

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора ФГБУ «ВНИИМС»

Ф.В. Булыгин

2024 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные HELICON 1800

Методика поверки

009-44-24 МП

Москва
2024 г.

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные HELICON 1800 (далее – хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодических поверок.

Используемые средства поверки обеспечивают прослеживаемость хроматографов:

ГСО 8749-2006 раствора антрацена в ацетонитриле - к ГПЭ единицы массы - килограмма ГЭТ 3-2020, что обеспечивается посредством использования поверенных средств измерений (весов и мерных колб) через неразрывную цепь поверок в соответствии с ГПС для СИ массы, утвержденной приказом Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г. и ГПС для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной приказом Росстандарта №2356 от 26.09.2022 г.;

ГСО 11683-2021 молярной концентрации глюкозы в растворе – к ГПЭ единицы массы -килограмма ГЭТ 3-2020, в соответствии с ГПС для СИ массы, утвержденной приказом Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г., к ГПЭ единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9}$ до $1,0 \text{ м}^3$ ГЭТ 216 -2018, в соответствии с ГПС для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной приказом Росстандарта №2356 от 26.09.2022 г.; к ГПЭ единицы величины массовой доли компонента (%) ГЭТ 176-2019 единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии, в соответствии с ГПС для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта №148 от 19.02.2021 г.;

ГСО 11872-2022 состава кофеина - к ГПЭ 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 ГПС для средств измерений содержания органических и элементарорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 10.06.2021 г. № 988.

Метод поверки включает применение средств измерений и стандартного образца утвержденного типа, приготовление контрольных растворов с известной концентрацией, определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования, определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Соотношение размерности измеряемых величин в программном обеспечении хроматографов приведено в приложении 1.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование характеристики | Значение |
|---|---|
| Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов, не более: HELICON 1800 UV VIS ($\lambda=273$ нм), Б HELICON 1800 DUV ($\lambda=273$ нм), Б HELICON 1800 PDA ($\lambda=273$ нм), Б HELICON 1800 FLD ($\lambda_{\text{возб.}}=290$ нм, $\lambda_{\text{рег.}}=330$ нм), мВ HELICON 1800 RI, ед.рефр. HELICON 1800 ELSD, В | $1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-4}$ 0,5 $1 \cdot 10^{-8}$ $5 \cdot 10^{-4}$ |
| Дрейф нулевого сигнала детекторов, не более HELICON 1800 UV VIS ($\lambda=273$ нм), Б/ч HELICON 1800 DUV ($\lambda=273$ нм), Б/ч HELICON 1800 PDA ($\lambda=273$ нм), Б/ч HELICON 1800 FLD ($\lambda_{\text{возб.}}=290$ нм, $\lambda_{\text{рег.}}=330$ нм), мВ/ч HELICON 1800 RI, ед.рефр./ч HELICON 1800 ELSD, В/ч | $1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-3}$ 20 $1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-3}$ |
| Предел детектирования, не более HELICON 1800 UV VIS по кофеину, г/см ³ HELICON 1800 DUV по кофеину, г/см ³ HELICON 1800 PDA по кофеину, г/см ³ HELICON 1800 FLD по антрацену, г/см ³ HELICON 1800 RI по глюкозе, г/см ³ HELICON 1800 ELSD по глюкозе, г/см ³ | $1 \cdot 10^{-8}$ $1 \cdot 10^{-8}$ $1 \cdot 10^{-8}$ $1 \cdot 10^{-10}$ $1 \cdot 10^{-7}$ $1 \cdot 10^{-7}$ |
| Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения (ОСКО) результатов измерений детекторов, %: HELICON 1800 UV VIS, HELICON 1800 DUV, HELICON 1800 PDA: - по площади пика - времени удержания HELICON 1800 FLD: - по площади пика - времени удержания HELICON 1800 RI: - по площади пика - времени удержания HELICON 1800 ELSD: - по площади пика - времени удержания | 3,0 1,0 2,0 0,5 2,0 3,0 5,0 3,0 |

