

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
И.о.директора ФГУП «ВНИИМ
им.Д.И.Менделеева»
А.Н.Пронин
М.п. 25.07.2019 г.



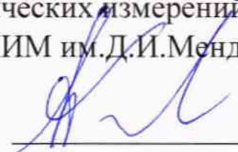
Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные моделей Prominence-i (модификации LC-2030 Plus, LC-2030C Plus, LC-2030C 3D Plus, LC-2030C LT Plus) и Nexera-i (модификации LC-2040C Plus, LC-2040C 3D Plus, LC-2040C MT Plus, LC-2040C 3D MT Plus)


МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 242-0319-2019

Заместитель руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


А.В.Колобова

Ст.научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


М.А.Мешалкин

Санкт-Петербург
2019

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные моделей Prominence-i (модификации LC-2030 Plus, LC-2030C Plus, LC-2030C 3D Plus, LC-2030C LT Plus) и Nexera-i (модификации LC-2040C Plus, LC-2040C 3D Plus, LC-2040C MT Plus, LC-2040C 3D MT Plus) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Интервал между поверками — 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.

При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции	
		при выпуске из производства и из ремонта	при периодической поверке
Внешний осмотр	5.1	да	да
Опробование	5.2	да	да
Проверка соответствия программного обеспечения	5.3	да	да
Определение метрологических характеристик	5.4		
Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	5.4.1	да	да ¹⁾
Определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО, %) параметров выходных сигналов	5.4.2	да	да ¹⁾
Определение предела детектирования	5.4.3	да	да ¹⁾
Определение отношения сигнал/шум	5.4.4	да	да ¹⁾
Определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы	5.4.5	да	да ¹⁾
Определение метрологических характеристик по НД на методики (методы) измерений	-	нет	да ²⁾

Примечание:

¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563 -2009.

²⁾ При наличии НД на методику измерений.

При наличии нормативных документов по ГОСТ 8.563-2009 на методику выполнения измерений опробование хроматографов проводят путем проверки их работоспособности в

соответствии с НД на них, а определение метрологических характеристик, в соответствии с МИ 2531-99 «Анализаторы состава веществ и материалов универсальные. Общие требования к методикам поверки в условиях эксплуатации», проводится с использованием образцов для контроля (ГСО, аттестованные смеси), материалов, реактивов, вспомогательного оборудования в соответствии с требованиями НД на МВИ. При выполнении поверки с использованием МВИ, пункты, отмеченные индексом ¹⁾ в таблице 1, не выполняются.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.

2.1 Основные средства поверки:

- стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле ГСО 8749-2006;
- сахара по ГОСТ 5833-75;
- стандартный образец состава левомицетина ГСО 10165-2012.

2.2 Растворители и реактивы:

- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84;
- вода для лабораторного анализа высокой степени очистки, ГОСТ Р 52501-2005;
- н-Гептан эталонный по ГОСТ 25828 или гептан для ВЭЖХ;
- Спирт изопропиловый марки «абсолютированный» (ОКП 24 2140 0110) по ГОСТ 9805-84 или изопропанол для ВЭЖХ.

Примечание. Растворители для поверки, не имеющие марки для ВЭЖХ должны быть отфильтрованы через мембранный фильтр с диаметром пор ≤ 0.45 мкм.

- натрий сернокислый ХЧ, по ГОСТ 4166-76;

2.3 Вспомогательные средства поверки:

- меры вместимости: пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, колбы наливные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74
- весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.
- термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например ФИФ №22129-09; ФИФ № 69566-17 или аналогичные).

2.4 Колонки для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ):

- Luna C18(2) (4.6 мм, средний размер частиц 5 мкм);
- SHIM-PACK VP-ODS (4.6 мм, средний размер частиц 5 мкм);
- SHIM-PACK GIST C18 (4.6 мм, средний размер частиц 5 мкм)
- Shim Pack XR-ODS (30 мм x 3.0 мм, средний размер частиц 2.2 мкм);
- Luna NH2 (4.6 мм, средний размер частиц 5 мкм);

2.5 Капилляры

- капилляр из материала ПEEK, внутренний диаметр 0.065 мм (из комплекта хроматографа, р/н 228-38994 по каталогу изготовителя);
- капилляр из материала ПEEK, внутренний диаметр 0.13 мм, длина 3000 мм (из комплекта хроматографа, р/н 222-33833-91 по каталогу изготовителя);
- стальной капилляр, внутренний диаметр 0.1 мм (из комплекта хроматографа, р/н 228-32722-92 по каталогу изготовителя);
- лабораторная посуда для приготовления растворов, вспомогательное оборудование;

Допускается применять аналогичные средства поверки, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемых хроматографов с требуемой точностью.

По заявлению владельца хроматографа (или другого лица, представившего хроматограф на поверку), допускается проведение поверки меньшего количества детекторов из состава хроматографа с обязательным указанием в свидетельстве о поверке сведений о поверенных детекторах.

Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы — действующие паспорта установленного образца.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ и КВАЛИФИКАЦИЯ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации хроматографов.

3.2 К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие методику поверки и прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений.

3.3 Для снятия данных при поверке допускается участие сервис-инженера фирмы-изготовителя или его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего хроматограф (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ.

4.1 При проведении поверки соблюдают условия, указанные в таблице 2:

Таблица 2 – Условия поверки

Температура окружающего воздуха, °С	От 15 до 30
Относительная влажность воздуха, %	Не более 85

4.2 Подготовительные работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографов.

4.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы (методика приготовления контрольных растворов дана в приложении А).

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр.

При внешнем осмотре устанавливают:

- модель системы ВЭЖХ и внешних блоков (при их наличии);
- четкость маркировок;
- отсутствие дефектов, которые могут повлиять на работоспособность оборудования;

Хроматографы и внешние детекторы считаются прошедшими поверку, если они соответствуют всем перечисленным выше требованиям.

5.2 Опробование.

Хроматограф считается прошедшим опробование, если после включения питания он проходит инициализацию (внутренние тесты) и при запуске управляющего программного обеспечения соединяется с компьютером.

5.3 Проверка соответствия программного обеспечения.

ПО LabSolutions

Для получения информации по версии ПО LabSolutions необходимо запустить программу, авторизоваться в ней (выбрать User ID и ввести пароль), в основном меню программы (рисунок 1) выбрать пункт “Help” и в выпадающем меню выбрать пункт “About” (рисунок 1).

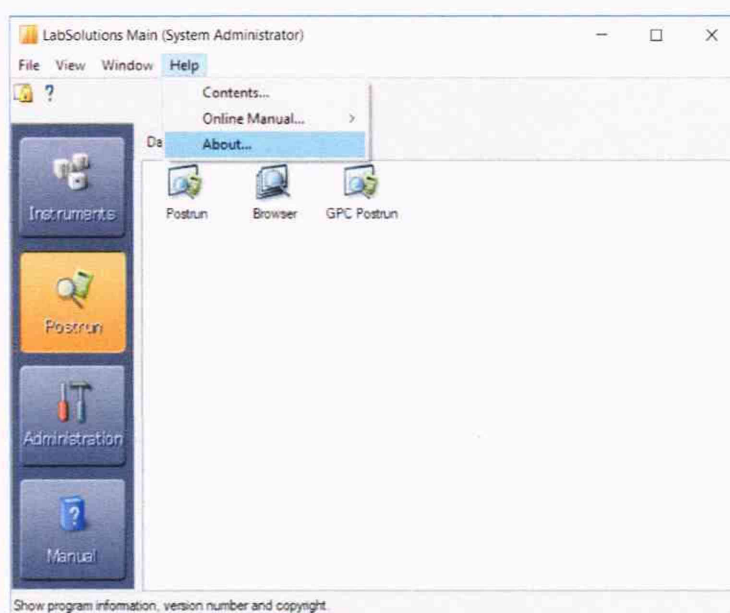


Рисунок 1 – Основное меню программы LabSolutions.

Появится окно с идентификационными данными (рисунок 2).

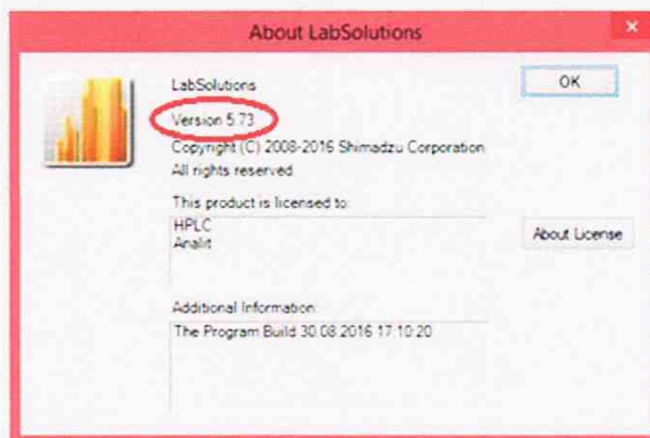



Рисунок 2 - Окно с идентификационными данными ПО LabSolutions

ПО Empower

Для получения информации по версии ПО Empower необходимо запустить программу, авторизоваться в ней (выбрать User ID и ввести пароль). В основном меню программы (рисунок 3) нажать на значок .

