

**УТВЕРЖДАЮ**

Первый заместитель  
генерального директора -  
заместитель по научной работе  
ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов

« 31 » 10 2016 г.



**ИНСТРУКЦИЯ**  
**ХРОМАТОГРАФЫ ЖИДКОСТНЫЕ «МАЭСТРО»**  
Методика поверки  
ФАУН.414538.001 ДЛ

р.п. Менделеево  
2016 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

1	Операции поверки	3
2	Средства поверки	3
3	Требования безопасности	4
4	Условия поверки	5
5	Подготовка к поверке	5
6	Требования к квалификации поверителей	5
7	Проведение поверки	5
8	Оформление результатов поверки	11
	Приложение А Методика приготовления контрольных растворов для поверки хроматографов жидкостных «МАЭСТРО»	12
	Приложение Б Протокол поверки хроматографа жидкостного «МАЭСТРО»	14

## Введение

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные «МАЭСТРО» (далее по тексту хроматографы «МАЭСТРО»), изготавливаемые ООО «ИНТЕРЛАБ», г. Москва, и устанавливает процедуру их первичной и периодических поверок. Поверке подлежат все вновь выпускаемые, выходящие из ремонта и находящиеся в эксплуатации хроматографы «МАЭСТРО».

Интервал между поверками – один год.

## 1 Операции поверки

1.1 При проведении первичной и периодической поверок, выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7.1	да	да
Опробование	7.2	да	да
Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала $\Delta X$ и дрейфа нулевого сигнала	7.3	да	да
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов хроматографа	7.4	да	да
Определение пределов детектирования $C_{min}$	7.5	да	да
Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы $\delta_t$	7.6	да	да

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается и хроматограф «МАЭСТРО» бракуется.

## 2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, реактивы и оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование	Номер нормативного документа, стандартного образца
7.3.1-7.3.5; 7.3.6; 7.3.8; 7.4-7.6	Вода 1-й степени чистоты	ГОСТ Р 52501-2005
7.3.1-7.3.4; 7.3.6-7.3.7	Ацетонитрил для жидкостной хроматографии о.с.ч.	ТУ 6-09-5449-89
7.4-7.6	Раствор антрацена в ацетонитриле, массовая концентрация 200 мкг/см <sup>3</sup>	ГСО 8749-2006
7.3-7.6	Колбы мерные 2-250-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770-74

Продолжение таблицы 2

Номер пункта методики поверки	Наименование	Номер нормативного документа, стандартного образца
7.3-7.6	Пипетка градуированная 2-2-5, 2-1-25	ГОСТ 29169-91
7.3.1-7.3.5; 7.3.6; 7.3.8; 7.4-7.6	Бидистиллятор стеклянный	ТУ 25-11.1592-81
7.4-7.6	Стандартный образец состава раствора глюкозы, массовая концентрация 1 г/дм <sup>3</sup>	ГСО 9280-2008
7.4-7.6	Сахароза	ГОСТ 5833-75
7.4-7.6	о-ксилол ХЧ	ТУ 2631-088-44493179-03
7.3.5.1	н-гептан для хроматографии ХЧ	ТУ 2631-062-44493179-01
7.4-7.6	ГСО фенола в этаноле	ГСО 9915-2011
7.3.7	Ортофосфорная кислота, чда	ГОСТ 6552-80
7.3-7.6	Весы лабораторные типа ВЛР-200 г класса точности 2	ГОСТ 24104-2001
7.3-7.6	Термометр лабораторный ТЛ-Б2, диапазон измерений (0 – 50) °С, цена деления 0,1 °С	ГОСТ 28498-90
7.3-7.6	Психрометр аспирационный МВ-4-2М, диапазон измерений относительной влажности (10 - 100) %	ТУ 25-1607.054-85
7.3-7.6	Барометр-анероид контрольный М-110, диапазон измерений давления от 610 до 790 мм.рт.ст.	ТУ 25.04-1799-75

Примечания - Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в РФ, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых хроматографов «МАЭСТРО» с требуемой точностью. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы – действующие паспорта.

2.2 Контрольные растворы для поверки готовятся согласно Приложению А настоящей методики.

