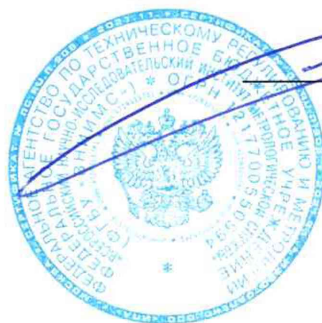


ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ»
(ФГБУ «ВНИИМС»)

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ «ВНИИМС»



А.Е. Коломин
М.п.
«06» декабря 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные FCI-HPLC-2100

Методика поверки

МП 205-24-2023

Москва 2023 г.

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные FCI-HPLC-2100 (далее – хроматографы), изготовленные фирмой "Shaanxi Far-Citech Instrument & Equipment Co., Ltd.", Китай, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Прослеживаемость поверяемого СИ обеспечивается посредством применения ГСО:

- к единице массы (кг) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы, утвержденной Приказом Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 3-2020;

- к единице объема (м³) в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной Приказом Росстандарта от 26.09.2022 г. № 2356, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 216-2018;

- к единице массовой доли (%) компонентов в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной Приказом Росстандарта от 10.06.2021 г. № 988, подтверждающей прослеживаемость к государственному первичному эталону ГЭТ 208-2019.

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

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

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

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной	периодической
1 Внешний осмотр	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке средства измерений	8	Да	Да ¹⁾
3 Проверка программного обеспечения средства измерений	9	Да	Да ¹⁾
4 Опробование средства измерений:	10	Да	Да ¹⁾
– определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	10.1	Да	Да ¹⁾
– определение отношения сигнал/шум для Рамановского спектра воды для хроматографов с флуориметрическим детектором	10.2	Да	Да ¹⁾
– определение предела детектирования	10.3	Да	Да ¹⁾
5 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям:	11	Да	Да ¹⁾
– определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	11.1	Да	Да ¹⁾
– определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа	11.2	Да	Да ¹⁾
– определение показателей точности результатов измерений	11.3	Да	Да ²⁾

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной	периодической
6 Оформление результатов поверки	12	Да	Да
¹⁾ При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09. ²⁾ При наличии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.			

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

2.3 Поверка по отдельному измерительному каналу (детектору) в соответствии с порядком, утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», проводится на основании письменного заявления владельца средства измерений или лица, предоставившего его на поверку.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|---------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от +18 до +25 |
| - атмосферное давление, кПа | 84,0 до 106,7 |
| - относительная влажность воздуха, % | от 40 до 80 |

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

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

Для получения экспериментальных данных допускается участие сервис-инженера или оператора, обслуживающего хроматограф.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

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

Таблица 2 - Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
3.1	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 25 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 80 % с абсолютной погрешностью не более ± 3 %</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне измерений от 84,0 до 106,7 кПа с абсолютной погрешностью не более ± 3 кПа.</p>	<p>Барометр-анероид БАММ-1, рег. № 5738-76.</p> <p>Прибор комбинированный TESTO мод. 608-H1, рег. № 53505-13.</p>

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
10.1, 10.2	Средства измерений времени в диапазоне измерений от 0 до 60 мин с абсолютной погрешностью не более ± 5 с	Секундомер механический СОСпр-36-2-000, рег. № 83109-21
8.1.1, 10.3, 11.1, 11.2	Контрольный раствор с массовой концентрацией кофеина 10 мг/дм ³ Контрольный раствор с массовой концентрацией кофеина 1 мг/дм ³ Контрольный раствор с массовой концентрацией антрацена 0,002 мг/дм ³	Контрольные растворы, приготовленные по методике, приведенной в приложении А, приготовленные из: ГСО 8749-2006, ГСО 11872-2022
Вспомогательные средства поверки: Колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74 Пипетки градуированные 1-2-2-0,5, 1-2-2-1, ГОСТ 29227-91 Пипетки с одной отметкой 1-2-10, ГОСТ 29169-91 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84 Вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144-2018		

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

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

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

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

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают

- соответствие комплектности поверяемого хроматографа требованиям эксплуатационной документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.1.1 Готовят контрольные растворы, указанные в таблице 2. Методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

8.1.2 Хроматограф готовят к работе в соответствии с руководством по эксплуатации.