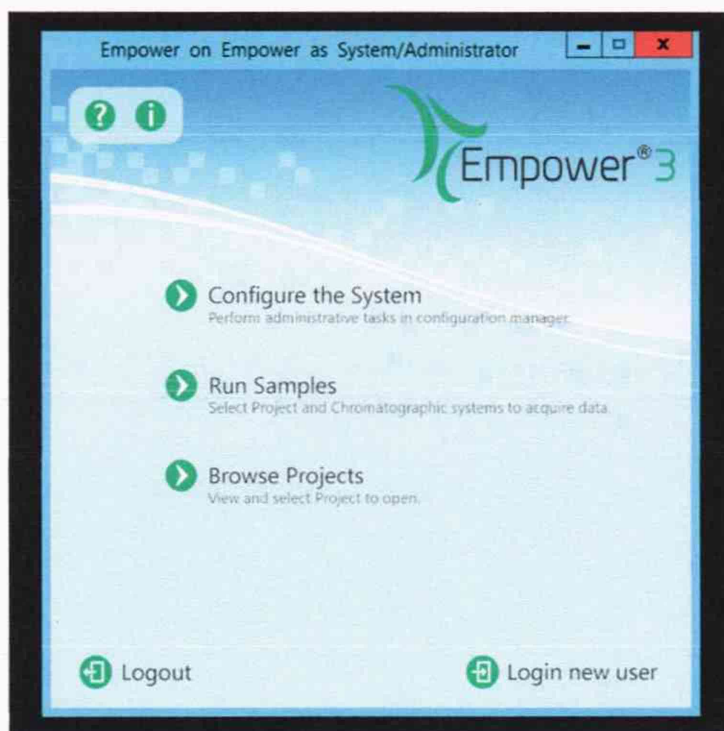


Рисунок 3 – Основное меню программы Empower

Появится окно с идентификационными данными (рисунок 4).

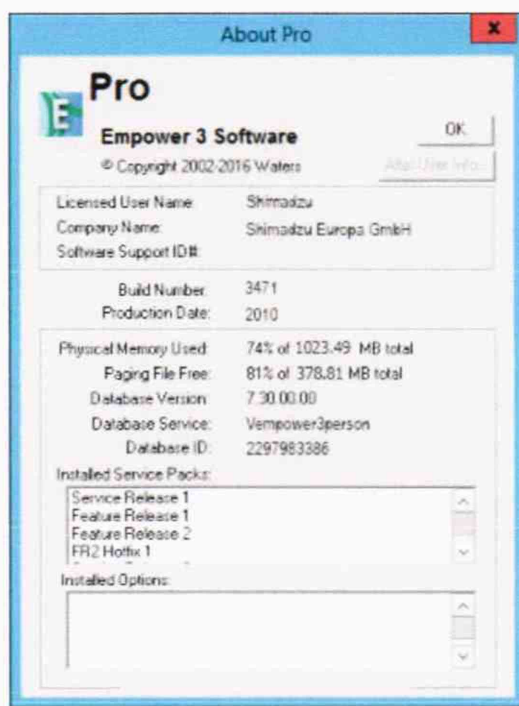


Рисунок 4 - Окно с идентификационными данными ПО Empower

Встроенное ПО (ROM-версия)

Для проверки ROM-версии встроенного ПО хроматографа необходимо включить хроматограф, по окончании инициализации ввести пароль на экране хроматографа, откроется основной экран (рисунок 5). На основном экране выбрать «Menu».



Рисунок 5 – Основной экран встроенного ПО

На экране «Меню» нажать «Maintenance» (рисунок 6).



Рисунок 6 – Экран «Меню»

На экране «Maintenance» (рисунок 7) определить версию встроенного программного обеспечения.

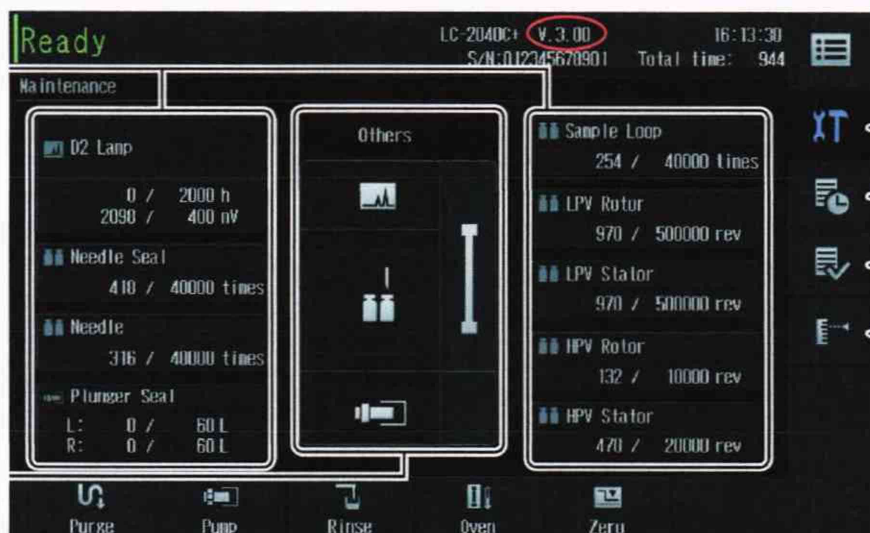


Рисунок 7 – Экран «Maintenance».

Жидкостный хроматограф считается выдержавшим поверку, если номера версий встроенного и управляющего ПО не ниже номера, указанного в таблице 3.

Таблица 3. Идентификационные данные управляющего ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
Идентификационное наименование ПО	Встроенное ПО хроматографа (ROM-version)	LabSolutions	Empower
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 3.00	Не ниже 5.73	Не ниже 3471*
*Версия ПО Empower указана в строке Build Number (рисунок 4)			

5.4. Определение метрологических характеристик.

При определении метрологических характеристик определяют уровень флуктуационных шумов, дрейф нулевого сигнала, отношение сигнал/шум (флуориметрический и масс-спектрометрический детекторы), относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала и предел детектирования.

В зависимости от характера подвижной фазы и колонки, используемой при эксплуатации хроматографической системы выбирают для рефрактометрического детектора условия 1, 2 или 3 и для испарительного детектора светорассеивания - условия 1 или 2 (Таблица 5).

5.4.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.

При определении уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала рекомендуется удалить хроматографическую колонку, установить вместо колонки капилляр из материала РЕЕК или стальной капилляр, позволяющий создать противодавление 10-20 МПа при скорости потока воды 2 мл/мин (*). Давление в системе может быть регулировано заданием температуры термостата в диапазоне (комнатная температура -10°C) – 70°C . Промыть хроматографическую систему со скоростью потока 2 мл/мин водой в течение 2-х часов. Установить капилляр из материала РЕЕК или стальной капилляр, позволяющий создать противодавление 10-20 МПа при скорости потока изопропанола 2 мл/мин (**). Давление в системе может быть регулировано заданием температуры термостата в диапазоне (комнатная температура -10°C) – 70°C . Промыть хроматографическую систему со скоростью потока 2 мл/мин изопропанолом в течение 2-х часов.

Для проведения измерений необходимо противодавление не менее 5 МПа при потоке воды со скоростью 1 мл/мин. Для этого рекомендуется использовать капилляр из набора к хроматографу с внутренним диаметром 0.065 мм.

Допускается устанавливать хроматографическую колонку, если при использовании капилляра не удастся создать необходимое противодавление.

Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют при условиях, указанных в таблице 4 и таблице 5.

* – рекомендован стальной капилляр длиной 4000 мм и внутренним диаметром 0.1 мм;

** – рекомендован стальной капилляр длиной 2000 мм и внутренним диаметром 0.1 мм.

5.4.1.1. Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала в программе LabSolution.

Создайте метод для проверки уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала согласно условиям, указанным в таблице 4 и таблице 5. После выхода хроматографа на режим (рекомендованное подготовительное время – не менее 1 часа) записывают в течение не менее 15 мин нулевой сигнал для хроматографа и для каждого внешнего детектора.

Для проведения проверки уровня флуктуационных шумов (ΔX) и дрейфа нулевого сигнала в модуле «Анализ в реальном времени, Получение данных» (Realtime Analysis, Data Acquisition) выбирают Метод (Method) → Проверка параметров базовой линии (Baseline Check Parameters) (рисунок 8).