### 3 Требования безопасности

3.1 При работе с хроматографом «МАЭСТРО» следует руководствоваться «Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории», а также соблюдать ГОСТ 12.2.091-2012 «Безопасность электрического оборудования для измерения, управления и лабораторного применения».

3.2 При работе с хроматографом «МАЭСТРО» необходимо соблюдать «Противопожарные нормы» согласно СНиП 2.01.02.

3.3 Лица, допускаемые к работе, должны иметь соответствующую техническую квалификацию и подготовку, ежегодно проходить проверку знаний техники безопасности.

#### **4 Условия поверки**

- 4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:
- температура окружающей среды от 15 до 25 °С;
  - относительная влажность воздуха, при 20 °С от 30 до 80 %;
  - атмосферное давление от 84 до 106 кПа.

#### **5 Подготовка к поверке**

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) при отсутствии нормативной документации (НД) на методику выполнения измерений, занесенной в Государственный реестр:

- подготовка колонок,
- приготовление контрольных растворов по приложению А.

2) при наличии НД на методику выполнения измерений, занесенной в Государственный реестр:

- подготовка колонок,
- приготовление элюента,
- приготовление контрольных растворов.

5.2 Подключение блоков хроматографа, их включение осуществлять в соответствии с руководством по эксплуатации на хроматограф «МАЭСТРО» ФАУН.414538.001 РЭ.

5.3 Подготовительные операции, включение хроматографа «МАЭСТРО» следует проводить в соответствии с руководством по эксплуатации на хроматограф «МАЭСТРО» ФАУН.414538.001 РЭ «Хроматографы жидкостные «МАЭСТРО. Руководство по эксплуатации».

Элюент следует фильтровать и тщательно дегазировать, чтобы избежать образования пузырьков газов, растворённых в жидкости.

#### **6 Требования к квалификации поверителя**

6.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации на хроматограф «МАЭСТРО» и средства поверки, а также аттестованные в качестве поверителя.

6.2 Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих хроматограф (под контролем поверителя).

#### **7 Проведение поверки**

##### **7.1 Внешний осмотр**

7.1.1 При проведении внешнего осмотра проверить:

- отсутствие механических повреждений и ослабленных элементов конструкции, сохранность пломб, чистоту разъемов, состояние соединительных кабелей.
- целостность корпуса, внешних элементов, отсутствие повреждений органов управления.

7.1.2 Хроматограф «МАЭСТРО», имеющий дефекты, бракуется и дальнейшей поверке не подлежит.

## 7.2 Опробование

Опробование хроматографа «МАЭСТРО» осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации ФАУН.414538.001 РЭ. При опробовании проверяется общее функционирование хроматографа «МАЭСТРО»: выход на режим, соответствие ПО, соответствие окон на дисплее, отсутствие сообщений об ошибке.

### 7.2.1 Идентификация программного обеспечения (ПО).

Идентификация ПО осуществляется следующим образом:

В главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help». В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About», в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии.

Результаты опробования положительные, если сообщений об обнаруженных ошибках не возникает, а номер версии ПО - 5.0.4.152 или выше. В противном случае хроматографа «МАЭСТРО» к дальнейшей проверке не допускается.

## 7.3 Определение уровня флуктуационных шумов $\Delta X$ и дрейфа нулевого сигнала

Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала проводить через 60 минут после включения хроматографа «МАЭСТРО».

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают за значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульсов) не более 10 с.

За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение средней линии нулевого сигнала в течение 1 часа. Продолжительность измерения дрейфа нулевого сигнала составляет 10 минут. Полученные значения дрейфа нулевого сигнала экстраполируют на период в 1 час.

7.3.1 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе с фотометрическим детектором с фиксированными длинами волн проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);

- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;

- расход элюента 1 см<sup>3</sup>/мин;

- длина волны – 254 нм.

