вместимость которой равна объему вводимой пробы, указанному в таблице 3. Устанавливают скорость потока элюента 400 мкл/мин и задают режим сканирования масс-спектрометрического детектора в соответствии с таблицей 3. Включают регистрацию масс-спектрометрических данных. С помощью шприца заполняют петлю контрольным раствором в соответствии с таблицей 3 и выполняют ввод содержимого петли в поток элюента из хроматографа.

Отношение сигнал/шум определяют с помощью системы обработки данных.

Прибор считается выдержавшим поверку, если полученные значения отношения сигнал/шум не менее значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Масс-спектрометрический детектор	Отношение сигнал/ шум
Orbitrap Fusion	100 : 1
Orbitrap Fusion Lumos	200 : 1
Orbitrap Elite	100 : 1
Velos Pro	100 : 1

Масс-спектрометрический детектор	Отношение сигнал/ шум
LCQ Fleet	100 : 1
TSQ Quantum Access MAX	3000 : 1
TSQ Endura	10000 : 1
TSQ Quantiva	100000 : 1
Exactive Plus	100 : 1
Q Exactive	100 : 1
Q Exactive Plus	100 : 1
Q Exactive Focus	100 : 1
Q Exactive HF	100 : 1

### 6.2.5 Определение чувствительности (отношение сигнал/шум) хроматографа с флуориметрическим детектором FLD

Определение отношения сигнал/ шум флуориметрического детектора FLD выполняют на хроматографе с использованием Рамановского спектра рассеяния дистиллированной воды. В качестве элюента используют дистиллированную воду. Скорость потока элюента 1 мл/мин. С 1 по 23 минуту производят запись сигнала Рамановского спектра при длине волн возбуждения 350 нм и эмиссии 397 нм. С 23 по 45 минуту производят запись темнового тока при длине волн возбуждения 350 нм и эмиссии 450 нм.

Отношение сигнал шум определяют по формуле

$$S / N = \frac{H_{\text{Раман}} - H_{\text{темн.ток}}}{H_{\text{шум}}}$$

где  $H_{\text{Раман}}$  – уровень сигнала Рамановского спектра;

$H_{\text{темн.ток}}$  – уровень сигнала темнового тока;

$H_{\text{шум}}$  – уровень шума Рамановского спектра.

Полученное значение отношения сигнал/ шум должно быть не менее 550:1.

### 6.3 Определение метрологических характеристик

#### 6.3.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения (ОСКО) выходного сигнала

Определение метрологических характеристик выполняют на хроматографе, укомплектованном аналитической колонкой с использованием контрольных растворов, элюентов и условий, указанных в таблице 2. Скорость потока элюента 1 мл/мин.

Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (площади пика и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение  $\bar{X}$ .

Относительное среднее квадратичное отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

где  $X_i$  - значение выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

Полученные значения относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала ( $\sigma$ ) хроматографа с соответствующим детектором при ручном и автоматическом дозировании пробы не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.

6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы

Проводят операции, описанные в разделе 6.3.1. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения.

Относительное изменение параметров выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100.$$

Полученные значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа с соответствующим детектором при ручном и автоматическом дозировании не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5

Детектор	Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала, %				Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала, %			
	площади пика		времени удерживания		площади пика		времени удерживания	
	При ручном дозировании	При автоматическом дозировании	При ручном дозировании	При автоматическом дозировании	При ручном дозировании	При автоматическом дозировании	При ручном дозировании	При автоматическом дозировании
Orbitrap Fusion Orbitrap Fusion Lumos Orbitrap Elite Velos Pro LCQ Fleet TSQ Quantum Access MAX TSQ Endura TSQ Quantiva Exactive Plus Q Exactive Q Exactive Plus Q Exactive Focus Q Exactive HF	5	5	2	2	±5	±5	±2	±2
FLD	4	2	1,5	1	±4	±2	±1,5	±1
DAD, VWD	2	1	1,5	1	±3	±2	±2	±2

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол.

7.2 Положительные результаты поверки хроматографа оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

7.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящие методики поверки, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС", к.х.н.



Ш.Р. Фаткудинова

Начальник сектора ФГУП "ВНИИМС", к.х.н.



О.Л. Рутенберг

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

### 1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 Резерпин по ФС № 423267-96.
- 1.2 ГСО 7346-96 состава фенола, массовая концентрация фенола 1 г/дм<sup>3</sup>.
- 1.3 Кофеин безводный по ФС 42-0249-07
- 1.4 ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле с аттестованным значением массовой концентрации 0,2 мг/см<sup>3</sup>, границы допускаемого значения относительной погрешности  $\pm 2\%$  ( $P=0,95$ ).
- 1.5 Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-50-2, ГОСТ 1770-74.
- 1.6 Пипетки градуированные 6-2-1, 6-2-5, ГОСТ 29227-91(I).
- 1.7 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 20 или 200 г.
- 1.8 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, LC-MS № 34967 по каталогу Fluka.
- 1.9 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72 или LC-MS № 39253 по каталогу Fluka.