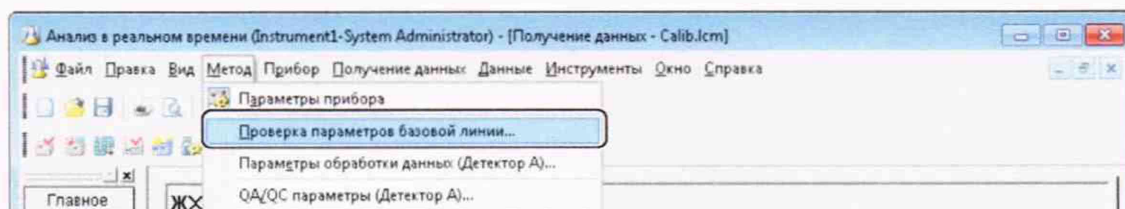


Рисунок 8 - Модуль «Анализ в реальном времени, Получение данных».

В качестве метода расчёта шума выберите ASTM. Выберите проверяемый детектор. Задайте интервал расчёта шума и дрейфа, равный 15 минутам. Задайте максимальное время 15 минут или более для проведения оценки шума и дрейфа на продлённом временном участке базовой линии (1-16, 2-17, 3-18 минут и т.д.) в случае неудовлетворительных результатов проверки в первые 15 минут. Установите пороговые параметры проверки базовой линии согласно приложению Б, единицы, указанные в приложении Б, пересчитываются в мкВ (рисунок 9).



Рисунок 9 – Окно «Проверка параметров базовой линии»

Сохраните файл метода и нажмите на кнопку «Проверка базовой линии» (Baseline Check) на панели инструментов (рисунок 10).



Рисунок 10 - Кнопка «Проверка базовой линии»

Начнётся проверка базовой линии, результат проверки базовой линии отобразится на экране (рисунок 11).

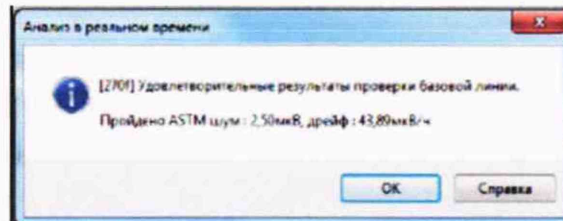


Рисунок 11 – Результат проверки базовой линии

Результаты проверки базовой линии автоматически сохраняются в папке C:\LabSolution\Log\Baseline и могут быть выведены для просмотра и печати после закрытия окна автоматического отображения результатов просмотра (рисунок 11). Запись о результатах проверки автоматически осуществляется в поле «Комментарий» (Comment) (рисунок 12).

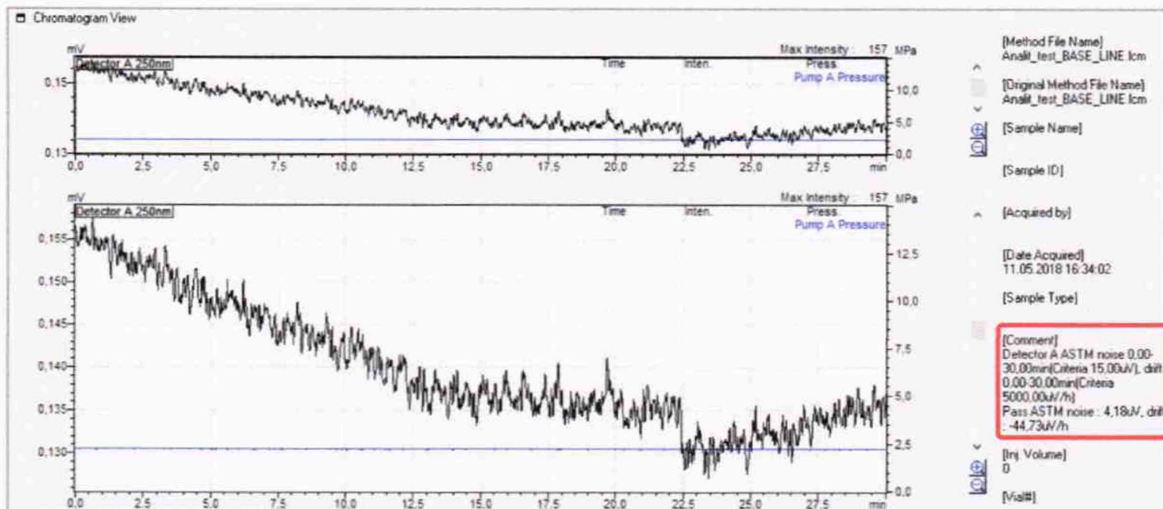
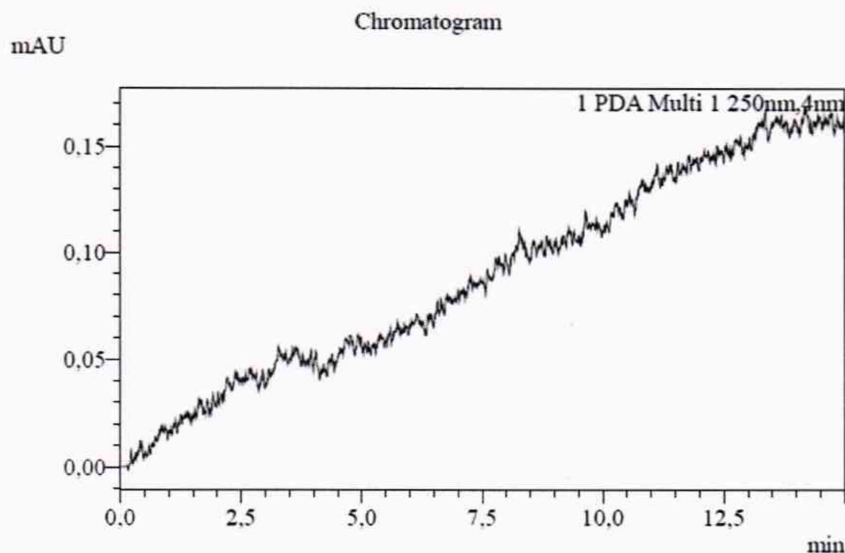


Рисунок 12 – Поле «Комментарий»

Результат может быть выведен на печать в виде отчёта (рисунок 13).

Шум и дрейф нулевого сигнала

Instrument name: LC-2040C 3D+ Japan
 Serial number: L21515510021AE
 Conditions: 250 nm, time constant 2 sec.
 Water HPLC, 1 ml/min, resistor tube.



Sample Information

Data File : BL-2040C+3D_AE.lcd
 Method File : water1.lcm
 Original Method File : water1.lcm
 Comment : PDA Ch1 ASTM noise
 0.00-15.00min(Criteria 50.00uV),
 drift 0.00-15.00min(Criteria 2000.00uV/h)
 Pass ASTM noise : 11.10uV, drift : 656.94uV/h

Processed by : System Administrator

Рисунок 13 – Пример отчета определения шума и дрейфа нулевого сигнала

Уровень флуктуационных шумов определяют в единицах измерения детектора с дальнейшим пересчетом в единицы физических величин, приведенные в Приложении Б для соответствующего хроматографа или внешнего детектора.

Хроматограф и внешний детектор считаются выдержавшими поверку, если полученные значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не превышают значений, представленных в приложении Б для соответствующего хроматографа или внешнего детектора.

5.4.1.2. Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала в программе Empower.

Создайте метод для проверки уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала согласно условиям, указанным в таблице 4 и таблице 5. После выхода хроматографа на режим (рекомендованное подготовительное время – не менее 1 часа) записывают в течение не менее 15 мин нулевой сигнал для хроматографа и для каждого внешнего детектора.