Определить уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 - Метрологические характеристики различных детекторов

Детекторы	Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, $\Delta X$ , не более	Дрейф нулевого сигнала, не более	Предел детектирования, $C_{min}$ , г/см <sup>3</sup>	Контрольное вещество, концентрация, г/см <sup>3</sup>
Фотометрический	0,05 мВ	5 мВ/ч	$1 \cdot 10^{-8}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-6}$
Флуориметрический	0,01 мВ	0,5 мВ/ч	$1 \cdot 10^{-9}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-7}$
Флуориметрический с фиксированной длиной волны возбуждения	0,05 мВ	0,5 мВ/ч	$5 \cdot 10^{-9}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-7}$
Детектор на диодной матрице	0,1 мВ	10 мВ/ч	$1 \cdot 10^{-9}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-6}$

Спектрофотометрический (на длине волны 254 нм)	0,1 мВ	5 мВ/ч	$1 \cdot 10^{-8}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-6}$
Рефрактометрический	$2 \cdot 10^{-6}$ ед. рефр.	$0,25 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр /час	$1 \cdot 10^{-8}$	Глюкоза, $1 \cdot 10^{-5}$ или сахароза $1 \cdot 10^{-5}$ или о- ксилол $1 \cdot 10^{-5}$
Амперометрический	0,25 нА	20 нА/ч	$1 \cdot 10^{-8}$	Фенол в этаноле, $1 \cdot 10^{-6}$
Низкотемпературный испарительный детектор светорассеяния	1 мВ	5 мВ/ч	$5 \cdot 10^{-6}$	Глюкоза, $1 \cdot 10^{-4}$ или сахароза $1 \cdot 10^{-4}$

7.3.2 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе с флуориметрическим детектором проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом С18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента  $1 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
- длина волны возбуждения – 350 нм;
- длина волны излучения – 375 нм.

Определить уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.3 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе с детектором на диодной матрице проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом С18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента  $1 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
- длина волны – 254 нм.

Определить уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.4 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе со спектрофотометрическим детектором проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом С18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента  $1 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
- длина волны – 254 нм.



Определить уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.5 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе с рефрактометрическим детектором (при использовании детектора для анализа водных растворов) проводить при следующих условиях:

- колонка Hi-Plex Са длиной 300 мм и внутренним диаметром 7,7 мм, заполненная сорбентом фракции 8 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- температура колонки – 80 °С;
- температура ячейки – 35 °С;
- элюент – вода;
- расход элюента 1 см<sup>3</sup>/мин.

7.3.5.1 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе с рефрактометрическим детектором (при использовании детектора для анализа растворов на основе органических веществ) проводить при следующих условиях:

- колонка ZORBAX NH2 длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- температура колонки – 30 °С;
- температура ячейки – 35 °С;
- элюент – н-гептан;
- расход элюента 1 см<sup>3</sup>/мин.

Определить уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.6 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе с флуориметрическим детектором с фиксированной длиной волны возбуждения проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента 1 см<sup>3</sup>/мин;
- длина волны возбуждения – 365 нм;
- длина волны излучения – 405 нм.

Определить уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.7 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе с амперометрическим детектором проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- потенциал электрода + 1,3 В;
- элюент – 10 % раствор ацетонитрила в ортофосфорной кислоте (рН = 3);
- расход элюента 1 см<sup>3</sup>/мин.



Определить уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.8 Определение уровня флуктуационных шумов  $\Delta X$  и дрейфа нулевого сигнала при работе с низкотемпературным испарительным детектором светорассеяния проводить при следующих условиях:

- колонка Hi-Plex Са длиной 300 мм и внутренним диаметром 7,7 мм, заполненная сорбентом фракции 8 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- температура колонки – 80 °С;
- температура испарения – 80 °С;
- элюент – вода;
- расход элюента 1 см<sup>3</sup>/мин.

Определить уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Хроматографы «МАЭСТРО» признаются прошедшими поверку в соответствии с п. 7.3, если уровень шумов  $\Delta X$  и дрейф нулевого сигнала не превышают значений, указанных в таблице 3.

**Примечание** - Допускается использовать аналогичные колонки других изготовителей, типоразмеров и маркировок, не ухудшающих измеряемые величины по сравнению с приведенными колонками.

7.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее по тексту – ОСКО,  $\sigma_t$ ) выходного сигнала хроматографа «МАЭСТРО»

С помощью ПО Clarity установить рабочие параметры хроматографа «Маэстро» по п.п. 7.3.1 – 7.3.8.