1 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 2

Таблица 2

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер пункта методики, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|-----------------------------------|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| 1. Внешний осмотр | Да | Да | 6 |
| 2. Подготовка к поверке и опробо- | Да | Да | 7 |

| Наименование операции поверки | Обязательность выполнения операций поверки при | | Номер пункта методики, в соответствии с которым выполняется операция поверки |
|--|--|-----------------------|--|
| | первичной поверке | периодической поверке | |
| вание | | | |
| 3. Проверка программного обеспечения | Да | Да | 8 |
| 4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | Да | Да | 9 |
| 5. Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала | Да | Да | 9.1 |
| 6. Определение предела детектирования | Да | Да | 9.2 |
| 7. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика, времени удержания) | Да | Да | 9.3 |
| 8. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | Да | Да | 9.4 |
| 9. Оформление результатов поверки | Да | Да | 10 |

1.2 Конструктивно хроматографы выполнены в виде настольных блочных приборов, компоновка которых осуществляется в зависимости от комплекта поставки, состав поверяемого хроматографа указан в паспорте на хроматограф. Поверка хроматографа осуществляется в комплекте поставки, указанной в паспорте на хроматограф.

1.3 На основании письменного заявления владельца хроматографа или лица, предоставившего хроматограф на поверку, оформленного в произвольной форме, в случае наличия нескольких детекторов на поверяемом хроматографе, допускается проведение периодической поверки на меньшем числе детекторов с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106,0
- относительная влажность воздуха, % не более 80

3 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, владеющие методом анализа, знающие принцип действия, конструкцию и правила эксплуатации хроматографов.

Для получения данных допускается участие операторов, обслуживающих хроматограф (под контролем поверителя).

4 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют основные и вспомогательные средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|--|--|--|
| п. 7.2 Проверка условий проведения поверки | Средства измерений температуры окружающего воздуха в диапазоне от 0 до + 50 °С, предел допускаемой погрешности измерений $\pm 0,5$ °С Средства измерений относительной влажности окружающего воздуха в диапазоне от 5 % до 95% предел допускаемой абсолютной погрешности ± 2 %, Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 600 до 1100 мбар предел допускаемой абсолютной погрешности ± 3 мбар | Измеритель комбинированный Testo 176-P1, рег. №48550-11 |
| п. 7.1 Подготовка контрольных растворов – Приложение 2 | Средства измерений переменного объема от 100 до 1000 мкл, предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения фактического объема дозы 1,0 % | Дозаторы пипеточные Eppendorf Research Plus одноканальные с переменным объемом дозирования от 100 до 1000 мкл Рег. №55543-13 |
| п. 9 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям | Средство измерений массы по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с верхним пределом взвешивания 200 г класса точности 1 – специальный | Весы неавтоматического действия CPA225D-0CE, рег. №54391-13 |
| | Средства измерений объема вместимостью 100 мл, 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74 | Колбы мерные вместимостью 100 мл |
| | Средства измерений объема вместимостью 50 мл со шкалой по ГОСТ 25336-82 | Стаканы В-1-50ТС |

| Операции поверки, требующие применение средств поверки | Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для поверки | Перечень рекомендуемых средств поверки |
|---|---|--|
| | СО с аттестованным значением молярной концентрации глюкозы 10 ммоль/дм ³ , допускаемые значения относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3\%$ при $P=0,95$ | ГСО 11683-2021 молярной концентрации глюкозы в растворе (комплект РГ), индекс СО: РГ-3 |
| | СО с аттестованным значением массовой доли кофеина, массовая доля кофеина не менее 97,0%, допускаемые значения абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0\%$ при $P=0,95$ | ГСО 11872-2022 состава кофеина (Кфн СО УНИИМ) |
| | СО с аттестованным значением массовой концентрации антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см ³ , допускаемые значения относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2\%$ при $P=0,95$ | ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр) |
| | Вспомогательное оборудование: | |
| | Метанол «о.с.ч.» по ТУ 20.14.22-003-62112778-2020 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 Колонки для ВЭЖХ/УВЭЖХ типов С-18 и С-18 «Аква» Магнитная мешалка | |
| Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, утвержденного типа стандартные образцы, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице. | | |

5 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации хроматографа.

6 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают:

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

7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

7.1 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы, содержание анализируемых компонентов в которых приведено в таблице 4. Процедура приготовления контрольного раствора приведена в приложении 2.

