

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**Уральский научно-исследовательский институт метрологии –
Филиал Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
(УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**



СОГЛАСОВАНО
Директор УНИИМ –
Филиала ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»
Е.П. Соби́на

» 02 _____ 2023 г.

«ГСИ. Хроматографы жидкостные ЛС. Методика поверки»

МП 104-223-2022

**г. Екатеринбург
2023 г.**

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. **РАЗРАБОТАНА** Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

2. **ИСПОЛНИТЕЛИ:** зав. лаб. 223 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Собина А.В., зам. заведующего лаб. 223 УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Кузнецова М.Ф.

3 **СОГЛАСОВАНА**

Директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Перечень операций поверки	5
4 Требования к условиям проведения поверки.....	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку.....	7
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки.....	7
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	9
8 Внешний осмотр средства измерений.....	9
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	10
10 Проверка программного обеспечения средства измерений.....	11
11 Определение метрологических характеристик	13
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	17
13 Оформление результатов поверки.....	18
Приложение А (справочное) Метрологические характеристики хроматографов жидкостных LC	19
Приложение Б (обязательное) Условия проведения измерений	22
Приложение В (рекомендуемое) Методика приготовления контрольных растворов ..	33

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные LC (далее — хроматографы), предназначенные для измерений содержания веществ в различных средах методами жидкостной хроматографии

1.2 Хроматографы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка хроматографов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.3 При проведении поверки обеспечивается прослеживаемость измерений:

- к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии, ГЭТ 208-2019 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 988 от 10.06.2021 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементарорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

- к Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии ГЭТ 176-2019 в соответствии с приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

1.4 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.5 Настоящая методика поверки применяется для поверки хроматографов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате проверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в Приложении А.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.091—2012 Безопасность электрического оборудования для измерения, управления и лабораторного применения. Часть 1. Общие требования.

Приказ Росстандарта № 988 от 10.06.2021 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементарорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

Приказ Росстандарта № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 761 от 17.05.2021 «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых

веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148».

Приказ Министерства промышленности и торговли от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке».

Приказ Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 28.08.2020 г № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений».

Примечание — При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января года проведения поверки и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в году проведения поверки.

Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При проведении поверки хроматографа выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 — Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	Да	Да	8
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	9.2
Проверка программного обеспечения (ПО) средства измерений	Да	Да	10
Проверка метрологических характеристик хроматографов:	Да	Да	11
Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала (для измерительных каналов, в которые входят детекторы: – спектрофотометрические (SPD-40 (или SPD-40 CL), SPD-40V); – спектрофотометрические с диодной матрицей (SPD-M30A (или SPD-M30A CL), SPD-M40); – рефрактометрические (RID-20A); – кондуктометрические (CDD-10AVP); – испарительные светорассеяния (ELSD-LT II, ELSD-LT III)	Да	Да	11.1

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Определение соотношения сигнал/шум для Рамановского спектра дистиллированной воды (для измерительных каналов, в которые входят детекторы RF-20A, RF-20AXS)	Да	Да	11.2
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	Да	Да	11.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	12
Проверка критериев соответствия уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.	Да	Да	12.1
Проверка критериев соответствия отношения сигнал / шум для Рамановского спектра воды.	Да	Да	12.2
Проверка критериев соответствия относительного СКО выходного сигнала хроматографа	Да	Да	12.3
Определение предела детектирования	Да	Да	12.4

3.2 При получении отрицательных результатов по одному из пунктов таблицы 1 поверка прекращается, хроматограф бракуется.

3.3 В случае конфигурации хроматографа с несколькими измерительными каналами проведение соответствующих операций поверки (первичной или периодической) по заявлению владельца хроматографа, допускается проводить применительно к отдельным измерительным каналам из состава общей конфигурации хроматографа.

В случае проведения поверки применительно к отдельным измерительным каналам из состава общей конфигурации хроматографа, в сведениях о поверке указывают детекторы с заводскими номерами, с которыми проводилась поверка.

3.4 Допускается проведение поверки с использованием одного или части стандартных образцов и/или режимов из указанных в приложении Б, для каждого измерительного канала (по заявлению владельца хроматографа). Сведения о применяемых при поверке стандартных образцах должны быть включены в сведения о результатах поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С.....от плюс 15 до плюс 25;
- относительная влажность воздуха, %не более 70.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке хроматографов допускаются специалисты, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, имеющие техническое образование и вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на хроматограф.

5.2 Для снятия данных при выполнении операций поверки допускается участие сервис-инженера изготовителя или его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего хроматограф (под контролем поверителя).

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки согласно таблице 2.

Таблица 2 — Метрологические требования к средствам поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средство измерений температуры, относительной влажности с диапазонами измерений, охватывающими условия по п. 4 Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 0,7$ °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности $\pm 2,5$ %.	Термогигрометр электронный Center 313 (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 22129-09)
п. 11.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	Элюенты в соответствии с Приложением Б, Таблица Б.1	Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005; Ацетонитрил, ос.ч., сорт 0, по ТУ 2634-002-54260861-2013, массовая доля основного вещества не менее 99,9 %; Фталевая кислота по ГОСТ 4556-78; Трисаминометан; Карбонат натрия по ГОСТ 83-79, ч.д.а.; Гидрокарбонат натрия по ГОСТ 32802-2014;

Продолжение таблицы 2

1	2	3
<p>п. 11.2 Определение соотношения сигнал/шум для Рамановского спектра дистиллированной воды</p>	<p>Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты</p>	<p>Вода для лабораторного анализа 1 степени чистоты по ГОСТ Р 52501-2005</p>
<p>п. 11.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала</p>	<p>Стандартный образец (СО) состава раствора антрацена в ацетонитриле, массовая концентрация антрацена (0,19 – 0,21) мг/см³ границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2\%$ (P=0,95)</p> <p>СО состава хлорид-ионов, массовая концентрация хлорид-ионов (9,5 – 10,5) мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 1\%$ (P=0,95)</p> <p>СО состава кофеина, массовая доля кофеина (97,00 – 99,99) %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения СО $\pm 1,0\%$ (P=0,95)</p> <p>СО молярной концентрации глюкозы в растворе, молярная концентрация глюкозы (1,00 – 20,00) ммоль/дм³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3\%$ (P=0,95)</p> <p>СО состава и свойств раствора сахарозы, массовая доля сахарозы (9,0 – 61,0) %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm(0,03 – 0,05)\%$ (P=0,95)</p> <p>Средство измерений массы не ниже I класса, диапазон измерений от 0,001 до 220,0 г, пределы</p>	<p>СО состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр) (ГСО 8749-2006)</p> <p>СО состава раствора хлорид-ионов (ГСО 7813-2000)</p> <p>СО состава кофеина (Кфн СО УНИИМ) (ГСО 11872-2022)</p> <p>СО молярной концентрации глюкозы в растворе (комплект РГ) (ГСО 11683-2021)</p> <p>СО состава и свойств раствора сахарозы (комплект САХАРОЗКА 10-60) (ГСО 10670-2015)</p> <p>Весы лабораторные электронные СР225D (рег. № 25469-03)</p>

1	2	3
	<p>допускаемой абсолютной погрешности $\pm(0,00005 - 0,00060)$ г</p> <p>Мерная посуда для приготовления контрольных растворов согласно обязательного приложения В.</p> <p>Виала вместимостью 4 см³</p> <p>Стакан вместимостью 50 см³</p>	<p>Колбы 2-10-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770—74; Цилиндр мерный 1-1000-2, ГОСТ 1770—74; Пипетки 2-2-1, 2-2-2, 2-2-5, 2-2-10, 2-2-20, 2-2-25, ГОСТ 29169—91</p> <p>Виала, вместимостью 4 см³, с закручивающейся крышкой</p> <p>Стакан В-1-50 по ГОСТ 25336-82</p>
<p>Примечание – Допускается использовать при поверке другие стандартные образцы утвержденных типов, средства измерений утвержденных типов и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</p>		

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.2.091, а также требования, предусмотренные эксплуатационной документацией на поверяемый хроматограф.