Для определения значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматограф «МАЭСТРО» всех исполнений должен быть подвергнут технологической наработке. Ввести не менее трех раз контрольное вещество (таблица 3) для насыщения колонки, а затем провести шесть вводов контрольного вещества (объем каждой вводимой пробы от 5 до 50 мкл) с регистрацией времени удерживания (далее —  $t_i$ ), высоты (далее -  $h_i$ ) и площади пика контрольного вещества (далее —  $S_i$ ) (согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity»).

С помощью ПО определить ОСКО выходного сигнала по высоте, площади пика и времени удерживания.

Возможно провести расчет ОСКО вручную по формулам (1), (3) и (5) соответственно:

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

$$\bar{t} = \sum_{i=1}^n t_i, \quad (2)$$

$$ОСКО_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$\bar{h} = \sum_{i=1}^n h_i, \quad (4)$$

$$ОСКО_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

$$\bar{S} = \sum_{i=1}^n S_i, \quad (6)$$

где  $h_i$ ,  $t_i$ ,  $S_i$  –  $i$ -ое значение результатов измерений по высоте пика, времени удерживания и площади пика соответственно;  $\bar{h}$ ,  $\bar{t}$ ,  $\bar{S}$  – среднее арифметическое результатов измерений по высоте пика, времени удерживания и площади пика соответственно,  $\bar{X}_{0j}$ ;  $n$  – количество измерений. Значения относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 – Допускаемые значения ОСКО выходного сигнала хроматографа при различном способе ввода пробы

Характеристика отклонения выходного сигнала	при ручном вводе, %	при вводе пробы автосамплером, %	для низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния, %
По времени удерживания	2,0	0,5	2,0
По высоте пиков	3,5	1,0	3,5
По площади пиков	5,0	1,5	5,0

Хроматографы «МАЭСТРО» признаются прошедшими поверку в соответствии с подразделом 7.4 если значения ОСКО выходных сигналов не превышают значений, приведенных в таблице 4.

#### 7.5 Определение предела детектирования $C_{\min}$ .

7.5.1 При определении предела детектирования  $C_{\min}$  использовать средние значения площадей пиков контрольных веществ, полученные при определении значений относительного среднего квадратического отклонения площадей пиков  $\sigma_t$  в п.7.4.

Предел детектирования  $C_{\min}$ , г/см<sup>3</sup>, рассчитать по формуле (7):

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot m}{S \cdot U}, \quad (7)$$

где:  $\Delta X$  – измеренная по пп. 7.3.1 – 7.3.8 величина уровня флуктуационных шумов для фотометрического, спектрофотометрического или диодно-матричного детекторов, мБ; для флуориметрических детекторов и низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния, мВ; для рефрактометрического детектора, ед. рефр, для амперометрического детектора нА;  $m$  – масса введенного контрольного вещества, г;  $S$  – площадь пика для фотометрического, спектрофотометрического или диодно-матричного детекторов, мБ·с; для флуориметрических детекторов и низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния мВ·с; для рефрактометрического детектора, ед.рефр·с, для амперометрического детектора нА·с;  $U$  – расход элюента, см<sup>3</sup>/с.

Массу введенного контрольного вещества  $m$  рассчитать по формуле (8):

$$m = C_0 \cdot V_g, \quad (8)$$

где  $C_0$  – концентрация контрольного вещества в растворе, г/см<sup>3</sup> (таблица 3);  $V_g$  – объем вводимого контрольного вещества, см<sup>3</sup>.

Хроматографы «МАЭСТРО» признаются прошедшими поверку в соответствии с п. 7.5 если пределы детектирования  $S_{\min}$  для каждого детектора не превышают значений указанных в таблице 3.

7.6 Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы  $\delta_{ij}$ .

Для определения относительного изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы,  $\delta_{ij}$ , хроматограф «МАЭСТРО» всех исполнений должен быть подвергнут технологической наработке. С помощью ПО «Clarity» установить рабочие параметры хроматографа «МАЭСТРО» по п.п. 7.3.1 – 7.3.8.

Определить среднее значение для каждого j-го выходного сигнала  $\bar{X}_{0j}$ , полученные в п. 7.4. Через 8 ч непрерывной работы хроматографа «МАЭСТРО» всех исполнений, измерения, проводимые в п. 7.4, повторить и вновь определить средние значения выходных сигналов  $\bar{X}_{ij}$ .