Таблица 4

| Контрольный раствор | Массовая концентрация анализируемых компонентов, мг/дм ³ | Объем пробы, мкл | Детектор |
|---------------------------------------|---|------------------|---|
| Водный раствор кофеина | 100 | 10 | HELICON 1800 DUV HELICON 1800 UV VIS HELICON 1800 PDA |
| Антрацен в метаноле | 0,01 | 10 | HELICON 1800 FLD |
| Водный раствор глюкозы (раствор РГ-3) | 1801,6 (10 ммоль/л) | 10 | HELICON 1800 RI HELICON 1800 ELSD |

Перед проведением процедуры поверки готовят свежие контрольные растворы.

7.2 Проверяют условия проведения поверки.

7.3 Опробование.

Хроматограф готовят к работе в соответствии с разделом 4 руководства по эксплуатации. Результаты опробования считают положительными, если после выхода на режим не появляются информационные сообщения программного обеспечения, указывающие на возникновение фатальных ошибок.

8 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Метрологически значимым файлом является файл EX-Clarity.exe, расположенный в папке «X:\EX-Clarity\Bin».

Запускают ПО EX-Clarity. Название ПО указано в верхней части открывшегося окна. Открывают вкладку (Помощь)Help/(О программном продукте)About. В открывшемся окне высвечивается номер версии ПО – рисунок 1

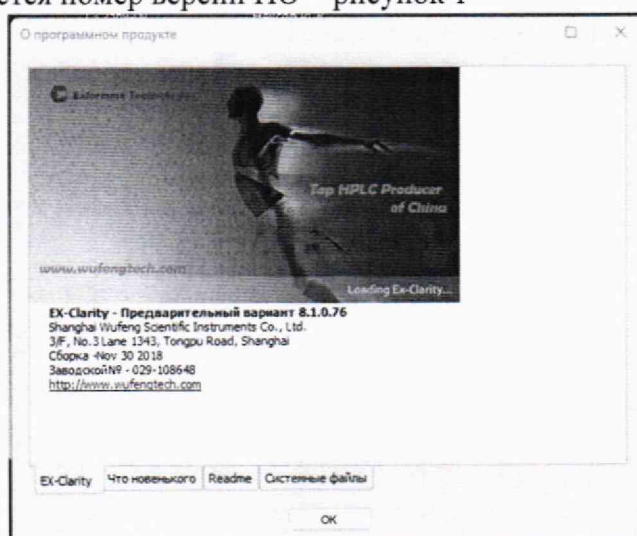


Рисунок 1- Номер версии ПО

Запускают интегрированную среду сценариев Windows PowerShell ISE (Пуск/Windows PowerShell ISE), во вкладке «Команды/Commands» выбирают команду Get-FileHash, в параметрах для «Get-FileHash» в строке «Path*» задают путь к файлу EX-Clarity.exe заключенный в кавычки, в строке «Algorithm» выбирают алгоритм вычисления «MD5». Нажимают кнопку «Запустить/Run» - рисунок 2