7.2 Лица, допущенные к работе, проходят проверку знаний техники безопасности в установленном порядке.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре необходимо установить:

- соответствие поверяемого хроматографа сведениям, приведенным в описании типа, соответствие поверяемого хроматографа сведениям, установленным в эксплуатационной документации (ЭД);
- отсутствие видимых повреждений поверяемого хроматографа;
- наличие на лицевых панелях и/или маркировочных табличках модулей подачи подвижной фазы обозначений заводских номеров и товарного знака изготовителя, обозначений органов управления, соединительных разъемов.

8.2 Идентификация поверяемого хроматографа по составу блоков.

Хроматограф представляет собой совокупность различных функционально объединенных блоков и модулей подачи подвижной фазы, конфигурируемую в зависимости от аналитических задач.

В состав хроматографа должны входить блоки и модули подачи подвижной фазы, которые указаны в описании типа.

Перечень блоков, которые могут входить в состав хроматографа в зависимости от его конфигурации и образующие измерительные каналы (в состав хроматографа могут входить не все указанные блоки):

- модули подачи подвижной фазы (насосы) серии LC-40 (в частности LC-40B XR, LC-40D XR (или LC-40D XR CL), LC-40B X3, LC-40D X3 (или LC-40D X3 CL), LC-40D, LC-40D XS, LC-40P SF); серии LC-Mikros, серии LC-30 (в частности LC-30ADSF), серии LC-20 (в частности LC-20ADSP, LC-20AI, LC-20AP, LC-20AR);

- ручные инжекторы (Rheodyne 7725i, Rheodyne 9725i, Rheodyne 3725i);
- автоматические дозаторы (автодозаторы) серии SIL-40 (в частности SIL-40, SIL-40 XR, SIL-40C, SIL-40C XR (или SIL-40C XR CL), SIL-40C XS, SIL-40C X3 (или SIL-40C X3 CL)), серии SIL-30 (в частности SIL-30ACFV, SIL-30AC MP), серии SIL-20 (в частности SIL-20A, SIL-20AC), серии SIL-10 (SIL-10AP); комбинированные автодозаторы жидкости серии LH-40;
- детекторы: спектрофотометрические, SPD-40 (или SPD-40 CL), SPD-40V; спектрофотометрические с диодной матрицей SPD-M30A (или SPD-M30A CL), SPD-M40; рефрактометрические RID-20A; флуориметрические RF-20A, RF-20AXS; кондуктометрические CDD-10AVP; испарительные светорассеяния ELSD-LT II, ELSD-LT III;
- системные контроллеры SCL-40, CBM-40 (или CBM-40 CL) (выполнены в отдельных корпусах) или CBM-40lite (представляет собой печатную плату, устанавливаемую внутри корпуса насоса).

Для удобства работы и расширения функциональных возможностей средств измерений в его конфигурацию в зависимости от аналитических задач могут быть включены дополнительные (вспомогательные) блоки:

- блоки дегазации серии DGU;
- термостаты колонок (серии CTO, CTO-Mikros);
- устройства для автоматической загрузки микропланшетов (серии PLATE CHANGER (или PLATE CHANGER CL)); блоки автоматической смены планшетов (серии RACK CHANGER);
- коллекторы фракций (серии FRC);
- подаватели фоновой электропроводности (серии ICDS)
- краны переключения потоков подвижной фазы (серии FCV)
- блоки для установки дополнительных кранов (серии OPTION BOX VP, FCV-S (или FCV-S CL), FCV-BOX);
- сверхкритические флюидные экстракторы (серии SFE),
- регуляторы обратного давления (серии SFC);
- блоки постколоночной дериватизации (серии CRB).

На лицевых панелях блоков могут быть нанесены обозначения (логотипы) «UFLC» «XR», «X3», «XS» «Nexera», «Lite», «Prominence»). Блоки могут изготавливаться в различных вариантах внешнего вида корпусов, например, с сочетанием цветов (черный и белый(серый) и др.) или окрашенными полностью в один цвет (черный, белый, серый и др.).

Блоки могут иметь маркировку CL, указываемую после обозначения модели блока (CBM-40 CL, LC-40D XR CL, LC-40D X3 CL, SPD-40 CL, SPD-M30A CL, SIL-40C XR CL, SIL-40C X3 CL, CTO-40C CL, DGU-405 CL, PLATE CHANGER CL, FCV-S CL), с дополнительной машиночитаемой информацией на маркировочной табличке о выполнении требований к безопасности.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Перед проведением поверки выполняют операции в соответствии с эксплуатационной документацией.

9.1.1 Проводят подготовку контрольных растворов на основе стандартных образцов в соответствии с Приложением В.

9.1.2 Непосредственно перед опробованием по 9.2 и определением характеристик по 11.1 — 11.3 проводят контроль условий поверки.

9.2 Проводят опробование хроматографа:

1) включают питание блоков (модулей подачи подвижной фазы) хроматографа

Необходимо убедиться, что значок службы [LabSolutions Service] в системной строке панели задач отображает зеленую хроматограмму (рисунок 1).



Рисунок 1 - Внешний вид системной строки при включенном хроматографе

Примечание — желтая хроматограмма в значке [LabSolutions Service] обозначает, что программа еще инициализируется. Необходимо подождать, пока хроматограмма станет зеленой. Красная хроматограмма в значке [LabSolutions Service] показывает наличие ошибки. Необходимо перезагрузить компьютер.

2) запускают ПО LabSolutions — дважды нажимают значок LabSolutions .

После запуска ПО LabSolutions выбирают идентификатор ID зарегистрированного пользователя из списка [User ID], вводят пароль [Password], нажимают [OK] (рисунок 2).

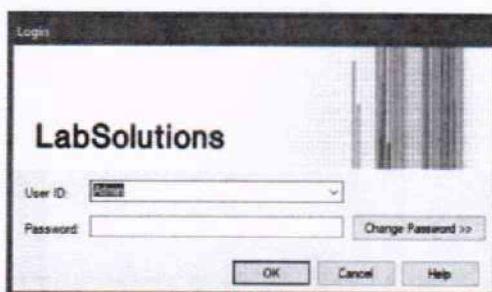


Рисунок 2 - Окно запуска ПО LabSolutions

Примечание — для первого входа в систему выбирают [Admin] в списке [User ID], вводят пароль, и нажимают [OK].

Должно открыться главное меню ПО [LabSolutions Main] (пример, рисунок 3).