Относительное изменение выходных сигналов  $\delta_{ij}$ , %, хроматографа «МАЭСТРО» всех исполнений за цикл измерений 8 ч определить по формуле (9):

$$\delta_{ij} = \frac{\bar{X}_{0j} - \bar{X}_{ij}}{\bar{X}_{0j}} \cdot 100\%, \quad (9)$$

где  $\bar{X}_{0j}$  и  $\bar{X}_{ij}$  - средние арифметические значения десяти измерений j-го выходного сигнала, полученные в начале и конце 8 ч непрерывной работы хроматографа «МАЭСТРО» всех исполнений.

В течение 8 ч не допускается корректировка рабочих условий (расходов элюента, температуры термостата).

Хроматографы «МАЭСТРО» признаются прошедшими поверку в соответствии с п. 7.6 если значение относительного изменения  $\delta_{ij}$  j-го выходного сигнала за время измерений 8 ч находится в пределах  $\pm 10\%$ .

## 8 Оформление результатов поверки

8.1 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленного образца в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015. При этом знак поверки в виде наклейки наносится на свидетельство о поверке.

8.2 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причины непригодности в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015.

Начальник лаборатории № 671  
ФГУП «ВНИИФТРИ»



А.А. Стахеев



**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ**

А.1 Для приготовления контрольных растворов применяют следующее оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91.
- Раствор антрацена в ацетонитриле (200 мкг/см<sup>3</sup>) ГСО 8749-2006.
- Стандартный образец состава раствора глюкозы, массовая концентрация 1 г/дм<sup>3</sup> ГСО 9280-2008.
- Вода 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.
- Ацетонитрил для жидкостной хроматографии о.с.ч. по ТУ 6-09-5449-89.

А.2 Приготовление поверочных растворов с использованием жидких стандартных образцов.

А.2.1 Используя формулу (А. 1) проводят расчет объема стандартного образца и объема растворителя, необходимых для получения раствора с массовой концентрацией контрольно вещества, требуемой для поверяемого детектора (см. таблицу 3 настоящей методики поверки).

А.2.2 При помощи градуированной пипетки переносят необходимый объем стандартного образца в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup> (или 1000 см<sup>3</sup>), разбавляют до метки растворителем и перемешивают.

А.2.3 Действительное значение массовой концентрации контрольного вещества в растворе (С<sub>1</sub>, см<sup>3</sup>) вычисляют по формуле (А.1):

$$C_1 = C_0 \frac{V_0}{V_K} \quad (A.1)$$

где С<sub>0</sub> - действительное (паспортное) значение массовой концентрации контрольного вещества в стандартном образце, мкг/см<sup>3</sup>; V<sub>0</sub> - объем стандартного образца, использованный для приготовления данного раствора; V<sub>к</sub> - общий объем приготовленного раствора (100 см<sup>3</sup> или 1000 см<sup>3</sup>).

А.2.4 При необходимости проводят повторное разбавление полученного поверочного раствора.

А.3 Погрешность действительного значения концентрации поверочного раствора рассчитывают с учётом процедуры их приготовления по формуле (А.2):

$$\Delta c = 1,1c \sqrt{\left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\delta}{c}\right)^2 + \left(\frac{\Delta c_A}{c_A}\right)^2}, \quad (\text{А.2})$$

где  $c$  - концентрация контрольного раствора,  $\text{мкг/см}^3$ ;  $V_1$  - объём раствора, отмеряемый пипеткой,  $\text{см}^3$ ;  $\Delta V_1$  - предел погрешности используемой пипетки,  $\text{см}^3$ ;  $V_2$  - объём мерной колбы,  $\text{см}^3$ ;  $\Delta V_2$  - предел погрешности используемой колбы,  $\text{см}^3$ ;  $\delta$  - предел обнаружения примеси при контроле чистоты растворителя,  $\text{мкг/см}^3$ ;  $c_A$  - аттестованное значение концентрации компонента в ГСО,  $\text{мкг/см}^3$ ;  $\Delta c_A$  - абсолютная погрешность аттестованного значения ГСО или массовая концентрация примесей в реактиве (чистом веществе),  $\text{мкг/см}^3$ .