### 2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

- 2.1 Приготовление элюента «ЭР» для хроматографического разделения резерпина  
В мерную колбу вместимостью 300 мл помещают 100 мл ацетонитрила и 100 мл воды. Перемешивают раствор.
- 2.2 Приготовление растворов резерпина в элюенте
  - 2.2.1 Приготовление контрольного раствора «А»  
Взвешивают 10 мг резерпина в бюксе.  
Градуированной пипеткой добавляют в бюксу 2 мл элюента «ЭР», после чего сливают полученную смесь в мерную колбу вместимостью 100 мл. Повторяют данную операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки элюентом «ЭР».  
Массовая концентрация резерпина в растворе «А» составляет 100 мг/дм<sup>3</sup>.
  - 2.2.2 Приготовление контрольного раствора «Б»  
1 мл контрольного раствора «А» градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объём до метки элюентом «ЭР».  
Массовая концентрация резерпина в растворе «Б» составляет 1 мг/дм<sup>3</sup>.
  - 2.2.3 Приготовление контрольного раствора «В».  
1 мл контрольного раствора «Б» градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объём до метки элюентом «ЭР».  
Массовая концентрация резерпина в растворе «В» составляет 10 мкг/дм<sup>3</sup>.
  - 2.2.4 Приготовление контрольного раствора «Г»  
10 мл контрольного раствора «В» градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объём до метки элюентом «ЭР».  
Массовая концентрация резерпина в растворе «Г» составляет 1 мкг/дм<sup>3</sup>.

### 2.2.5 Приготовление контрольного раствора «Д»

5 мл контрольного раствора «В» градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объём до метки элюентом «ЭР».

Массовая концентрация резерпина в растворе «Д» составляет 500 нг/дм<sup>3</sup>.

### 2.2.6 Приготовление контрольного раствора «Е»

1 мл контрольного раствора «В» градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объём до метки элюентом «ЭР».

Массовая концентрация резерпина в растворе «Е» составляет 100 нг/дм<sup>3</sup>.

### 2.2.7 Приготовление контрольного раствора «Ж»

5 мл контрольного раствора «Г» градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объём до метки элюентом «ЭР».

Массовая концентрация резерпина в растворе «Ж» составляет 50 нг/дм<sup>3</sup>.

2.2.8 Контрольные растворы «А» и «Б» могут храниться в закрытом сосуде при температуре 4 °С не более 30 дней; контрольные растворы «В», «Г» и «Д» не более 10 дней, контрольные растворы «Е» и «Ж» не подлежат хранению.

## 2.3 Приготовление растворов кофеина для определения ОСКО диодно-матричного детектора

2.3.1 Взвешивают в мерном стакане около 200 мг кофеина, добавляют в мерный стакан 25 мл дистиллированной воды, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Ополаскивают мерный стакан дистиллированной водой, переносят ее в мерную колбу, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Содержание кофеина в исходном растворе ( $C_0$ , мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле

$$C_0 = \frac{m}{V_{100} \cdot 10^{-3}} = \frac{m}{0,1},$$

где  $m$  – масса кофеина, мг;

$V_{100}$  – вместимость мерной колбы,  $V = 100$  см<sup>3</sup>.

### 2.3.2 Приготовление раствора кофеина с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>

1 см<sup>3</sup> исходного раствора кофеина переносят пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

### 2.3.3 Массовую концентрацию в мг/дм<sup>3</sup> кофеина в растворе рассчитывают по формуле (1)

$$C_0 = \frac{C_n \cdot V_n}{V}, \quad (1)$$

где  $V_n$  – вместимость пипетки,  $V_n = 1$  см<sup>3</sup>;

$V$  – вместимость мерной колбы.

## 2.4 Приготовление раствора фенола для определения ОСКО диодно-матричного детектора и детектора с переменной длиной волны

1 см<sup>3</sup> ГСО фенола в этаноле пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом.

## 2.5 Приготовление элюентов «ЭФ» для хроматографического разделения фенола

В мерную колбу вместимостью 200 мл мерным цилиндром вместимостью 100 мл помещают 70 мл ацетонитрила, в ту же колбу пипеткой вместимостью 10 мл помещают 5 мл концентрированной фосфорной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой.

## 2.6 Приготовление растворов антрацена

2.6.1 Приготовление контрольного раствора № 1 антрацена с массовой концентрацией 1 мг/дм<sup>3</sup> в подвижной фазе.

0,5 см<sup>3</sup> ГСО антрацена с массовой концентрацией 0,2 мг/см<sup>3</sup> пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки подвижной фазой (ацетонитрил : вода/ 4:1).

Массовая концентрация антрацена в растворе № 1 составляет 1 мг/дм<sup>3</sup>.

2.6.2 Приготовление контрольного раствора № 2 антрацена с массовой концентрацией 0,1 мг/дм<sup>3</sup> в подвижной фазе.

5 см<sup>3</sup> раствора № 1 антрацена с массовой концентрацией 1 мг/дм<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки подвижной фазой (ацетонитрил : вода/4:1).

Массовая концентрация антрацена в растворе № 2 составляет 0,1 мг/дм<sup>3</sup>.