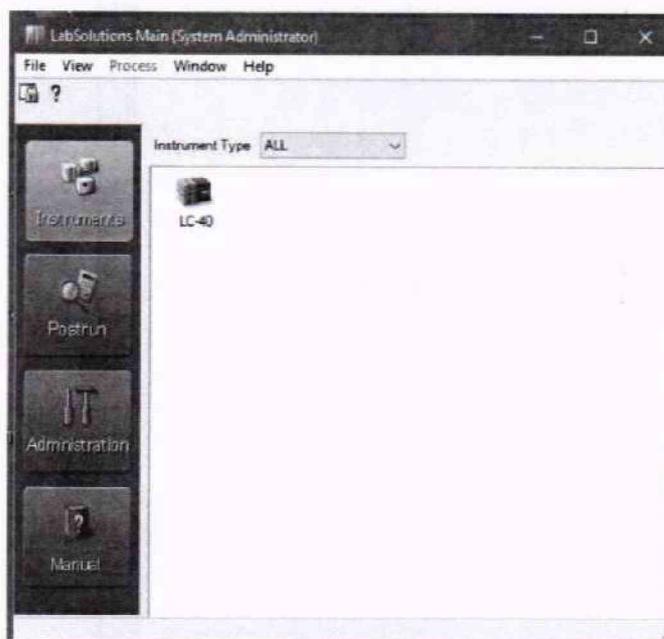


Рисунок 3 – Главное меню ПО LabSolutions

3) выводят хроматограф на режим в соответствии с эксплуатационной документацией (до стабилизации параметров).

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

Для получения информации о версии ПО LabSolutions в основном меню программы [LabSolutions Main] (рисунок 3) выбирают пункт «Help» и в выпадающем меню выбирают пункт «About» (рисунок 4).

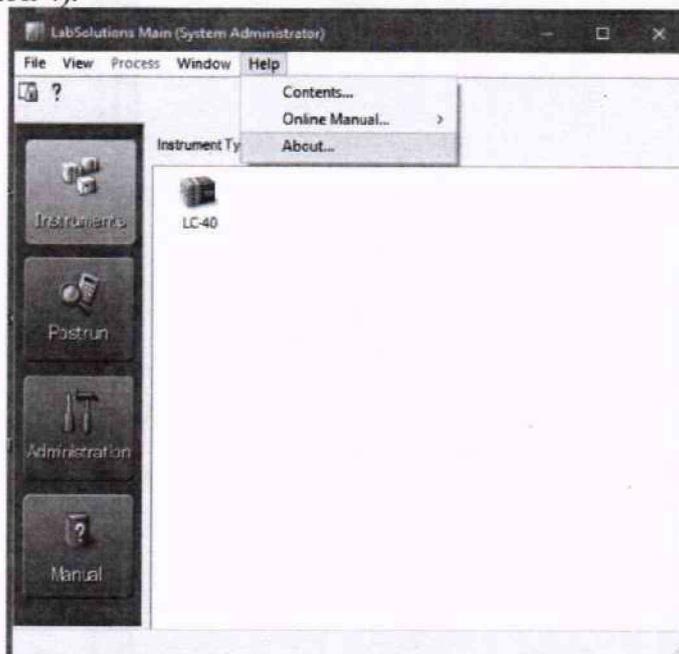


Рисунок 4 – Выбор пункта «Help» в основном меню ПО
Отобразится окно с идентификационными данными ПО (рисунок 5).

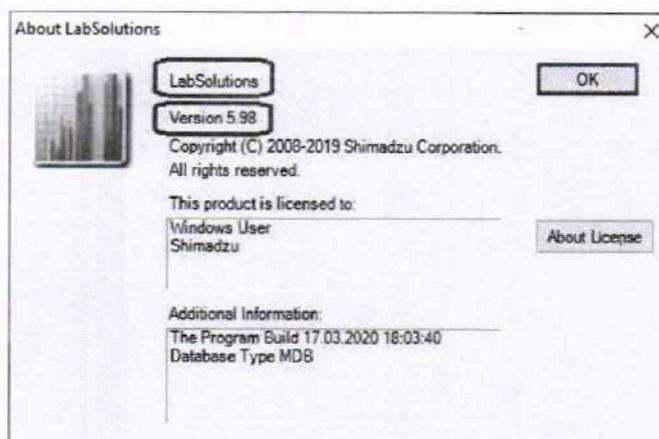


Рисунок 5 – Идентификационные данные ПО

Идентификационное наименование должно соответствовать указанному в таблице 3, номер версии ПО должен быть не ниже указанного в таблице 3.

Таблица 3 — Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	LabSolutions
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	5.91*
Цифровой идентификатор ПО	-

Примечание:

*) формат номера версии ПО предусматривает двух- или трехсимвольное цифровое обозначение после разделителя (точки), а также может быть дополнен буквенно-цифровым обозначением языкового пакета и/или пакета обновлений, исправлений и улучшений (например: Rus; SP1, SP2 и т.д.)

11 Определение метрологических характеристик

В случае конфигурации хроматографа несколькими измерительными каналами (наличии в конфигурации двух и более детекторов) проведение соответствующих операций поверки (первичной или периодической) по заявлению владельца хроматографа допускается проводить применительно к отдельным измерительным каналам (детекторам) из состава общей конфигурации хроматографа в зависимости от сферы применения поверяемого хроматографа.

11.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Данная операция проводится для хроматографов с измерительными каналами с детекторами:

- спектрофотометрическими (SPD-40 (или SPD-40 CL), SPD-40V);
- спектрофотометрическими с диодной матрицей (SPD-M30A (или SPD-M30A CL), SPD-M40);
- рефрактометрическими (RID-20A);
- кондуктометрическими (CDD-10AVP);
- испарительными светорассеяния (ELSD-LT II, ELSD-LT III).

11.1.1 Условия для определения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, ΔX , и дрейфа нулевого сигнала указаны в таблице 4 и приложении Б.

Таблица 4 – Условия поверки при определении уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Метод расчета шума	Время, используемое для проверки шума, мин	Порог, используемый для проверки шума	Время, используемое для проверки дрейфа, мин	Порог, используемый для проверки дрейфа	Максимальное время для осуществления повторного измерения, мин
SPD-40 (или SPD-40 CL), SPD-40V	ASTM	30	$2 \cdot 10^{-5}$ В	30	$2 \cdot 10^{-4}$ В/ч	15
SPD-M40	ASTM	30	$3 \cdot 10^{-5}$ В	30	$5 \cdot 10^{-3}$ В/ч	15
SPD-M30A (или SPD-M30A CL)	ASTM	30	$4 \cdot 10^{-6}$ В	30	$5 \cdot 10^{-4}$ В/ч	15
RID-20A	ASTM	30	$5 \cdot 10^{-6}$ В	30	$5 \cdot 10^{-4}$ В/ч	15
CDD-10AVP	ASTM	15	0,004 мкСм/см	15	0,025 мкСм/(см·ч)	15
ELSD-LT II,	ASTM	30	2 мВ	30	4 мВ/ч	15
ELSD-LT III	ASTM	30	1 мВ	30	6 мВ/ч	15

11.1.2 При определении уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала хроматографическую колонку заменяют на капилляр, который создает необходимое для проведения измерений противодавление (от 5 до 10 МПа).