#### А.3.1 Характеристики СИ, используемых для приготовления поверочных растворов

Наименование СИ	Наименование НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Пределы допускаемой абсолютной погрешности
2 Колба мерная 1-1000-2	ГОСТ 1770-74	Объем, $V_2$	1000 $\text{см}^3$	$\Delta V_2 = \pm 0,80 \text{ см}^3$
2 Колба мерная 2-250-2	ГОСТ 1770-74		250 $\text{см}^3$	$\Delta V_2 = \pm 0,30 \text{ см}^3$
3 Колба мерная 2-100-1	ГОСТ 1770-74		100 $\text{см}^3$	$\Delta V_2 = \pm 0,20 \text{ см}^3$
4 Колба мерная 2-50-2	ГОСТ 1770-74		50 $\text{см}^3$	$\Delta V_2 = \pm 0,12 \text{ см}^3$
5 Пипетка 2-2-25	ГОСТ 29169-91	Объем, $V_1$	25 $\text{см}^3$	$\Delta V_1 = \pm 0,060 \text{ см}^3$
6 Пипетка 2-1-5	ГОСТ 29169-91		5 $\text{см}^3$	$\Delta V_1 = \pm 0,015 \text{ см}^3$

А.3.2 При использовании средств измерений и стандартных образцов и реактивов, указанных в п.1. настоящего приложения, относительная погрешность поверочного раствора, приготовленного по данной методике, находится в пределах  $\pm 5 \%$ .

(Обязательное)

**ПРОТОКОЛ**

поверки хроматографа жидкостного

«МАЭСТРО» \_\_\_\_\_ **ФАУН.414538.001** \_\_\_\_\_

исполнение \_\_\_\_\_ обозначение \_\_\_\_\_

Изготовитель \_\_\_\_\_ год изготовления \_\_\_\_\_

Заводской номер \_\_\_\_\_, Версия ПО Clarity \_\_\_\_\_

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;

Относительная влажность \_\_\_\_\_ %;

Атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа.

**РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ**

1 Результаты внешнего осмотра \_\_\_\_\_

2 Результаты определения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Значение уровня шумов	
по паспорту	действительное

3 Результаты определения дрейфа нулевого сигнала

Значение дрейфа нулевого сигнала	
по паспорту	действительное

4 Результаты определения значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа

Значение выходного сигнала	Рассчитанное ОСКО выходного сигнала, %	Допустимое значение ОСКО выходного сигнала, %

5 Результаты определения изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы

Среднее арифметическое значение выходного сигнала, полученное в начале 8 ч непрерывной работы хроматографа			Среднее арифметическое значение выходного сигнала, полученное в конце 8 ч непрерывной работы хроматографа			Относительное изменение выходного сигнала, %			
$\bar{X}_0(t), c$	$\bar{X}_0(h)^*$	$\bar{X}_0(s)^{**}$	$\bar{X}_t(t), c$	$\bar{X}_t(h)$	$\bar{X}_t(s)^{**}$	полученное		допускаемое	
						$\delta_t(t), \%$	$\delta_t(h), \%$	$\delta_t(s), \%$	10

\* - единицы измерения  $\bar{X}_0(h)$  и  $\bar{X}_t(h)$  – для фотометрического, спектрофотометрического или диодно-матричного детекторов, мВ; для флуориметрического, флуориметрического с фиксированной длиной волны возбуждения или низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния, мВ; для рефрактометрического детектора, ед.рефр; для амперометрического детектора нА.

\*\* - единицы измерения  $\bar{X}_0(s)$  и  $\bar{X}_t(s)$  - для фотометрического, спектрофотометрического или диодно-матричного детекторов, мВ·с; для флуориметрического, флуориметрического с фиксированной длиной волны возбуждения или низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния, мВ·с; для рефрактометрического детектора, ед.рефр с; для амперометрического детектора нА·с

Поверитель \_\_\_\_\_

" " \_\_\_\_\_ 201\_\_ г.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докум.	Номер документа	Входящий номер сопроводительного документа и дата	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	изъятых					