Расчёт уровня флуктуационных шумов (ΔX) и дрейфа нулевого сигнала проводится следующим образом. Для полученной хроматограммы (рисунок 14)

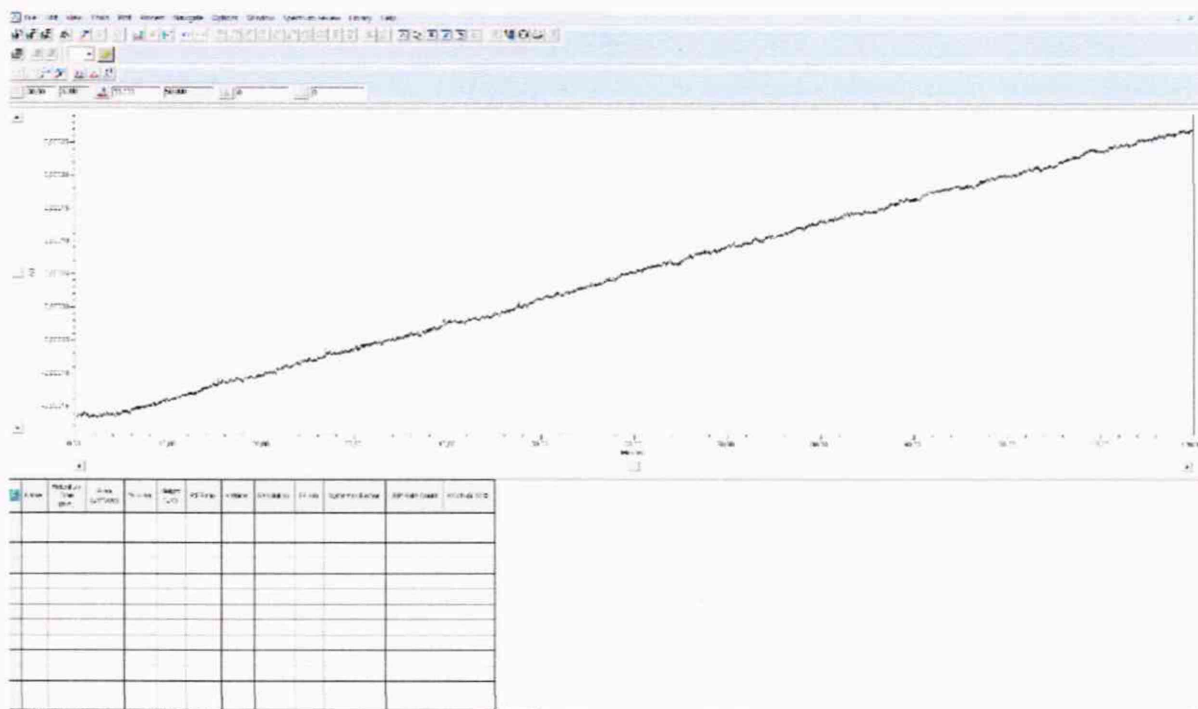


Рисунок 14 – Пример хроматограммы для определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

нажать «Processing Method» (рисунок 15).

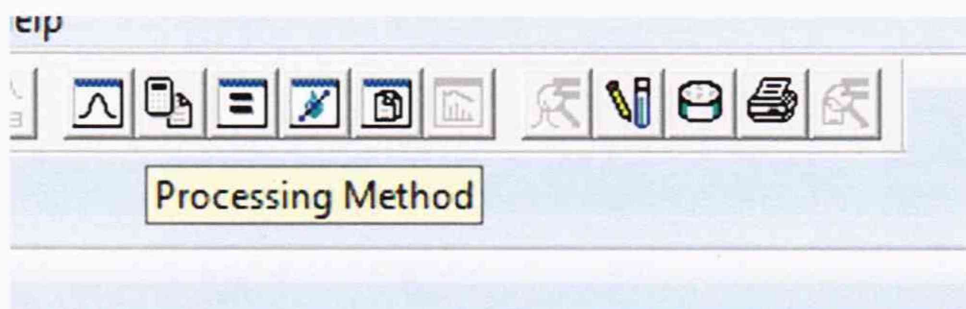


Рисунок 15 – Всплывающая надпись кнопки «Processing Method»

Открыть вкладку «Suitability» и задать расчётные параметры шума и дрейфа нулевого сигнала. Проставьте галочки для «Calculate Suitability Results» и «Calculate Suitability results for unknown peaks». Задайте параметр «Void volume». Выберите Peak to Peak Noise в для «Noise Value for s/n» (рисунок 16).

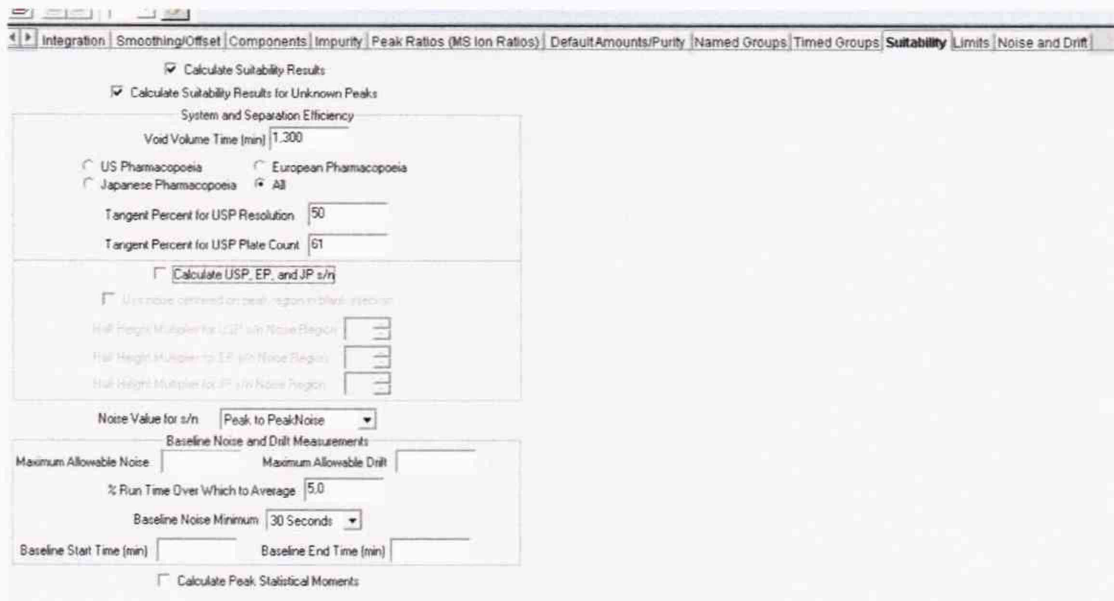


Рисунок 16 - Вкладка «Suitability»

Во вкладке «Noise and Drift» задать временные параметры для расчёта шума и дрейфа нулевого сигнала. Выбирается участок хроматограммы длиной не менее 15 минут. В качестве сегмента деления задайте 30 с (рисунок 17).

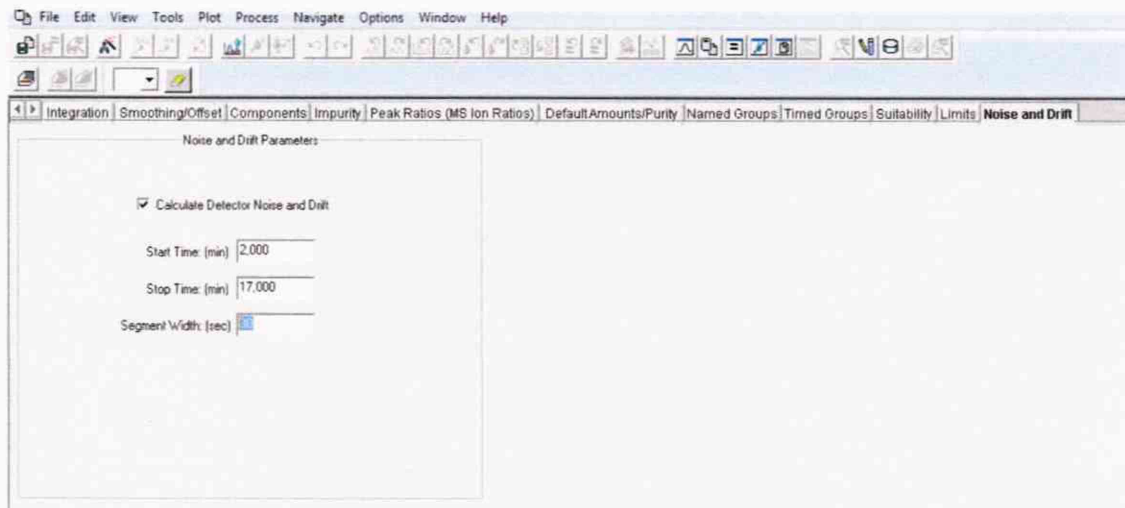


Рисунок 17 - Вкладка «Noise and Drift»

Нажмите кнопку «Integrate» (рисунок 18).

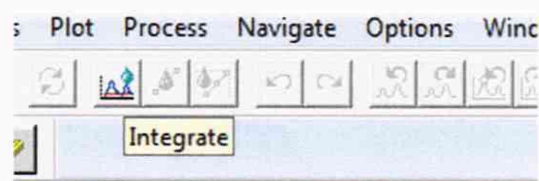


Рисунок 18 – Всплывающая надпись кнопки «Integrate»

Нажмите кнопку «Results» (рисунок 19).

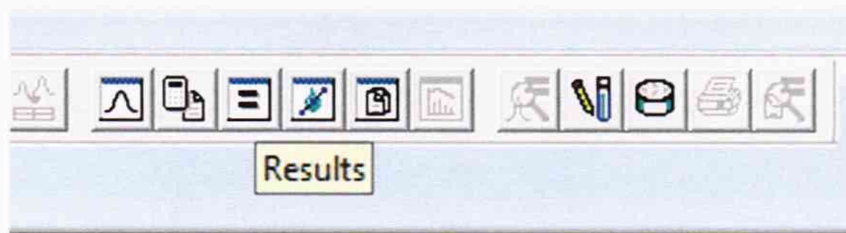


Рисунок 19 Всплывающая надпись кнопки «Results»

Отобразите результат расчёта шума и дрейфа нулевого сигнала, добавив колонки «Detector Drift», «Peak to Peak Noise», «Det. Units» в таблицу результатов. Задайте степенное отображение результатов в колонках (рисунок 20).