11.1.3 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала проводят с использованием ПО LabSolutions.

Нажимают параметры проверки базовой линии [Baseline Check Parameters] из меню метода [Method] в окне измерения данных [Data Acquisition] (рисунок 6).

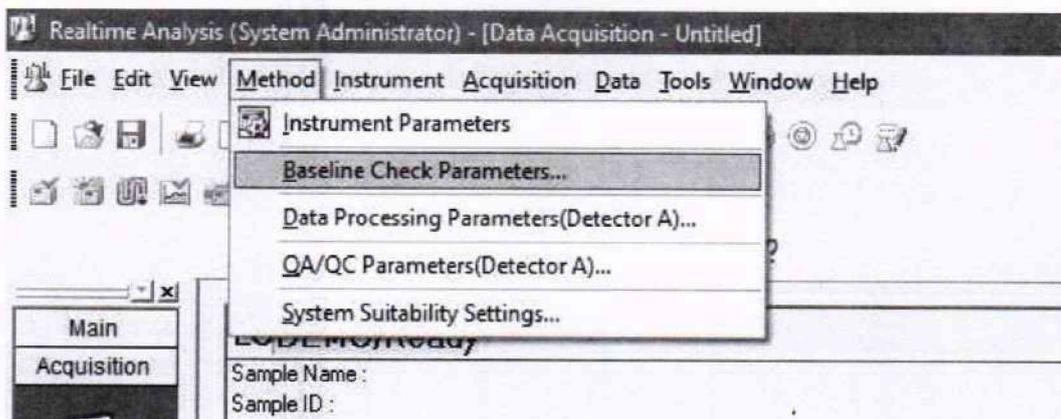


Рисунок 6 - Окно измерения данных [Data Acquisition]

Устанавливают параметры проверки базовой линии:

- 1 - выбирают метод расчета шума;
- 2 - выбирают шум [Noise] и дрейф [Drift];
- 3 - вводят время и порог, используемые для проверки шума [Noise] и дрейфа [Drift];
- 4 - вводят максимальное время [Maximum Time] для осуществления повторного измерения, если проверка не прошла («fail») (рисунок 7).

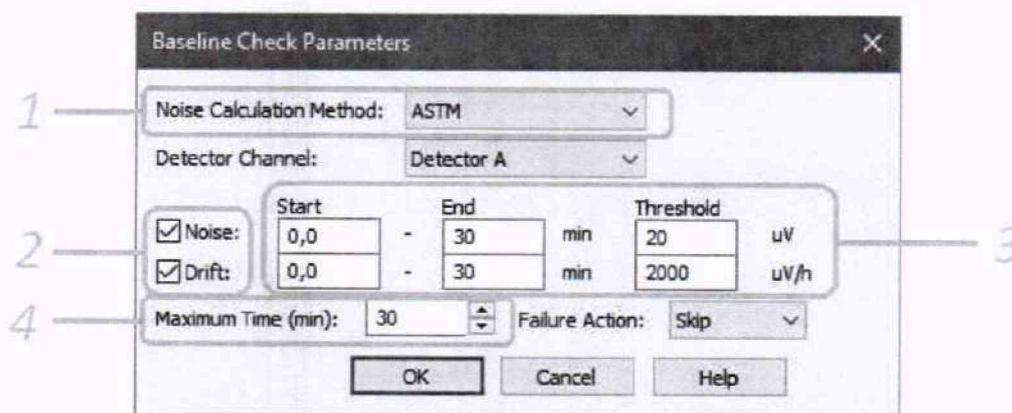


Рисунок 7 – Параметры проверки базовой линии

Значения вводимых параметров устанавливают в соответствии с таблицей 4.

Нажимают кнопку [Save] ([Сохранить])  в панели инструментов. Установки сохраняются в файле метода.

Нажимают кнопку проверки базовой линии [Baseline Check]  в панели инструментов.

Начнется проверка базовой линии и результаты проверки базовой линии отобразятся по окончании измерений (рисунок 8).

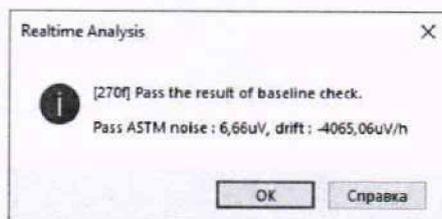


Рисунок 8 - Результаты проверки базовой линии

Также может быть выбран способ вывода результатов измерения шума и дрейфа в HTML-файл (рисунок 9)



Рисунок 9 - Вывод результатов измерения шума и дрейфа в HTML-файл

11.2 Определение соотношения сигнал/шум для Рамановского спектра дистиллированной воды

11.2.1 Определение соотношения сигнал/шум для Рамановского спектра дистиллированной воды проводится для хроматографов с измерительными каналами с флуориметрическими детекторами RF-20A, RF-20AXS. Для расчета соотношения сигнал/шум используется величина интенсивности рассеяния F (рисунок 10).



Рисунок 10 - Пик Рамановского спектра

11.2.2 После включения средства измерений и выдержки в 60 мин (время стабилизации ксеноновой лампы детектора) в измерительную кювету подается вода (степень чистоты 1 по ГОСТ Р 52501—2005).

С помощью кнопки [VP] на лицевой панели детектора выбирают режим <VALIDATION> (индикация на дисплее детектора).

Кнопкой [func] выбирают режим <S/N CHECK> (индикация на дисплее детектора).

Кнопкой [Enter] запускают автоматическую проверку соотношения сигнал/шум.

Отношение сигнал-шум (S/N) рассчитывается автоматически.

11.2.3 Результат выводится на дисплей детектора (рисунок 11).

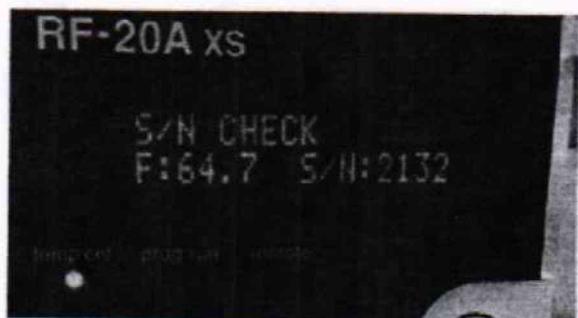


Рисунок 11 – Результат определения отношения сигнал-шум

11.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

11.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала проводят для измерительных каналов, в которые входят, детекторы, указанные в таблице 5 при использовании контрольных растворов и в условиях, указанных в приложении Б (Таблицы Б.1 и Б.2).