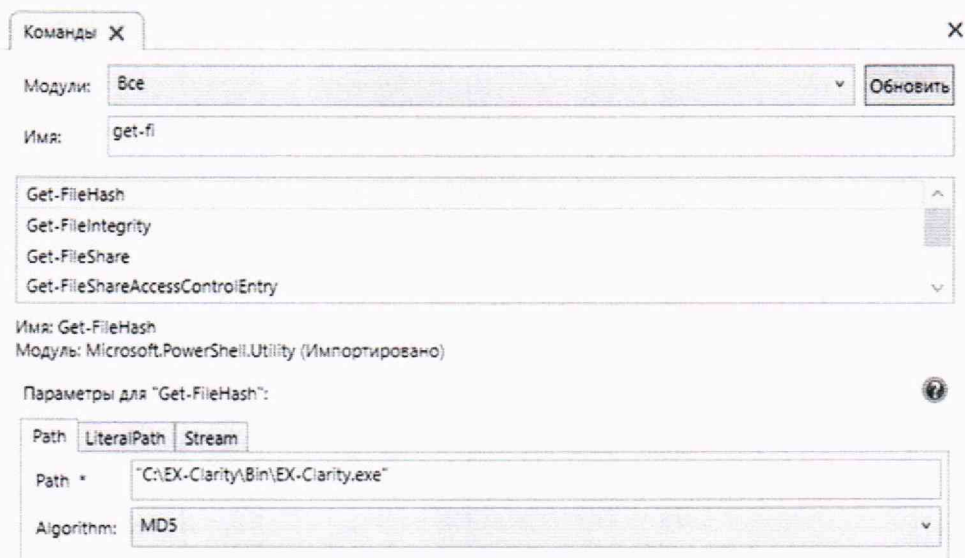


Рисунок 2 – Вычисление контрольной суммы

В окне «Сценарий/Script» выводится цифровой идентификатор ПО (Hash) – рисунок 3.

| Algorithm | Hash | Path |
|-----------|----------------------------------|----------------------------------|
| MD5 | 948DCEA8B502CF9895509428B9322492 | C:\EX-Clarity\Bin\EX-Clarity.exe |

Рисунок 3 – Результат вычисления контрольной суммы метрологически значимого файла EX-Clarity.exe

Цифровой идентификатор ПО должен соответствовать приведенным в таблице 7.

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

9.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

9.1.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала выполняют на детекторах HELICON 1800 UV VIS, HELICON 1800 DUV, HELICON 1800 PDA и HELICON 1800 RI со снятой разделительной колонкой, вместо колонки устанавливают капилляр, на детекторах HELICON 1800 FLD и HELICON 1800 ELSD с подключенной разделительной колонкой. Параметры детекторов, капилляра и разделительных колонкой приведены в таблице 5.

Таблица 5

| Наименование детектора | Параметры детектора | Элюент | Скорость потока, см ³ /мин | Колонка |
|---|---|--------|---------------------------------------|--|
| Детекторы Спектрофотометрические: HELICON 1800 DUV HELICON 1800 UV VIS | Лампа: дейтериевая Частота опроса: 10 Гц Время интегрирования: 10 мс Длина волны: 273 нм | Вода | 1 | Капилляр из стали нержавеющей или PEEK (Рекомендуемые параметры: внутренний диаметр 0,1 мм, длина 4 м), создающий противодавление в диапазоне от 2 |
| Детектор диодно-матричный HELICON 1800 PDA | Лампа: дейтериевая Частота опроса: 10 Гц Постоянная времени: 1 с Длина волны: 273 нм | Вода | | |

| Наименование детектора | Параметры детектора | Элюент | Скорость потока, см ³ /мин | Колонка |
|--|---|---------|---------------------------------------|--|
| Детектор рефрактометрический HELICON 1800 RI | Частота опроса: 0,4 Гц Полярность: нормальная Температура ячейки: 35 °С | Вода | | до 10 МПа на скорости 1 см ³ /мин |
| Детектор флуориметрический HELICON 1800 FLD | Длина волны излучения: 290 нм Длина волны детекции: 330 нм | Метанол | | С-18, Температура термостата: 25 °С |
| Детектор светорассеяния HELICON 1800 ELSD | Температура в камере: 70 °С Температура испарителя: 90 °С | Вода | | С-18 «Аква», Температура термостата: 35 °С |

9.1.2 Заполняют элюентом аналитический тракт хроматографа, ожидают выхода хроматографа на режим и стабилизацию базовой линии. Рекомендуемое время стабилизации не менее 6 часов.

9.1.3. Обнуляют сигнал детектора и проводят запись хроматограммы без инъекции в течении не менее 90 минут.

9.1.4 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с. За дрейф нулевого сигнала принимают модуль смещения нулевого сигнала в течении 60 минут.

При помощи ПО хроматографа проводят обработку хроматограммы, полученной по п. 9.1.3, в следующей последовательности:

- открывают хроматограмму в модуле ПО, предназначенной для обработки хроматограмм;

- в поле хроматограммы нажимают правую клавишу мыши или в меню «Хроматограмма» («Chromatogram») выбирают «Шум и дрейф» («Noise & Drift»), затем 1) «Оценка шума» («Noise Evaluation») для расчета шума и 2) «Оценка степени увода» («Drift Evaluation») для расчета дрейфа (рисунок 4);