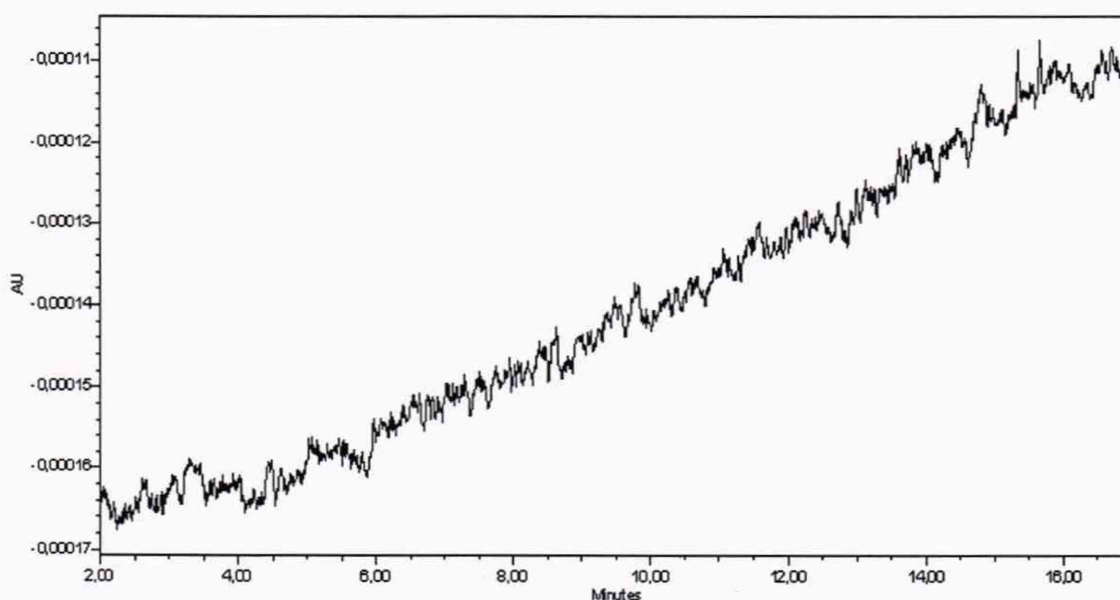
Name	Retention Time (min)	Area (µV*sec)	% Area	Height (µV)	RT Ratio	K Prime	Resolution	EP s/h	Symmetry Factor	USP Plate Count	Width @ 50%

Vial	Injection	Detector Drift (Plot Units/hour)	Peak to Peak Noise (Plot Units)	Det. Units
1	1:18	2,39e-004	1,48e-005	AU

Рисунок 20 – Пример отображения результатов расчёта шума и дрейфа нулевого сигнала

Результат расчёта уровня флуктуационных шумов (ΔX) и дрейфа нулевого сигнала может быть выведен на печать в виде отчёта (рисунок 21).

SAMPLE INFORMATION			
Sample Name:	noise	Acquired By:	
Sample Type:	Unknown	Sample Set Name:	
Vial:	1:19	Acq. Method Set:	
Injection #:	1	Processing Method:	
Injection Volume:		Channel Name:	PDA Channel 1
System Name:		Proc. Chnl. Descr.:	PDA Channel 1, 250 nm/Bw.4 nm
Date Processed:		Column Name:	
		Column Serial Number:	



Peak Results

Name	Detector Drift (Plot Units/hour)	Peak to Peak Noise (Plot Units)	Det. Units
1	2.39e-004	1.48e-005	AU

Рисунок 21 - Пример отчета определения шума и дрейфа нулевого сигнала

Уровень флуктуационных шумов определяют в единицах измерения детектора с дальнейшим пересчётом в единицы физических величин, приведенные в Приложении Б для соответствующего хроматографа или внешнего детектора.

Хроматограф и внешний детектор считаются выдержавшими поверку, если полученные значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не превышают значений, представленных в приложении Б для соответствующего хроматографа или внешнего детектора.

5.4.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО, %) параметров выходных сигналов.

Определение проводят на хроматографе, хроматографе с внешним детектором, укомплектованном хроматографической колонкой в условиях, указанных в таблице 4 и таблице 5. Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют параметры выходных сигналов (время удерживания и площадь пиков). Для каждого параметра вычисляют среднее арифметическое значение \bar{X} .

Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО (%)) параметров выходного сигнала рассчитывают по формуле 1 с помощью программного обеспечения:

$$\text{ОСКО (\%)} = \frac{100}{\bar{X}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N-1}} \quad (1)$$

X_i – i -ое значение параметра выходного сигнала (времени удерживания, площадь пика)
 N – количество измерений.

Хроматограф и внешний детектор считаются выдержавшими поверку, если значения относительного среднего квадратического отклонения параметров выходного сигнала не превышают значений, указанных в приложении Б.

5.4.3 Определение предела детектирования.

Для определения предела детектирования используют значение \bar{X} , полученное в разделе 5.4.2 для площади выходного сигнала и значение ΔX , полученное в разделе 5.4.1 для уровня флуктуационных шумов.

Предел детектирования в г/см рассчитывают по формуле 2:

$$C_{\text{мин}} = \frac{2 \times \Delta X \times G \times 60}{\bar{X} \times V} \quad (2)$$

где

ΔX – уровень флуктуационных шумов;

V – скорость элюента, см³/мин;

G – количество контрольного вещества в граммах, $G = 10^{-9} \times C \times V_{\text{доз}}$;

C – массовая концентрация контрольного вещества в мг/дм³;

$V_{\text{доз}}$ – объём вводимой пробы контрольного вещества, мкл;

\bar{X} и ΔX измеряют в мкВ, мкВ*с, либо в единицах, указанных в Приложении Б

Хроматограф и внешний детектор считаются выдержавшими поверку, если полученные значения предела детектирования не превышают значений, указанных в Приложении Б.

5.4.4 Определение отношения сигнал-шум.

5.4.4.1 Определение отношения сигнал-шум флуориметрического детектора по Рамановскому спектру дистиллированной воды

Рамановский спектр воды дистиллированной воды (рисунок 22) регистрируют в соответствии с руководством по эксплуатации флуориметрического детектора (раздел 7.5.6 «Проверка характеристик по Рамановскому спектру воды» (Inspecting a Performance Using the Raman Spectrum of Water)).



Рисунок 22 – Вид Рамановского спектра воды

Отношение сигнал-шум (S/N) рассчитывают автоматически с помощью программного обеспечения по алгоритму, представленному на рисунке 23.

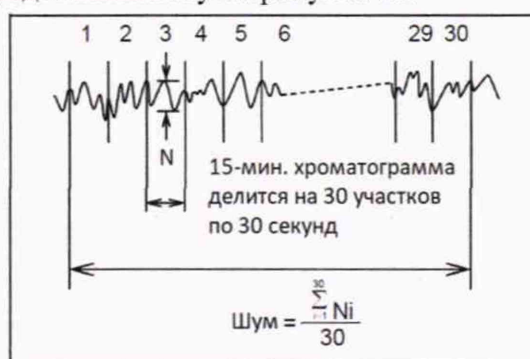


Рисунок 23 – Алгоритм расчета отношения сигнал-шум

Результат выводится на экран детектора (рисунок 24).



Рисунок 24 – Пример результата определения отношения сигнал-шум (S/N)

Детектор считается прошедшим операцию поверки, если полученная величина отношения сигнал-шум не менее значений, указанных в Приложении Б.

5.4.4.2 Определение отношения сигнал-шум масс-спектрометрического детектора LCMS-2020.

Определение проводят с использованием программного обеспечения, управляющего хроматографической системой по хроматограмме, полученной в условиях таблицы 4 с применением стандартного сглаживания (Standard, counts: 2, width: 3 с). Для расчёта шума

выбирается гладкий участок хроматограммы длиной не менее 30 с. Допускается использовать конечный 30-секундный участок хроматограммы. В качестве метода расчёта шума выбирается метод RMS. Пример хроматограммы приведен на рисунке 25.