Таблица 5 — Перечень детекторов при определении относительного среднего квадратического отклонения

Наименование детектора	Обозначение	Единица величины выходного сигнала детектора (единица шкалы на хроматограмме)		
		Время удерживания	Высота пика	Площадь пика
Детектор спектрофотометрический	SPD-40 (или SPD-40 CL) SPD-40V	мин (мин)	мкВ (мВ) ¹⁾	мкВ·с
Детектор спектрофотометрический с диодной матрицей	SPD-M40 SPD-M30A (или SPD-M30A CL)	мин (мин)	мкВ (мВ) ¹⁾	мкВ·с
Детектор рефрактометрический	RID-20A	мин (мин)	мкВ (мВ)	мкВ·с
Детектор флуориметрический	RF-20A, RF-20AXS	мин (мин)	мкВ (мВ)	мкВ·с
Детектор кондуктометрический	CDD-10AVP	мин (мин)	мкСм/см (мВ)	(мкСм/см)·с
Детектор испарительный светорассеяния	ELSD-LT II ELSD-LT III	мин (мин)	мкВ (мВ)	мкВ·с

¹⁾ Величина выходного сигнала определяется в единицах напряжения: В (V). В хроматограмме может быть использовано обозначение «AU» («единица оптической плотности») с совпадающими численными значениями.

11.3.2 Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении В.

11.3.3 Контрольный(ые) раствор(ы) в соответствии с таблицами Б.1, Б.2 приложения Б вводят в измерительный канал хроматографа не менее 6 раз, для каждого измерения фиксируют параметры выходных сигналов (площадь пика, высота пика, время удерживания).

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Проверка критериев соответствия уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала (для измерительных каналов, в которые входят детекторы:

– спектрофотометрические (SPD-40 (или SPD-40 CL), SPD-40V);

– спектрофотометрические с диодной матрицей (SPD-M30A (или SPD-M30A CL), SPD-M40);

– рефрактометрические (RID-20A);

– кондуктометрические (CDD-10AVP);

– испарительные светорассеяния (ELSD-LT II, ELSD-LT III);

не должен превышать значений, указанных в приложении А.

12.2 Проверка критериев соответствия отношения сигнал / шум (S/N) для Рамановского спектра воды

Отношение сигнал / шум (S/N) для Рамановского спектра воды для измерительных каналов, в которые входят детекторы флуориметрические, должно быть не менее:

- 600:1 для детектора RF-20A;

- 1000:1 для детектора RF-20AXS.

12.3 Проверка критериев соответствия относительного СКО выходного сигнала хроматографа

12.3.1 Для площади пика и времени удерживания, полученных в серии измерений по 11.3 рассчитывают среднее арифметическое значение по формуле

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n X_j, \quad (1)$$

где X_j — j -ое измеренное значение выходного сигнала площади пика или времени удерживания (в единицах величин выходного сигнала детектора по таблице 5);

n — количество измерений.

Рассчитывают значение относительного СКО выходных сигналов по формуле

$$S = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (X_j - \bar{X})^2}. \quad (2)$$

12.3.2 Относительное СКО выходных сигналов не должно превышать значений, указанных в приложении А для измерительных каналов с соответствующими детекторами.

12.4 Определение предела детектирования

12.4.1 Для определения предела детектирования используют среднее арифметическое значение площади пика \bar{X} , полученное в 12.3, и значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала ΔX , полученное по участку хроматограммы перед пиком хроматограммы в ПО LabSolutions.

Предел детектирования рассчитывают по формуле

$$C_{\text{мин}} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G \cdot 60}{\bar{X} \cdot V}, \quad (3)$$

где ΔX – значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала (в единицах величин в соответствии с таблицей 5).

V – скорость потока элюента, см³/мин;

G – масса контрольного раствора ($G = 10^{-9} \cdot C \cdot V_{\text{доз}}$, где C – массовая концентрация стандартного образца в пробе, мг/дм³; $V_{\text{доз}}$ – объем вводимой пробы раствора стандартного образца, мкл.), г;

12.4.2 Значения предела детектирования не должны превышать значений, указанных в приложении А для измерительных каналов с соответствующими детекторами и используемыми стандартными образцами.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки СИ признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на СИ не предусмотрено. Пломбирование СИ не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки СИ признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца СИ или лица, представившего СИ на поверку при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки, информацию о типе и заводском номере детектора (детекторов).

Зав. лабораторией УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

А.В. Собина

Зам. зав. лабораторией УНИИМ - филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

М.Ф. Кузнецова

**Приложение А
(справочное)**

Метрологические характеристики хроматографов жидкостных LC

Таблица А.1 — Измерительные каналы со спектрофотометрическими детекторами SPD-40 (или SPD-40 CL), SPD-40V

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала В, не более	$2 \cdot 10^{-5}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более	$2 \cdot 10^{-4}$
Предел детектирования по кофеину, г/см ³	$3 \cdot 10^{-9}$
Предел детектирования по антрацену, г/см ³	$3 \cdot 10^{-10}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	
– по площади пиков	1,5
– по времени удерживания	1

Таблица А.2 — Измерительные каналы со спектрофотометрическими детекторами с диодной матрицей SPD-M30A (или SPD-M30A CL), SPD-M40

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более SPD-M30A (или SPD-M30A CL) SPD-M40	$4 \cdot 10^{-6}$ $3 \cdot 10^{-5}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более SPD-M30A (или SPD-M30A CL) SPD-M40	$5 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-3}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала с детекторами, %:	
SPD-M30A (или SPD-M30A CL)	
– по площади пиков	1
– по времени удерживания	0,5
SPD-M40	
– по площади пиков	1
– по времени удерживания	0,5
Предел детектирования по кофеину, г/см ³ SPD-M30A (или SPD-M30A CL), SPD-M40	$2 \cdot 10^{-9}$
Предел детектирования по антрацену, г/см ³ SPD-M30A (или SPD-M30A CL), SPD-M40	$3 \cdot 10^{-10}$

Таблица А.3 — Измерительные каналы с рефрактометрическими детекторами RID-20А

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	$5 \cdot 10^{-6}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более	$5 \cdot 10^{-4}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	
- по площади пиков	2
- по времени удерживания	0,5
Предел детектирования по антрацену, г/см ³	$2 \cdot 10^{-7}$
Предел детектирования по кофеину, г/см ³	$1 \cdot 10^{-6}$
Предел детектирования по сахарозе, г/см ³	$2 \cdot 10^{-7}$
Предел детектирования по глюкозе, г/см ³	$2 \cdot 10^{-6}$
Примечание	
Для пересчета результатов измерений из мкВ в ед. рефр. при использовании шкалы чувствительности $1,0 \cdot 10^{-3}$ (RIU/V) следует использовать коэффициент $1,0 \cdot 10^{-9}$ В ⁻¹ , при использовании шкалы чувствительности $1,0 \cdot 10^{-4}$ (RIU/V) — коэффициент $1,0 \cdot 10^{-10}$ В ⁻¹ .	