8.1.3 Для определения предела детектирования, относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы используют аналитическую колонку размером 150x3,9 мм, заполненную сферическим силикагелем с эффективным диаметром частиц 5 мкм и химически модифицированной поверхностью октадецильными группами (С18).

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Запускают ПО хроматографа. В открывающемся окне высвечивается наименование ПО и номер версии. Идентификационные данные ПО должны соответствовать приведенным в таблице 3

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	FARcitech
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	V 3.5.0.0
Цифровой идентификатор ПО	-

Результаты операции поверки считают положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют приведенным в таблице 3.

10 ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При опробовании определяют уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала, отношение сигнал/шум для Рамановского спектра воды, предел детектирования.

10.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала хроматографа с детектором (спектрофотометрическим, на диодной матрицей, рефрактометрическим) выполняют после выхода хроматографа на режим при условиях, указанных в РЭ и в таблице 4.

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

Детектор	Спектрофотометрический, на диодной матрицей	Рефрактометрический
Элюент	Ацетонитрил-вода, объемное отношение 80:20	
Скорость потока элюента, см ³ /мин	1	1
Условия	Одноволновой режим с длиной волны детектирования 272 нм	Температура ячейки 35 °С, постоянная времени 1 с, частота сбора данных (Acq Rate) 10 Гц

Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детектора хроматографа можно проводить с установленной аналитической колонкой, указанной в п. 8.1.3, или без аналитической колонки с использованием капилляра с внутренним диаметром 0,127 мм (0,005 дюймов) длиной около 1 м между насосом и инжектором.

Нулевой сигнал регистрируют не менее 30 мин (рекомендуется – 1 час), на шкале с максимальной чувствительностью в координатах «сигнал – время».

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принимают равным амплитуде (h) повторяющихся колебаний нулевого сигнала.

Автоматическое измерение уровня флуктуационных шумов проводят при помощи программного обеспечения по алгоритму «Пик к Пику».

За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение нулевого сигнала в течение одного часа при регистрации хроматограммы без ввода пробы. Допускается регистрировать нулевой сигнал в течение 30 мин с последующей экстраполяцией. Возможен автоматический расчет дрейфа нулевого сигнала с помощью ПО.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 – Значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Наименование характеристики	Значение характеристики		
	Детектор		
	спектрофотометрический	на диодной матрице	рефрактометрический
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала	$5 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.	$1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.	$1 \cdot 10^{-5}$ ед. рефр.
Дрейф нулевого сигнала	$5 \cdot 10^{-3}$ е.о.п./ч	$1 \cdot 10^{-3}$ е.о.п./ч	$1 \cdot 10^{-4}$ ед. рефр./ч

10.2 Определение отношения сигнал/шум для Рамановского спектра воды для хроматографов с флуориметрическим детектором

Определение отношения сигнал/шум для Рамановского спектра воды хроматографа с флуориметрическим детектором выполняют после выхода хроматографа на режим при условиях, указанных в РЭ и в таблице 6.

Определение можно проводить с установленной аналитической колонкой, указанной в п. 8.1.3, или без аналитической колонки с использованием капилляра с внутренним диаметром 0,127 мм (0,005 дюймов) длиной около 1 м между насосом и инжектором.

Прогревают лампу в течение 1 часа. Заполняют ячейку дегазированной дистиллированной водой. Регистрируют Рамановский спектр воды. Рекомендуемый порядок действий приведен в Приложении Б. Рассчитывают отношение сигнал/шум автоматически. Результат выводится на экран детектора.

Таблица 6 - Условия измерений отношения сигнал/шум для Рамановского спектра (для флуориметрического детектора)

Детектор	Флуориметрический
Элюент	Вода
Скорость потока элюента, см ³ /мин	1
Условия	Начальная длина волны спектра - 350 нм, конечная длина волны спектра - 450 нм. Отклик (Response) - 3 (0,5 с). Уровень чувствительности (Sensitivity) -3 (low). Температура ячейки - 40 °С. Частота сбора данных (Acq Rate) 20 Гц

Результаты операции поверки считают положительными, если значения отношения сигнал/шум для Рамановского спектра не ниже значения, приведенного в таблице 7.