SIM 321,00 m/z, Event time 0,5 sec,
 Nebulazing gas 1 L/min
 Drying Gas 10 L/min
 Interface temp 350 C
 DL temp 300 C
 Heat block temp 400 C
 0,1% HCOOH in Water/MeCN 7/3, 0.5 ml/min
 Shim Pack XR-ODS 2.2um 3.0x30mm
 Chloramphenicol 10 pg/uL, 5 uL
 Smoothing: Standard, counts: 2, width: 3 sec

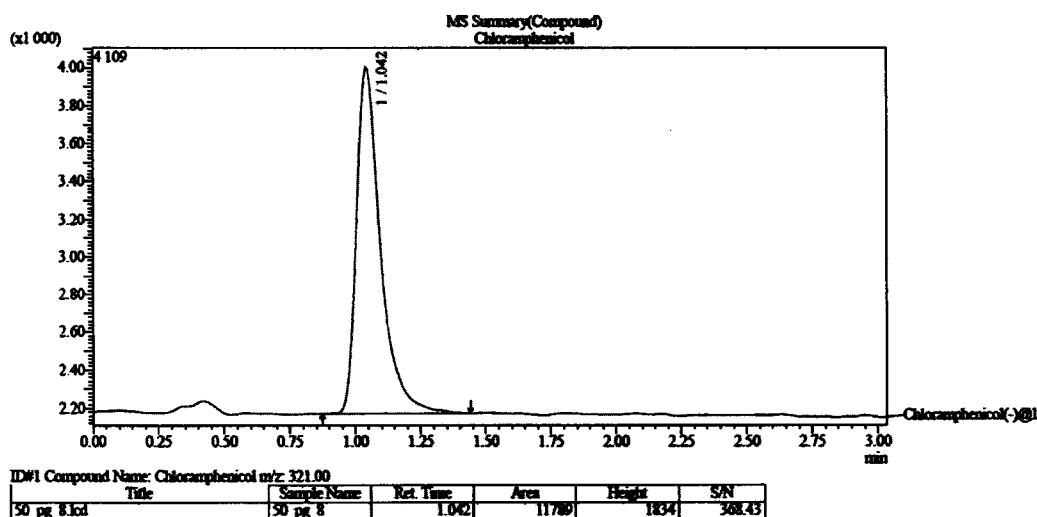


Рисунок 25 – Пример хроматограммы раствора стандартного образца состава левомецетина ГСО 10165-2012

Детектор считается прошедшим операцию поверки, если полученная величина отношения сигнал-шум не менее значения, указанного в Приложении Б.

5.4.4 Определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы.

Через 4 часа после определения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО (%)) выходных сигналов повторяют данные измерения в соответствии с разделом 5.4.2. Проводят определение среднего значения площади выходного сигнала через 4 часа (\bar{X}_t). Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле 3:

$$\delta(\%) = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \times 100 \quad (3)$$

Значения относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа не должны превышать значений, указанных в приложении В.

5.5 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности

результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.

6.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в виде протокола, по форме установленной в организации, проводящей поверку.

6.2. Хроматограф, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат подтверждения соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик;

6.3. Хроматограф не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

6.4. Знак поверки наносится на лицевую панель хроматографа и (или) на свидетельство о поверке.

Таблица 4. Условия определения метрологических характеристик хроматографов моделей Prominence-i и Nexera-i

Наименование хроматографа	Условия определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала		Условия определения ОСКО (%) выходных сигналов, предела детектирования и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы				
	Параметры детектора	Элюент, (скорость потока, мл/мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация, мг/дм ³	Объём вводимой пробы, мкл	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза, (скорость потока**, мл/мин)
Модель Prominence-i - LC-2030 Plus, - LC-2030C Plus, модель Nexera-i - LC-2040C Plus, - LC-2040C MT Plus с встроенным спектрофотометрическим детектором.	Длина волны 250 нм, отклик (response) 2 с, частота опроса (sampling) 500 мс, температура проточной кварцевой ячейки 40°C	H ₂ O (1)	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/л	5	Длина волны 250 нм, отклик (response) 0.5 с, частота опроса (sampling) 100 мс, температура проточной кварцевой ячейки 40°C	С обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 4/1 (1)
Модель Prominence-i - LC-2030C 3D Plus, модель Nexera-i - LC-2040C 3D Plus, - LC-2040C 3D MT Plus с встроенным диодно-матричным детектором***.	Диапазон длин волн при проведении измерений 190-700 нм, канал 1 мультихроматограммы метода проведения измерений 250 нм, постоянная времени (time constant) 2 с, частота опроса (sampling) 2000 мс температура проточной кварцевой ячейки 40°C, ширина полосы пропускания ± 4 нм, ширина щели 8 нм, разрешение 512	H ₂ O (1)	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/л	5	Диапазон длин волн при проведении измерений 190-700 нм, канал 1 мультихроматограммы метода проведения измерений 250 нм, частота опроса (sampling) 240 мс, постоянная времени (time constant) 0.240 с, температура проточной кварцевой ячейки 40°C, ширина полосы пропускания ± 4 нм, ширина щели 8 нм, разрешение 512	С обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 4/1 (1)

* - например, Luna C18(2), SHIM-PACK VP-ODS, SHIM-PACK GIST C18.

** - допускается использовать иную скорость потока при определении ОСКО (%), если выбранная для поверки хроматографическая колонка не предназначена для использования при скорости 1 мл/мин.

*** - Для диодно-матричных детекторов хроматограмма записывается в координатах время - оптическая плотность (Б).

Таблица 5. Условия определения метрологических характеристик внешних детекторов.

Наименование внешнего детектора	Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала		Определение ОСКО (%) выходных сигналов, предела детектирования и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы				
	Параметры детектора	Элюент, (скорость потока, мл/мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объём вводимой пробы, мкл	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза, (скорость потока ^{4*} , мл/мин)
Диодно-матричный детектор SPD-M20A ^{5*}	Диапазон длин волн при проведении измерений 190-800 нм, канал 1 мультихроматограммы метода проведения измерений 250 нм, постоянная времени (time constant) 2 с, частота опроса (sampling) 2000 мс, температура проточной кварцевой ячейки 40°C, ширина полосы пропускания ± 4 нм, ширина щели 8 нм,	H ₂ O (1)	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/л	5	Диапазон длин волн при проведении измерений 190-800 нм, канал 1 мультихроматограммы метода проведения измерений 250 нм, частота опроса (sampling) 240 мс, постоянная времени (time constant) 0.240 с, температура проточной кварцевой ячейки 40°C, ширина полосы пропускания ± 4 нм, ширина щели 8 нм	C обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 4/1 (1)
Диодно-матричный детектор SPD-M30A ^{5*}	Диапазон длин волн при проведении измерений 190-600 нм, канал 1 мультихроматограммы метода проведения измерений 250 нм, постоянная времени (time constant) 2 с, частота опроса (sampling) 2000 мс, температура проточной кварцевой ячейки 40°C, ширина полосы пропускания ± 4 нм, ширина щели 8 нм, разрешение 512	H ₂ O (1)	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/л	5	Диапазон длин волн при проведении измерений 190-600 нм, канал 1 мультихроматограммы метода проведения измерений 250 нм, частота опроса (sampling) 240 мс, постоянная времени (time constant) 0.240 с, температура проточной кварцевой ячейки 40°C, ширина полосы пропускания ± 4 нм, ширина щели 8 нм, разрешение 512	C обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 4/1 (1)

Рефрактометрический детектор RID-20A, условия 1	Ячейки сравнения и измерительная заполнены водой, вход и выход детектора рекомендовано заглушить, режим «Аналитический», отклик 3 с, частота опроса (sampling) 500 мс, шкала чувствительности 1.0E-4(RIU/V), температура 40°C	H ₂ O, без потока элюента	Раствор антрацена в ацетонитриле, 100 мг/л	20	Режим детектора «Аналитический», частота опроса (sampling) 100 мс, отклик (response) 0.5 с, шкала чувствительности 1.0E-3(RIU/V), температура 40°C	С обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 4/1 (1)
Рефрактометрический детектор RID-20A, условия 2	Ячейки сравнения и измерительная заполнены водой, вход и выход детектора рекомендовано заглушить, режим «Аналитический», отклик 3 с, частота опроса (sampling) 500 мс, шкала чувствительности 1.0E-4(RIU/V), температура 40°C	H ₂ O, без потока элюента	Раствор сахарозы в воде, 200 мг/л	20	Режим детектора «Аналитический», частота опроса (sampling) 100 мс, отклик (response) 0.5 с, шкала чувствительности 1.0E-3(RIU/V), температура 40°C	С обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 1/4 (1)
Рефрактометрический детектор RID-20A, условия 3	Ячейки сравнения и измерительная заполнены гептаном, вход и выход детектора рекомендовано заглушить, режим «Аналитический», отклик 3 с, частота опроса (sampling) 500 мс, шкала чувствительности 1.0E-4(RIU/V), температура 40°C	n-C ₇ H ₁₆ , без потока элюента	Раствор антрацена в гептане, 100 мг/л	20	Рекомендуется провести кондиционирование колонки в течение 4 часов перед проведением сбора данных. Режим детектора «Аналитический», частота опроса (sampling) 100 мс, отклик (response) 0.5 с, шкала чувствительности 1.0E-3(RIU/V), температура 40°C	С нормальной фазой**	n-C ₇ H ₁₆ (1)
Флуориметрический детектор RF-20A	—	—	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/л	5	Длина волны возбуждения 360 нм, длина волны эмиссии 450 нм, частота опроса (sampling) 100 мс, отклик (response) 0.5 с, усиление (Gain) 1, чувствительность средняя (medium)	С обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 4/1 (1)