Таблица А.4 — Измерительные каналы с флуориметрическими детекторами RF-20А, RF-20АХS

Наименование характеристики	Значение
Соотношение сигнал/шум для Рамановского спектра воды, не менее	
RF-20А	600:1
RF-20АХS	1000:1
Предел детектирования по антрацену, г/см ³	
RF-20А	$3,4 \cdot 10^{-12}$
RF-20АХS	$1,5 \cdot 10^{-12}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	
– по площади пиков	3
– по времени удерживания	1

Таблица А.5 — Измерительные каналы с кондуктометрическими детекторами CDD-10АVP

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, мкСм/см, не более	0,004
Дрейф нулевого сигнала, мкСм/см·ч, не более	0,025
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %	
– по площади пиков	5
– по времени удерживания	1
Предел детектирования по хлорид-иону, г/см ³	$5 \cdot 10^{-8}$

Таблица А.6 — Измерительные каналы с детекторами испарительными светорассеяния ELSD-LT II, ELSD-LT III

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов выходного сигнала, мВ, не более – ELSD-LT II – ELSD-LT III	2 1
Дрейф нулевого сигнала, мВ/ч, не более – ELSD-LT II – ELSD-LT III	4 6
Предел детектирования по сахарозе, г/см ³ – ELSD-LT II, ELSD-LT III	1,0·10 ⁻⁷
Предел детектирования по кофеину, г/см ³ – ELSD-LT II, ELSD-LT III	1,0·10 ⁻⁷
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, % ELSD-LT II: – по площади пика – по времени удерживания	5 1,5
ELSD-LT III: – по площади пика – по времени удерживания	4 0,5

**Приложение Б
(обязательное)**

Условия проведения измерений

Таблица Б.1 — Условия проведения измерений. Измерительные каналы с детекторами спектрофотометрическими, спектрофотометрическими с диодной матрицей, рефрактометрическими, кондуктометрическими, испарительными светорассеяния

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Условия определения относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
SPD-40 (или SPD-40 CL) SPD-40V	Длина волны [LAMBDA 1]: 250 нм. Частота опроса (sampling) 100 мс постоянная времени 0,5 с.	Вода (1,0)	Раствор кофеина в воде 20 мг/дм ³	10	Длина волны 272 нм, Частота опроса [sampling] 100 мс постоянная времени 0,5 с. температура кюветы [CELL TEMP]: 40 °С	С обращенной фазой C18 ⁴⁾	вода/ ацетонитрил в объемном соотношении 80%/20% (1,0)
SPD-40 (или SPD-40 CL) SPD-40V	Длина волны [LAMBDA 1]: 250 нм. Частота опроса (sampling) 100 мс постоянная времени 0,5 с.	Вода (1,0)	Раствор антрацена в ацетонириле 1 мг/дм ³	20	Длина волны 250 нм, Частота опроса [sampling] 100 мс постоянная времени 1 с. температура кюветы [CELL TEMP]: 40 °С	С обращенной фазой C18 ⁴⁾	ацетонитрил/ вода в объемном соотношении 80%/20% (1,0)

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
SPD-M30A (или SPD-M30A CL)	<p>Начальная длина волны (initial wavelength) 190 нм, конечная длина волны (final wavelength) 600 нм</p> <p>канал 1 мультихроматограммы: 250 нм, постоянная времени (time constant) 2000 мс, частота опроса (sampling) 2000 мс, температура проточной кюветы: +40 °С</p> <p>ширина полосы пропускания (Bandwidth) ±4 нм, ширина щели (slit width) 8 нм, разрешение (resolution) 512</p> <p>опорная длина волны (reference wavelength) 350 нм</p> <p>ширина полосы опорной волны (reference wavelength bandwidth) ±40 нм</p>	Вода (1,0)	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм ³	5	<p>Начальная длина волны (initial wavelength) 190 нм, конечная длина волны (final wavelength) 600 нм</p> <p>канал 1 мультихроматограммы (retrievable wavelength): 250 нм,</p> <p>постоянная времени (time constant) 240 мс, частота опроса (sampling) 240 мс, температура проточной кюветы 40 °С, ширина полосы пропускания (Bandwidth) ±4 нм, ширина щели (slit width) 8 нм, разрешение (resolution) 512</p>	С обращенной фазой C18 ⁴⁾	ацетонитрил/ вода в объемном соотношении 80%/20% (1,0)

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
SPD-M30A (или SPD-M30A CL)	Начальная длина волны (initial wavelength) 190 нм, конечная длина волны (final wavelength) 600 нм канал 1 мультихроматограммы: 250 нм, постоянная времени (time constant) 2000 мс, частота опроса (sampling) 2000 мс, температура проточной кюветы: +40 °С ширина полосы пропускания (Bandwidth) ±4 нм, ширина щели (slit width) 8 нм, разрешение (resolution) 512 опорная длина волны (reference wavelength) 350 нм ширина полосы опорной волны (reference wavelength bandwidth) ±40 нм	Вода (1,0)	Раствор кофеина в воде, 10 мг/дм ³	10	Начальная длина волны (initial wavelength) 190 нм, конечная длина волны (final wavelength) 600 нм канал 1 мультихроматограммы (retrievable wavelength): 272 нм, постоянная времени (time constant) 2000 мс, частота опроса (sampling) 240 мс, температура проточной кюветы 40 °С, ширина полосы пропускания (Bandwidth) ±4 нм, ширина щели (slit width) 8 нм, разрешение (resolution) 512	С обращенной фазой C18 ⁴⁾	вода/ацетонитрил в объемном соотношении 80%/20% (1,0)
SPD-M40	Начальная длина волны	Вода (1,0)	Раствор кофеина	20	Начальная длина волны	С обращенной	вода /

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
	(initial wavelength) 190 нм, конечная длина волны (final wavelength) 800 нм канал 1 мультихроматограммы: 250 нм, постоянная времени (time constant) 2000 мс, частота опроса (sampling) 2000 мс, температура проточной кюветы: +40 °С ширина полосы пропускания (Bandwidth) ±4 нм, ширина щели (slit width) 8 нм, разрешение (resolution) 512 опорная длина волны (reference wavelength) 350 нм ширина полосы опорной волны (reference wavelength bandwidth) ±40 нм		в воде, 20 мг/дм ³		(initial wavelength) 190 нм, конечная длина волны (final wavelength) 400 нм канал 1 мультихроматограммы (retrievable wavelength): 272 нм, постоянная времени (time constant) 320 мс частота опроса (sampling) 320 мс, температура проточной кюветы: +40 °С ширина полосы пропускания (Bandwidth) ±4 нм, ширина щели (slit width) 8 нм, разрешение (resolution) 512	фазой C18 ⁴⁾	ацетонитрил в объемном соотношении 80/20% (1,0)
SPD-M40	Начальная длина волны	Вода (1,0)	Раствор	5	Начальная длина волны	С обращенной	ацетонитрил/

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
	(initial wavelength) 190 нм, конечная длина волны (final wavelength) 800 нм канал 1 мультихроматограммы: 250 нм, постоянная времени (time constant) 2000 мс частота опроса (sampling) 2000 мс, температура проточной кюветы: +40 °С ширина полосы пропускания (Bandwidth) ±4 нм, ширина щели (slit width) 8 нм, разрешение (resolution) 512 опорная длина волны (reference wavelength) 350 нм ширина полосы опорной волны (reference wavelength bandwidth) ±40 нм		антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм ³		(initial wavelength) 190 нм, конечная длина волны (final wavelength) 600 нм канал 1 мультихроматограммы (retrievable wavelength): 250 нм, постоянная времени (time constant) 240 мс частота опроса (sampling) 240 мс, температура проточной кюветы: +40 °С ширина полосы пропускания (Bandwidth) ±4 нм, ширина щели (slit width) 8 нм, разрешение (resolution) 512	фазой C18 ⁴⁾	вода в объемном соотношении 80%/20% (1,0)