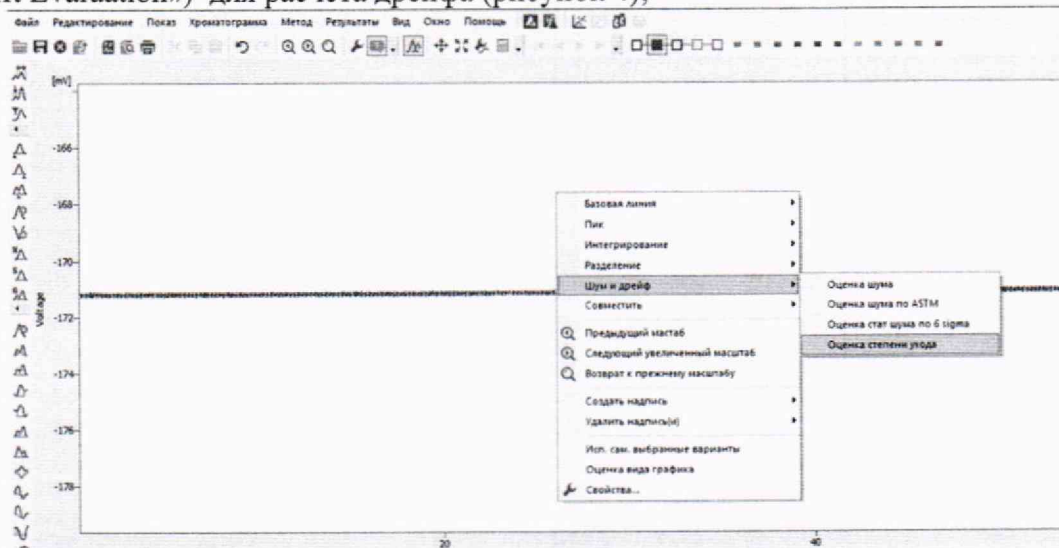


Рисунок 4 – Процедура определения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

- для оценки шума и дрейфа первые 10-20 минут хроматограммы не учитываются;
- выбирают участок на хроматограмме продолжительностью 60 минут, где необходимо провести оценку шума и дрейфа;
- считывают результаты в окне «Результаты» («Results») (Рисунок 5).

| Таблица результатов (Без калибровки - C:\Wufling\испытания\RI\сер. №R.22118803\Nois_Drift_RI - RID) Уровень шума (61.00-61.17 мин): 0.0022 [mV] Уход базовой линии (18.31-79.85 мин): -4.9424 [mV/час] | | | | | | | | | |
|---|---------------------------|-------------------------------|---------------------------|-------------------------------|---------------------------------|---------------------|----------------|----------------|---------------|
| Время уд. [мин] | момент начала [мин] | Момент завершения [мин] | Значение для высоты | Начальное значение [mV] | Значение для конеч. точки | Площадь [mV.сек] | Высота [mV] | Площадь [%] | Высота [%] |
| | | | | | | | | | |

Рисунок 5 – Отображение результатов определения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Записывают в протокол произвольной формы значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала. В качестве значения дрейфа нулевого сигнала принимается модуль смещения уровня нулевого сигнала относительно базовой линии.

9.2 Определение предела детектирования

9.2.1 Предел детектирования определяют с использованием контрольных растворов, приведенных в таблице 4, приготовленных в соответствии с приложением 1 настоящей методики поверки. Измерения проводят с использованием разделительных колонок, указанных в таблице 5.

9.2.2 В зависимости от проверяемого детектора задают параметры измерений, указанные в таблице 6. Ожидают выхода хроматографа на режим и стабилизацию базовой линии не менее 60 минут.

Таблица 6

| Наименование детектора | Параметры детектора | Элюент | Скорость потока, см ³ /мин | Колонка |
|---|---|--------|---------------------------------------|---|
| Детекторы Спектрофотометрические: HELICON 1800 DUV HELICON 1800 UV VIS | Лампа: дейтериевая Частота опроса: 10 Гц Время интегрирования: 10 мс Длина волны: 273 нм | Вода | 0,4 | Капилляр из стали нержавеющей или PEEK (Рекомендуемые параметры: внутренний диаметр 0,1 мм, длина 4 м), создающий противодавление в диапазоне от 2 до 10 МПа на скорости 1 см ³ /мин |
| Детектор диодно-матричный HELICON 1800 PDA | Лампа: дейтериевая Частота опроса: 10 Гц Постоянная времени: 1 с Длина волны: 273 нм | Вода | 0,4 | |
| Детектор рефрактометрический HELICON 1800 RI | Частота опроса: 0,4 Гц Полярность: нормальная Температура ячейки: 35 °C | Вода | 0,4 | |