Флуориметрический детектор RF-20AXS	—	—	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/л	5	Длина волны возбуждения 360 нм, длина волны эмиссии 450 нм, частота опроса (sampling) 100 мс, отклик (response) 0.5 с, усиление (Gain) 1, чувствительность средняя (medium), температура ячейки 30°C	С обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 4/1 (1)
Испарительный детектор светорассеивания ELSD-LT II условия I	Температура испарителя 35°C, сифон заполнен подвижной фазой, вход детектора заглушен, частота опроса (sampling) 500 мс, усиление (Gain) 7, фильтр 3 с, давление газа-распылителя 350 кПа,	MeCN/H ₂ O 1/4, без потока элюента	Раствор сахарозы в воде, 200 мг/л	20	Температура испарителя 35°C частота опроса (sampling) 500 мс, усиление (Gain) 7, фильтр 3 с, давление газа-распылителя 350 кПа	С обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 1/4 (1)
Испарительный детектор светорассеивания ELSD-LT II условия 2	Температура испарителя 35°C, сифон заполнен подвижной фазой, вход детектора заглушен, частота опроса (sampling) 500 мс, усиление (Gain) 10, фильтр 3 с, давление газа-распылителя 350 кПа	MeCN/H ₂ O 4/1, без потока элюента	Раствор антрацена в ацетонитриле, 100 мг/л	20	Температура испарителя 35°C, частота опроса (sampling) 500 мс, усиление (Gain) 10, фильтр 3 с., давление газа-распылителя 350 кПа	С обращённой фазой C18*	MeCN/H ₂ O 4/1 (1)
Масс-спектрометрический детектор LCMS-2020	—	—	Раствор левомецетина в ацетонитриле, 10 мкг/мл	5	SIM 321,00 m/z, Event time 0.5 s, Nebulazing gas 1 L/min, Drying Gas 10 L/min, Interface temp 350°C DL temp 300°C Heat block temp 400°C Smoothing: Standard, counts: 2, width: 3 s.	С обращённой фазой C18***	MeCN/0.1% HCOOH в H ₂ O 3/7 (0,5)

* - например, Luna C18(2), SHIM-PACK VP-ODS или SHIM-PACK GIST C18.

** - например NH₂, рекомендуется провести кондиционирование колонки в течение 4 часов перед проведением сбора данных.

*** - например Shim Pack XR-ODS.

4* - допускается использовать иную скорость потока при определении СКО (%), если выбранная для поверки хроматографическая колонка не предназначена для использования при скорости 1 мл/мин.

5* - Для диодно-матричных детекторов хроматограмма записывается в координатах время - оптическая плотность (Б).

ПРИЛОЖЕНИЕ А

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ.

Методика предназначена для приготовления контрольных растворов антрацена, сахарозы, левомицетина. При проведении работ по приготовлению растворов рекомендуется работать в защитных перчатках. Рекомендуется проводить работы в вытяжном шкафу. При приготовлении растворов применяются основные формулы:

$$C_{p-ра} = C_{исх} \frac{V_{аликвоты}}{V_{колбы}} \quad (1)$$

$$C_{p-ра} = \frac{m}{V_{колбы}} \quad (2)$$

$C_{p-ра}$ – концентрация приготавливаемого раствора;

$C_{исх}$ – концентрация раствора, используемого в качестве исходного;

$V_{аликвоты}$ – точный объём исходного раствора;

$V_{колбы}$ – объём приготавливаемого раствора;

m = масса навески.

СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ.

1. ГСО 8749-2006 состава антрацена в ацетонитриле, массовая концентрация антрацена 0,200 мг/см³.
2. Сахароза, ГОСТ 5833-75.
3. ГСО 10165-2012 состава левомицетина.
4. Весы лабораторные высокого класса точности, ГОСТ OIML R 76-1-2011;
5. Пипетки градуированные 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-10, ГОСТ 29227-91;
6. Колбы мерные 2-10-2, 2-100-2, ГОСТ 1770-74;
7. Дозаторы постоянного объема вместимостью 1 и 2 мл с погрешностью не более $\pm 0,3$ %.
8. Ультразвуковая баня для растворения сухих веществ;
9. Виала 10 мл с завинчивающейся крышкой;
10. Виала 4 мл с завинчивающейся крышкой;
11. Виал 1.5 мл с завинчивающейся крышкой и септой;
12. Двухкомпонентный медицинский шприц на 2-2.5 мл;
13. Стакан химический вместимость 50 мл;
14. Сульфат натрия безводный в качестве осушителя (ХЧ или ОСЧ);
15. Одноразовый мембранный диск-фильтр с диаметром пор не более 0.45 мкм, подходящий для фильтрации растворов ацетонитрила, гептана, воды;

2. ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ.

2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена в ацетонитриле 1 мг/л.

Пипеткой или дозатором вместимостью 1 см³ переносят 1 см³ ГСО антрацена в ацетонитриле в мерную колбу вместимостью 10 см³ и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом, закрывают пробкой и перемешивают (раствор 1, 20 мг/л). Полученный раствор переливают в виалу на 10 мл с завинчивающейся крышкой и хранят в холодильнике. Срок хранения раствора 1 – 3 месяца. Пипеткой или дозатором вместимостью 1 см³ переносят 1 см³ раствора 1 в мерную колбу вместимостью 10 см³ и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом, закрывают пробкой и перемешивают (раствор 2, 2 мг/л). Полученный раствор переливают в виалу на 10 мл с завинчивающейся крышкой и хранят в холодильнике. Срок хранения раствора 2 – 1 месяц. В виалу на 4 мл с завинчивающейся крышкой пипеткой или дозатором вместимостью 1 см³ прибавляют 1 см³ раствора 2 к 1 мл подвижной фазы состава MeCN/H₂O – 4/1, используемой для определения ОСКО (%) спектрофотометрического, диодно-матричного или флуориметрического детектора. Рекомендуется использовать подвижную фазу, собранную из выходного сливного капилляра спектрофотометрического, диодно-матричного или флуориметрического детектор после выхода на рабочий режим поверяемой хроматографической системы. Срок хранения раствора 3 в холодильнике – 1 неделя. Перед вводом в хроматограф необходимое количество раствора переносят в виалу на 1.5 мл с завинчивающейся крышкой и септой.

2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена в ацетонитриле 100 мг/л.

В виалу на 4 мл с завинчивающейся крышкой пипеткой или дозатором вместимостью 1 см³ прибавляют 1 см³ ГСО антрацена в ацетонитриле к 1 мл подвижной фазы состава MeCN/H₂O – 4/1, используемой для определения ОСКО (%) рефрактометрического детектора или испарительного детектора светорассеивания. Рекомендуется использовать подвижную фазу, собранную из выходного сливного капилляра рефрактометрического детектора после выхода на рабочий режим поверяемой хроматографической системы. Для испарительного детектора светорассеивания рекомендуется использовать подвижную фазу, собранную из входного капилляра детектора. Срок хранения в холодильнике – 1 месяц. Перед вводом в хроматограф необходимое количество раствора переносят в виалу на 1.5 мл с завинчивающейся крышкой и септой.

2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена в гептане 100 мг/л.

Способ 1.