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
RID-20A	<p>Режим работы детектора «Analytical» Время отклика (response): 1,5 с, Частота опроса (sampling): 500 мс температура кюветы: +40 °С</p> <p>Кюветы сравнения и измерительная заполнены водой поток должен быть выключен.</p> <p>шкала чувствительности [AUX RANGE]: 1 (100 · 10⁻⁶ В)</p>	Вода (без потока элюента)	<p>Раствор антрацена в ацетонитриле 100 мг/дм³</p>	20	<p>Режим работы детектора «Analytical» Время отклика (response): 1,5 с, Частота опроса (sampling): 500 мс температура кюветы: +40 °С</p> <p>шкала чувствительности [AUX RANGE]: 1 (100 · 10⁻⁶ В)</p>	С обращенной фазой C18 ⁴⁾	<p>ацетонитрил/ вода в объемном соотношении 80%/20% (1,0)</p>
			<p>Раствор кофеина в воде, 250 мг/дм³</p>	10	<p>Режим работы детектора «Analytical» Время отклика (response): 1,5 с, Частота опроса (sampling): 100 мс температура кюветы: +40 °С</p> <p>шкала чувствительности [AUX RANGE]: 2 (1000 · 10⁻⁶ В)</p>		

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
RID-20A	<p>работы детектора «Analytical» Время отклика (response): 1,5 с, Частота опроса (sampling): 500 мс температура кюветы: +40 °С</p> <p>Кюветы сравнения и измерительная заполнены водой</p>	Вода (без потока элюента)	Раствор сахарозы в воде 200 мг/дм ³	20	<p>Режим работы детектора «Analytical» Время отклика (response): 1,5 с, Частота опроса (sampling): 100 мс температура ячейки: +40 °С</p> <p>шкала чувствительности [AUX RANGE]: 2 (1000 · 10⁻⁶ В)</p>	С нормальной фазой с привитыми аминогруппами ⁵⁾	вода / ацетонитрил в объемном соотношении 80/20% (1,0)
RID-20A	<p>поток должен быть выключен.</p> <p>шкала чувствительности [AUX RANGE]: 1 (100 · 10⁻⁶ В)</p>		Раствор глюкозы в воде 90 мг/дм ³	10	<p>Режим работы детектора «Analytical» Полярность: положительная Время отклика (response) 1,5 с, Частота опроса (sampling) 500 мс Температура ячейки +40 °С температура термостата колонок +40 °С</p>	С нормальной фазой с привитыми аминогруппами ⁵⁾	<p>ацетонитрил/ вода в объемном соотношении 75%/25% (1,0)</p> <p>Изократический режим</p>

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
CDD-10AVP	Режим для проверки детектирования анионов. Без подавления фоновой электропроводности						
	Время отклика (response): 4 (1 с) GAIN1 (усиление): 2 (100 мкСм·см ⁻¹ /В) Температура ячейки: 43 °С	Водный раствор 0,0025 моль/дм ³ фталевой кислоты и 0,0024 моль/дм ³ трисаминметана (рН = 4,0) (1,5)	Раствор хлорид-ионов в воде 10 мг/дм ³	20	Время отклика (response): 4 (1 с) GAIN1 (усиление): 2 (100 мкСм·см ⁻¹ /В) Температура ячейки: 43 °С	Ионообменная колонка, предназначенная для определения анионов методом без подавления фоновой проводимости ⁶⁾	Водный раствор 0,0025 моль/дм ³ фталевой кислоты и 0,0024 моль/дм ³ трисаминметана (рН = 4,0), (1,5)
CDD-10AVP	Режим для проверки детектирования анионов. С подавлением фоновой электропроводности						
	Время отклика (response): 4 (1 с) GAIN1 (усиление): 1 (10 мкСм·см ⁻¹ /В) Температура ячейки: 28 °С	Водный раствор 0,0018 моль/дм ³ карбоната натрия и 0,0017 моль/дм ³ гидрокарбоната натрия (1,0)	Раствор хлорид-ионов в воде, 1 мг/дм ³	20	Время отклика (response): 4 (1 с) GAIN1 (усиление): 1 (10 мкСм·см ⁻¹ /В) Температура ячейки: 33 °С	Ионообменная колонка, предназначенная для определения анионов методом с подавлением фоновой проводимости ⁷⁾	Водный раствор 0,0018 моль/дм ³ карбоната натрия и 0,0017 моль/дм ³ гидрокарбоната натрия (1,0)

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
ELSD-LT II, ELSD-LT III	Температура испарителя: (Evaporator temperature): + 40 °С сифон заполнен подвижной фазой, поток мобильной фазы выключен частота опроса (sampling): 500 мс, усиление (Gain): Wide, фильтр (Filter): 1 с давление газа-распылителя (Nebulizer gas pressure): 350 кПа	Вода (по ток мобильной фазы выключен)	Раствор кофеина в воде, 250 мг/дм ³	20	Температура испарителя: (Evaporator temperature): + 40 °С частота опроса (sampling): 500 мс, усиление (Gain): Wide, фильтр (Filter): 1 с давление газа-распылителя (Nebulizer gas pressure): 350 кПа	С обращенной фазой C18 ⁴⁾	вода / ацетонитрил в объемном соотношении 80%/20% (1,0)
ELSD-LT II, ELSD-LT III	Температура испарителя: (Evaporator temperature): + 35 °С сифон заполнен подвижной фазой, поток мобильной фазы выключен частота опроса (sampling): 500 мс, усиление (Gain): Wide, фильтр (Filter): 3 с давление газа-распылителя (Nebulizer gas pressure): 350 кПа	вода / ацетонитрил в объемном соотношении 80%/20% (поток мобильной фазы выключен)	Раствор сахарозы в воде, 200 мг/дм ³	20	Температура испарителя: (Evaporator temperature): + 35 °С частота опроса (sampling): 500 мс, усиление (Gain): 7, фильтр (Filter): 3 с давление газа-распылителя (Nebulizer gas pressure): 350 кПа	С нормальной фазой с привитыми аминогруппами ⁵⁾	вода / ацетонитрил в объемном соотношении 80%/20% (1,0)

Примечания:

¹⁾ В том случае, если используют другой объем вводимой пробы (например, если установлена петля другой вместимости), допускается

Продолжение таблицы Б.1

Детектор	Условия определения флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала		Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Параметры детектора	Элюент (скорость потока, см ³ /мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
соответствующим образом изменить концентрацию контрольного раствора.							
²⁾ Допускается использовать другой элюент при условии, что значение фактора удерживания (k') будет не менее 2. $k' = (t_R - t_0)/t_0$, где t_R – время удерживания анализируемого компонента; t_0 – время элюирования неудерживаемого компонента (мертвое время).							
³⁾ Допускается использовать другую скорость потока при определении относительного СКО выходных сигналов, если выбранная для проверки хроматографическая колонка не предназначена для использования при указанной скорости.							
⁴⁾ Shim-pack XR-ODSIII 150x2.0, или Shim-pack XR-ODSIII 50x2.0 или Shim-pack VP-ODS 150x4.6 мм, 5 мкм или аналогичная. Колонка выбирается исходя из конфигурации хроматографа и рабочего давления.							
При наличии термостата колонок устанавливаются температуру 40 °С.							
⁵⁾ Shim-pack GIST NH2 (250 mm × 4.6 mm I.D., 5 μm) или аналогичная. Колонка выбирается исходя из конфигурации хроматографа и рабочего давления.							
При наличии термостата колонок устанавливаются температуру 40 °С.							
⁶⁾ Shim-pack IC-A3 150x4.6 мм, 5 мкм, Shodex IC I-524A 100x4.6mm или аналогичная. Колонка выбирается исходя из конфигурации хроматографа и рабочего давления.							
⁷⁾ Shim-pack IC-SA3 250x4.0 мм, 5 мкм или аналогичная. Колонка выбирается исходя из конфигурации хроматографа и рабочего давления.							