| Наименование детектора | Параметры детектора | Элюент | Скорость потока, см ³ /мин | Колонка |
|---|---|--------------------------------|---------------------------------------|--|
| Детектор флуориметрический HELICON 1800 FLD | Длина волны излучения: 258 нм Длина волны детекции: 404 нм | Метанол : вода (85 : 15) | 0,4 | С-18, Температура термостата: 25 °С |
| Детектор светорассеяния HELICON 1800 ELSD | Температура в камере: 70 °С Температура испарителя: 90 °С | Вода | 0,4 | С-18 «Аква», Температура термостата: 35 °С |

9.2.3 После выхода хроматографа на режим вводят 10 мм³ контрольного раствора автоматически при помощи блока подготовки и ввода образцов, регистрируют хроматограмму. Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз.

Операцию по вводу контрольных растворов повторяют несколько раз до получения шести достоверных результатов измерений.

9.2.4 Из полученных хроматограмм по п. 9.2.3 рассчитывают предел детектирования C_{min} , г/см³, для контрольного компонента по формуле (1)

$$C_{min} = \frac{2\Delta x C v_{\text{доз}} \cdot 10^{-9} \cdot 60}{\bar{S} V} \quad (1)$$

где Δx – уровень флуктуационных шумов, определенный по п. 9.1.4;
 C – массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм³;
 $v_{\text{доз}}$ – объем введенной пробы контрольного вещества, мм³;
 \bar{S} – среднеарифметическое значение площади пика контрольного вещества;
 V – скорость потока элюента, см³/мин.

Записывают в протокол произвольной формы значения предела детектирования.

9.3 Определение относительного среднего квадратичного отклонения (ОСКО) результатов измерений выходного сигнала (площади пика и времени удержания).

9.3.1 Используя данных хроматограмм полученные по п. 9.2.3 вычисляют относительное среднее квадратичное отклонение значений выходных сигналов по формуле (2):

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

где X_i – i -ое значение выходного сигнала (времени удерживания или площади пика);
 n – число измерений;
 \bar{X} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

Записывают в протокол произвольной формы значения относительного среднее квадратичного отклонения выходных сигналов (площади пика, времени удерживания).

9.4 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

Хроматограф считается прошедшим поверку, если выполняются условия, изложенные в пунктах 9.4.1-9.4.5.

9.4.1 Условия поверки соответствуют п. 2.

9.4.2 Результаты проверки ПО соответствуют приведенным в таблице 7.

Таблица 7 – Идентификационные данные программного обеспечения

| Идентификационные данные (признаки) | Значение |
|--|----------------------------------|
| Наименование программного обеспечения | EX-Clarity |
| Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже | 8.1.0.76 |
| Цифровой идентификатор ПО | 948DCEA8B502CF98955D9428B9322492 |
| Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО | MD5 |

9.4.3 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, не превышает значений, указанных в таблице 1.

9.4.4 Дрейф нулевого сигнала не превышает значений, указанных в таблице 1.

9.4.5 Значения относительного СКО выходного сигнала по площади пика и по времени удерживания не превышают значений, указанных в таблице 1.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1 Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы.

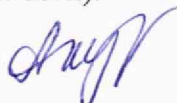
10.2 Положительные результаты поверки хроматографа оформляют в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31.07.2020 г.

10.3 При отрицательных результатах хроматограф признается непригодными к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31.07.2020 г.

10.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

10.5 При наличии письменного заявления владельца или лица, предоставляющего хроматограф на поверку, свидетельство о поверке СИ или извещение о непригодности к применению СИ оформляются на бумажном носителе или в виде электронного документа (при наличии технической возможности).