Таблица 7 – Значение отношения сигнал/шум для Рамановского спектра

Наименование характеристики	Значение
Отношение сигнал/шум для Рамановского спектра воды, не менее	1200

10.3 Определение предела детектирования

Определение предела детектирования выполняют после выхода на режим хроматографа, укомплектованного аналитической колонкой, указанной в п. 8.1.3, и детектором (спектрофотометрическим, на диодной матрицей, рефрактометрическим). Контрольные растворы и условия определения предела детектирования и метрологических характеристик приведены в таблице 8.

Предел детектирования (C_{\min}), г/см³, рассчитывают по формуле (1) или (2)

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot C_1 \cdot V}{1000 \cdot H \cdot \mu_{0,5} \cdot \nu} \quad (1)$$

- где C_1 - массовая концентрация контрольного вещества, мг/см³;
 V - объём вводимой пробы, см³;
 ν - скорость потока элюента, см³/мин;
 $\mu_{0,5}$ - ширина пика на половине высоты (рассчитывается программным обеспечением), мин;
 H - высота пика контрольного вещества (е.о.п., ед. рефр, мВ);
 Δx - уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, (е.о.п., ед. рефр., мВ), определенный после выхода хроматографа на режим по п. 10.1.

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

- где C_1 - массовая концентрация контрольного вещества, мг/см³;
 V - объём вводимой пробы, см³;
 ν - скорость потока элюента, см³/мин;
60 - коэффициент пересчета минут в секунды;
 S - площадь пика контрольного вещества (е.о.п.·с, ед. рефр.·с, мВ·с);
 Δx - уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, (е.о.п., ед. рефр., мВ), определенный после выхода хроматографа на режим по п. 10.1.

Таблица 8 - Условия определения предела детектирования и метрологических характеристик

Детектор	Спектрофотометрический, на диодной матрице	Рефрактометрический	Флуориметрический
Элюент	Ацетонитрил-вода, объемное отношение 80:20		
Скорость потока элюента, см ³ /мин	1		
Объем вводимой пробы, см ³	0,02		
Контрольные растворы	Раствор кофеина в элюенте с массовой концентрацией 10 мг/дм ³ (0,01 мг/см ³)	Раствор кофеина в элюенте с массовой концентрацией 1 мг/дм ³ (0,001 мг/см ³)	Раствор антрацена в элюенте с массовой концентрацией 0,002 мг/дм ³ (2·10 ⁻⁶ мг/см ³)
Условия	Одноволновой режим с длиной волны детектирования 272 нм.	Температура ячейки 35 °С, постоянная времени 1 с, частота сбора данных (Acq Rate) 10 Гц	Длина волны возбуждения 250 нм, длина волны испускания 400 нм. Отклик (Response) - 3 (0,5 с).

Детектор	Спектрофотометрический, на диодной матрице	Рефрактометрический	Флуориметрический
			Уровень чувствительности (Sensitivity) -3 (low). Температура ячейки - 40 °С. Частота сбора данных (Acq Rate) 20 Гц

Результаты операции поверки считают положительными, если значения предела детектирования не превышают значений, приведенных в таблице 9.

Таблица 9– Значения предела детектирования и метрологических характеристик

Наименование характеристики	Значение характеристики			
	Детекторы			
	Спектрофотометрический	На диодной матрице	Рефрактометрический	Флуориметрический
Предел детектирования по кофеину, г/см ³ , не более	1·10 ⁻⁸	1·10 ⁻⁸	1·10 ⁻⁷	-
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала при автоматическом/ручном дозировании, %	– времени удерживания	1/2	1/2	1/2
	– площади пика	2/4	2/4	3/4
Пределы допускаемого относительного изменения площади пика за 8 часов непрерывной работы хроматографа при автоматическом/ручном дозировании, %, не более	±4/±5	±4/±5	±4/±5	±4/±5

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала

Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала выполняют на хроматографе, укомплектованном аналитической колонкой. Измерения проводят после выхода хроматографа на режим, с использованием контрольного раствора при условиях, указанных в таблице 8, и в соответствии с руководством по эксплуатации.

Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (площади пиков и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение.

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

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

X_i – значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания) при i -ом измерении;

n – количество измерений.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения относительного СКО выходного сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 9.

11.2 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа

Выполняют операции по 11.1, измерения повторяют через 8 часов непрерывной работы хроматографа.

Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{|\bar{X}_i - \bar{X}|}{\bar{X}_i} \cdot 100, \quad (4)$$

где \bar{X}_i – среднее значение выходного сигнала (площади пика);

\bar{X} – среднее значение выходного сигнала (площади пика) через 8 часов непрерывной работы;

δ – относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы, %.

Результаты операции поверки считают положительными, если значения изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы не превышают значений, приведенных в таблице 9.

11.3 Определение показателей точности результатов измерений

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.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Результаты поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения

единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

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

12.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

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



О.Л. Рутенберг

Инженер 1 категории ФГБУ "ВНИИМС"



Д.Р. Гуммель

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 11872-2022 стандартный образец состава кофеина (Кфн СО УНИИМ) с аттестованным значением массовой доли кофеина от 97,00 % до 99,99 % и границами допускаемой абсолютной погрешности ± 1 % при $P=0,95$.

А.1.2 ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр) с массовой концентрацией антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см³, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ± 2 % (при $P=0,95$).

А.1.3 Колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.4 Пипетки градуированные 1-2-2-1 по ГОСТ 29227-91.

А.1.5 Пипетки с одной отметкой 1-2-10 по ГОСТ 29169-91.

А.1.6 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84; или с аналогичными характеристиками чистоты и оптического поглощения.

А.1.7 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Приготовление контрольных растворов кофеина

А.2.1.1 Приготовление раствора кофеина с массовой концентрацией 100 мг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 0,10 г кофеина, растворяют в элюенте (ацетонитрил : вода с объемным отношением 80 : 20), доводят объем раствора до метки элюентом, перемешивают.

А.2.1.2 Приготовление контрольного раствора кофеина с массовой концентрацией 10 мг/дм³ (0,01 мг/см³).

Пипеткой вместимостью 10 см³ переносят аликвоту объемом 10 см³ раствора кофеина, приготовленного в соответствии с А.2.1.1, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее доводят до метки раствором элюента (ацетонитрил : вода с объемным отношением 80 : 20) и перемешивают.

Контрольный раствор с массовой концентрацией кофеина 10 мг/дм³ используют для определения предела детектирования и метрологических характеристик хроматографов жидкостных FCI-HPLC-2100 с детектором спектрофотометрическим и детектором на диодной матрице.

А.2.1.3 Приготовление контрольного раствора кофеина с массовой концентрацией 1 мг/дм³ (0,001 мг/см³).

Пипеткой вместимостью 1 см³ переносят аликвоту объемом 1 см³ раствора кофеина, приготовленного в соответствии с А.2.1.1, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее доводят до метки раствором элюента (ацетонитрил : вода с объемным отношением 80 : 20) и перемешивают.

Контрольный раствор с массовой концентрацией кофеина 1 мг/дм³ используют для определения предела детектирования и метрологических характеристик хроматографов жидкостных FCI-HPLC-2100 с рефрактометрическим детектором.

А.2.2 Приготовление контрольного раствора антрацена

А.2.2.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена 1 мг/дм³ (1·10⁻³ мг/см³).

0,5 см³ ГСО состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,2 мг/см³ градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки раствором элюента (ацетонитрил : вода с объемным отношением 80 : 20).

А.2.2.2 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией антрацена 0,002 мг/дм³ ($2 \cdot 10^{-6}$ мг/см³)

0,1 см³ раствора с массовой концентрацией антрацена $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см³ градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем до метки раствором подвижной фазы (ацетонитрил : вода с объемным отношением 80 : 20).

Контрольный раствор с массовой концентрацией антрацена $2 \cdot 10^{-6}$ мг/см³ используют для определения метрологических характеристик хроматографов жидкостных FCI-HPLC-2100 с флуориметрическим детектором.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

**РЕКОМЕНДУЕМАЯ ИНСТРУКЦИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ОТНОШЕНИЯ СИГНАЛ/ШУМ РАМАНОВСКОГО СПЕКТРА**

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.

После измерения значения интенсивности пика спектра комбинационного рассеяния воды (около 397 нм) на экране появляется его значение <F=> и предлагается запустить измерения шума и расчет значения сигнал/шум.

Для продолжения нажмите [Enter].

После этого начнется измерение шума в течении 15 минут и начинается обратный отсчет времени.

По окончании на экране высвечивается значение сигнал/шум <S/N=>.