Таблица Б.2 — Условия проведения измерений. Измерительные каналы с детекторами флуориметрическими

Детектор	Определение относительного СКО выходных сигналов, предела детектирования				
	Контрольный раствор, массовая концентрация	Объем вводимой пробы, мкл ¹⁾	Параметры детектора	Хроматографическая колонка	Подвижная фаза ²⁾ (скорость потока ³⁾ , см ³ /мин)
RF-20A RF-20AXS	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм ³	5	Длина волны возбуждения [EX]: 250 нм. Длина волны эмиссии [EM]: 400 нм. Усиление [Gain]: 1 (x1) Частота выборки (sampling rate): 100 мс	С обращенной фазой C18 ⁴⁾	ацетонитрил /вода в объемном соотношении

			Нач. длина волны спектра [EM SCAN BGN]: 350 нм Конеч. длина волны спектра [EM SCAN END]: 450 нм Уровень чувствительности [SENS]: 2 (MED). Отклик [RESPONSE]: 3 (0,5 с). температура ячейки (cell temperature): +40 °С		и 80%/20% (1,0)
--	--	--	---	--	--------------------

Примечание

¹⁾ В том случае, если используют другой объем вводимой пробы (например, если установлена петля другой вместимости), допускается соответствующим образом изменить концентрацию контрольного раствора.

²⁾ Допускается использовать другой элюент при условии, что значение фактора удерживания (k') будет не менее 2. $k' = (t_R - t_0)/t_0$, где t_R – время удерживания анализируемого компонента; t_0 – время элюирования неудерживаемого компонента (мертвое время).

³⁾ Допускается использовать другую скорость потока при определении относительного СКО выходных сигналов, если выбранная для поверки хроматографическая колонка не предназначена для использования при указанной скорости.

⁴⁾ Shim-pack XR-ODSIII 150x2.0, или Shim-pack XR-ODSIII 50x2.0 или Shim-pack VP-ODS 150x4.6 мм, 5 мкм или аналогичная. Колонка выбирается исходя из конфигурации хроматографа и рабочего давления.

При наличии термостата колонок устанавливают температуру 40 °С.

Приложение В
(рекомендуемое)
Методика приготовления контрольных растворов

В.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- В.1.1 Стандартные образцы (СО) согласно п. 4.1.
В.1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011, класс точности I (специальный), поверочный интервал 1 мг.
В.1.3 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-25, ГОСТ 29169-91.
В.1.4 Стаканы В-1-50ТС, ГОСТ 25336-82.
В.1.5 Вода для лабораторного анализа (степень чистоты 1 по ГОСТ Р 52501-2005 или деионизованная (деионизированная) вода с удельным сопротивлением не менее 15 МОм·см, далее по тексту при описании методик приготовления контрольных растворов — вода).

В.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА ГЛЮКОЗЫ

- В.2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией глюкозы в воде 90 мг/дм³.
В мерную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1 см³ ГСО 11683-2021 с индексом РГ-3. Доводят раствором подвижной фазы (Ацетонитрил:вода в объемном соотношении 75%/25% или элюент подходящий для используемой колонки) до метки. Раствор перемешивают.
В.2.2 Срок хранения раствора в холодильнике – 1 неделя.

В.3 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА САХАРОЗЫ

- В.3.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией сахарозы в воде 200 мг/дм³.
Взвешивают в стакане 2 г ±1 мг ГСО 10670-2015 с индексом САХАРОЗКА 10, добавляют в стакан 25 см³ воды. Раствор перемешивают. Рекомендуется использовать для растворения ультразвуковую баню.
Полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки, перемешивают.
В.3.2 Срок хранения раствора в холодильнике – 1 неделя.
Перед вводом в хроматограф необходимое количество полученного раствора отфильтровывают через одноразовый мембранный диск-фильтр с диаметром пор не менее 0,45 мкм в виалу на 1,5 см³ с завинчивающейся крышкой и септой.

В.4 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ КОФЕИНА

- В.4.1 Приготовление исходного раствора.
Навеску СО состава кофеина (Кфн СО УНИИМ) (ГСО 11872-2022) массой 250 мг взвешивают в стакане. Добавляют в стакан 25 см³ воды, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем раствора до метки водой. Раствор перемешивают.
В.4.2 Приготовление раствора кофеина в воде с массовой концентрацией 250 мг/дм³.
Аликвоту 10 см³ исходного раствора, приготовленного по В.4.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем раствора водой до метки. Раствор перемешивают.
В.4.3 Приготовление раствора кофеина в воде с массовой концентрацией 20 мг/дм³.

Аликвоту 2 см^3 исходного раствора, приготовленного по В.4.1, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 . Доводят объем раствора водой до метки. Раствор перемешивают.

В.4.4 Приготовление раствора кофеина в воде с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

Аликвоту 1 см^3 исходного раствора, приготовленного по В.4.1, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 . Доводят объем раствора водой до метки. Раствор перемешивают.

В.5 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ АНТРАЦЕНА В АЦЕТОНИТРИЛЕ

В.5.1 Приготовление раствора антрацена с массовой концентрацией 1 мг/дм^3 .

Пипеткой вместимостью 1 см^3 помещают 1 см^3 ГСО 8749-2006 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят раствором подвижной фазы (ацетонитрил/вода в объемном соотношении 80%/20%) до метки, перемешивают. 5 см^3 полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 10 см^3 , доводят раствором подвижной фазы (ацетонитрил/вода в объемном соотношении 80%/20%), до метки, перемешивают.

В.5.2 Приготовление раствора антрацена с массовой концентрацией 100 мг/дм^3 .

В вialsу вместимостью 4 см^3 с завинчивающейся крышкой пипеткой вместимостью 1 см^3 прибавляют 1 см^3 ГСО 8749-2006 к 1 см^3 подвижной фазы состава ацетонитрил/вода в объемном соотношении 80%/20%. Рекомендуется использовать подвижную фазу, собранную из выходного сливного капилляра рефрактометрического детектора после выхода на рабочий режим. Для испарительного детектора светорассеяния рекомендуется использовать подвижную фазу, собранную из входного капилляра детектора.

В.6 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ ХЛОРИД-ИОНОВ

В.6.1 Приготовление раствора хлорид-ионов с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 .

Аликвоту 1 см^3 ГСО 7813-2000 переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , доводят объем раствора до метки водой. Раствор перемешивают.

В.6.2 Приготовление раствора хлорид-ионов с массовой концентрацией 1 мг/дм^3 .

Аликвоту 10 см^3 раствора хлорид-ионов, приготовленного по В.6.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят объем раствора до метки водой, раствор перемешивают.