Пипеткой или дозатором вместимостью 1 см³ переносят 1 см³ ГСО антрацена в ацетонитриле виалу на 10 мл с завинчивающейся крышкой. К данному раствору пипеткой или

дозатором вместимостью 2 см³ прибавляют 2 см³ гептана. Виалу закрывают завинчивающейся крышкой и тщательно перемешивают содержимое интенсивными встряхиваниями не менее 10 минут. К полученной эмульсии прибавляют 5 см³ воды для ВЭЖХ, виалу закрывают завинчивающейся крышкой и тщательно перемешивают содержимое интенсивными встряхиваниями не менее 10 минут. После прекращения встряхивания эмульсию оставляют на 5-10 минут до полного расслоения. Крышку открывают и аккуратно отбирают 1.8-1.9 см³ верхней гептановой фазы двухкомпонентным медицинским шприцом на 2-2.5 мл отбирают через иглу и переносят виалу на 10 мл с завинчивающейся крышкой. К данному раствору прибавляют 5 см³ воды для ВЭЖХ, виалу закрывают завинчивающейся крышкой и тщательно перемешивают содержимое интенсивными встряхиваниями не менее 10 минут. После прекращения встряхивания эмульсию оставляют на 5-10 минут до полного расслоения. Крышку открывают и аккуратно отбирают 1.6-1.7 см³ верхней гептановой фазы двухкомпонентным медицинским шприцом на 2-2.5 мл отбирают через иглу и переносят в виалу на 4 мл с завинчивающейся крышкой. К полученному раствору прибавляют 100 мг безводного Na₂SO₄. Виалу закрывают завинчивающейся крышкой и тщательно перемешивают содержимое интенсивными встряхиваниями не менее 3 минут. Визуально оценивают получившуюся суспензию. Если суспензии не осталось свободно пересыпающихся кристаллов осушителя, то требуется добавить ещё 50-100 мг осушителя и повторить процедуру встряхивания. Если часть осушителя свободно пересыпается после встряхивания, то дополнительный осушитель добавлять нет необходимости. Рекомендуется после перемешивания оставить раствор на 1 час для максимального удаления растворённой в гептане воды. Допускается оставить раствор с осушителем на 12 часов (на ночь). Виалу открывают и двухкомпонентным медицинским шприцом на 2-2.5 мл отбирают через иглу весь раствор антрацена в гептане. Полученный раствор отфильтровывают через одноразовый мембранный диск-фильтр с диаметром пор не более 0.45 мкм в виалу на 1.5 мл с завинчивающейся крышкой и септой. Рекомендуется использовать насадочный диск-фильтр малого диаметра – 10-20 мм. Срок хранения раствора в холодильнике – 1 неделя.

Способ 2.

Пипеткой вместимостью 1 см³ переносят 1 см³ ГСО антрацена в ацетонитриле виалу с завинчивающейся крышкой на 4 мл и упаривают досуха в токе воздуха, азота, аргона, гелия. Допускается оставить открытую виалку с раствором вытяжном шкафу до полного улетучивания растворителя. Пипеткой вместимостью 2 см³ переносят 2 см³ н-гептана в виалу с сухим остатком. Рекомендуется использовать подвижную фазу (гептан), собранную из выходного сливного капилляра рефрактометрического детектора после выхода на рабочий режим поверяемой хроматографической системы. Виалу закручивают крышкой и перемешивают встряхиванием до полного растворения сухого вещества. Рекомендуется использовать для растворения ультразвуковую баню. Срок хранения раствора в холодильнике – 1 неделя. Перед вводом в хроматограф необходимое количество раствора переносят в виалу на 1.5 мл с завинчивающейся крышкой и септой.

2.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией сахарозы в воде 200 мг/л.

Приготовление раствора с массовой концентрацией сахарозы в воде 200 мг/л.

Взвешивают в стакане (200 ± 2) мг сахарозы, добавляют в стакан 25 мл воды для ВЭЖХ, перемешивают до полного растворения сахарозы. Рекомендуется использовать для растворения ультразвуковую баню. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Ополаскивают стакан водой, переносят ее в мерную колбу, доводят до метки водой, закрывают пробкой и перемешивают (раствор 1, 2000 мг/л). Срок хранения раствора в холодильнике – 1 месяц. Пипеткой вместимостью 10 см³ переносят 10 см³ раствора 1 в мерную колбу на 100 см³, доводят содержимое колбы до метки водой, закрывают пробкой и перемешивают (раствор 2, 200 мг/л). Срок хранения раствора в холодильнике – 1 неделя. Необходимое количество полученного раствора 2 отфильтровывают через одноразовый мембранный диск-фильтр с диаметром пор не менее 0.45 мкм в вials на 1.5 мл с завинчивающейся крышкой и септой перед вводом в хроматограф. Срок хранения раствора в холодильнике – 1 неделя.

2.4 Приготовление раствора с массовой концентрацией левомицетина в ацетонитриле 10 пкг/мкл.

2.4.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией левомицетина в ацетонитриле 100 мг/л (раствор 1).

В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают навеску левомицетина (10 ± 0.1) мг левомицетина, доводят до метки ацетонитрилом, закрывают пробкой и перемешивают. Срок хранения раствора в холодильнике – 1 месяц.

2.4.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией левомицетина в ацетонитриле 1 мг/л (раствор 2).

Пипеткой или дозатором вместимостью 1 см³ переносят 1 см³ раствора 1 в мерную колбу на 100 см³, доводят содержимое колбы до метки до метки ацетонитрилом, закрывают пробкой и перемешивают. Срок хранения раствора в холодильнике – 1 неделя.

2.4.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией левомицетина в ацетонитриле 10 пкг/мкл (раствор 3) – 10 мкг/л.

Пипеткой или дозатором вместимостью 1 см³ переносят 1 см³ раствора 2 в мерную колбу на 100 см³, доводят содержимое колбы до метки до метки ацетонитрилом, закрывают пробкой и перемешивают. Необходимое количество полученного раствора отфильтровывают через одноразовый мембранный диск-фильтр с диаметром пор не более 0.45 мкм в вials на 1.5 мл с завинчивающейся крышкой и септой перед вводом в хроматограф. Срок хранения раствора в холодильнике – 1 сутки.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Метрологические характеристики хроматографов моделей Prominence-i и Nexera-i и внешних детекторов.

Таблица 1. Уровень флуктуационных шумов, дрейф нулевого сигнала и предел детектирования

Прибор (детектор)	Уровень флуктуационных шумов	Дрейф нулевого сигнала	Предел детектирования, не более
Хроматографы: модели Prominence-i - LC-2030 Plus, - LC-2030C Plus, модели Nexera-i - LC-2040C Plus, - LC-2040C MT Plus с встроенным спектрофотометрическим детектором.	2×10^{-5} Б	6×10^{-4} Б/час	3×10^{-10} г/см ³ (по антрацену)
Хроматографы: модели Prominence-i - LC-2030C 3D Plus, модели Nexera-i - LC-2040C 3D Plus, - LC-2040C 3D MT Plus с встроенным диодно- матричным детектором	5×10^{-5} Б	2×10^{-3} Б/час	3×10^{-10} г/см ³ (по антрацену)
Диодно-матричный детектор SPD-M20A	2.5×10^{-5} Б	2×10^{-3} Б/час	3×10^{-10} г/см ³ (по антрацену)
Диодно-матричный детектор SPD-M30A	1×10^{-5} Б	5×10^{-4} Б/час	3×10^{-10} г/см ³ (по антрацену)
Рефрактометрический детектор RID-20A	5×10^{-9} ед.рефр	5×10^{-7} ед.рефр/час	2×10^{-7} г/см ³ (по антрацену, по сахарозе)
Флуориметрический детектор RF-20A	не нормируется	не нормируется	Отношение сигнал/шум для Рамановского спектра дистиллированной воды, не менее 600
Флуориметрический детектор RF-20AXS	не нормируется	не нормируется	Отношение сигнал/шум для Рамановского спектра

			дистиллированной воды, не менее 1000
Испарительный детектор светорассеивания ELSD-LT II	2×10^{-3} В	4×10^{-3} В	1×10^{-7} г/см ³ (по антрацену, по сахарозе)
Масс-спектрометрический детектор LCMS-2020	не нормируется	не нормируется	Отношение сигнал/шум для 50 пкг левомецетина, не менее 250

1 Б (Бэлл) численно равен 1 В (Вольт).

Для пересчёта результата тестирования из мкВ в ед. рефр. при использовании шкалы чувствительности $1.0E-3$ (RIU/V) следует умножить полученное значение на 10^{-9} , при использовании шкалы чувствительности $1.0E-4$ (RIU/V) - на 10^{-10} .

Таблица 2. Относительное среднее квадратическое отклонение и относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

Прибор (детектор)	Относительное среднее квадратическое отклонение ОСКО (%)		Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы δ (%)
	Время удерживания	Площадь пика	Площадь пика
Встроенный спектрофотометрический детектор хроматографа Prominence-i LC-2030 Plus, LC-2030C Plus, встроенный спектрофотометрический детектор хроматографа Nexera-i LC-2040C Plus, LC-2040C MT Plus.	0.5	1	2
Встроенный диодно-матричный детектор хроматографа Prominence i LC-2030C 3D Plus, встроенный диодно-матричный детектор хроматографа Nexera-i LC-2040C 3D Plus, LC-2040C 3D MT Plus.	0.5	1	2

Диодно-матричный детектор SPD-M20A	0.5	1	2
Диодно-матричный детектор SPD-M30A	0.5	1	2
Рефрактометрический детектор RID-20A	0.5	2	4
Флуориметрический детектор RF-20A	0.5	2	4
Флуориметрический детектор RF-20AXS	0.5	2	4
Испарительный детектор светорассеивания ELSD-LT II	0.5	4	не нормируется
Масс-спектрометрический детектор LCMS-2020	1	10	не нормируется