Начальник лаборатории



Е.В. Кулябина

Ведущий инженер



О.Н. Мелкова

**Приложение 1
(обязательное)**

Соотношение размерности измеряемых величин, отображаемых в программном обеспечении EX-Clarity

| Наименование детектора | Размерность измеряемой величины отображаемой в ПО | Соответствие измеряемых величин |
|---|---|--|
| Детекторы спектрофотометрические HELICON 1800 DUV и HELICON 1800 UV VIS: уровня флуктуационных шумов дрейфа нулевого сигнала площадь пика | mAU mAU/h $mAU \cdot s$ | $1 \cdot 10^{-3} Б$ $1 \cdot 10^{-3} Б/ч$ $1 \cdot 10^{-3} Б \cdot с$ |
| Детектор диодно-матричный HELICON 1800 PDA: уровня флуктуационных шумов дрейфа нулевого сигнала площадь пика | mV mV/h $mV \cdot s$ | $1 \cdot 10^{-3} Б$ $1 \cdot 10^{-3} Б/ч$ $1 \cdot 10^{-3} Б \cdot с$ |
| Детектор флуориметрический HELICON 1800 FLD: уровня флуктуационных шумов дрейфа нулевого сигнала площадь пика | $a.u.$ $a.u./h$ $a.u. \cdot s$ | $1 мВ$ $1 мВ/ч$ $1 мВ \cdot с$ |
| Детектор рефрактометрический HELICON 1800 RI: уровня флуктуационных шумов дрейфа нулевого сигнала площадь пика | mV mV/h $mV \cdot s$ | $1 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр. $1 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр./ч $1 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр.·с |
| Детектор светорассеяния HELICON 1800 ELSD: уровня флуктуационных шумов дрейфа нулевого сигнала площадь пика | mV mV/h $mV \cdot s$ | $1 мВ$ $1 мВ/ч$ $1 мВ \cdot с$ |

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

1. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 Стандартные образцы по п. 4 настоящей методики.
- 1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 200 г.
- 1.3 Колбы мерные наливные 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.
- 1.4 Дозаторы пипеточные Eppendorf Research Plus одноканальные с переменным объемом дозирования от 100 до 1000 мкл.
- 1.5 Метанол «о.с.ч.» по ТУ 20.14.22-003-62112778-2020.
- 1.6 Вода дистиллированная деионизированная по ГОСТ Р 58144-2018.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление контрольного раствора кофеина

2.1.1 Навеску ГСО 11872-2022 массой около 10 мг, взвешенную на весах лабораторных, вносят в мерную колбу вместимостью 100,0 см³, добавляют около 50 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают раствор до полного растворения кофеина. Водой доводят до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию кофеина в растворе, $C_{\text{коф}}$, г/см³, по формуле

$$C_{\text{коф}} = \frac{A_{\text{коф}} \cdot m_{\text{коф}}}{100 \cdot V_{\text{к}}} \quad (1.1)$$

где $m_{\text{коф}}$ – масса ГСО 11872-2022, г;
 $A_{\text{коф}}$ – аттестованное значение массовой доли кофеина в ГСО 11872-2022, %;
 $V_{\text{к}}$ – объем колбы, см³.

2.2 Приготовление контрольного раствора антрацена

2.2.1 Приготовление раствора А с массовой концентрацией антрацена 1 мг/дм³.

2.2.2 Отбирают от ГСО 8749-2006 0,5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³, метанолом доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию антрацена в получившемся растворе А, $C_{\text{антр}}$, г/см³, по формуле

$$C_{\text{антр}} = \frac{A_{\text{антр}} \cdot V_{\text{антр}}}{V_{\text{к}}} \quad (1.2)$$

где $A_{\text{антр}}$ – аттестованное значение массовой концентрации антрацена в ГСО 8749-2006, г/см³;
 $V_{\text{антр}}$ – объем аликвоты, отбираемый от ГСО 8749-2006, см³;
 $V_{\text{к}}$ – объем колбы, см³.

2.2.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией антрацена 0,01 мг/дм³.

2.2.4 Отбирают от раствора А 1,0 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³, метанолом доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию антрацена в получившемся контрольном растворе, $C_{\text{антр}}$, г/см³, по формуле

$$C_{\text{антр}} = \frac{C_{\text{Аантр}} \cdot V_{\text{Аантр}}}{V_{\text{к}}} \quad (1.2)$$

где $V_{\text{Аантр}}$ – объем аликвоты, отбираемый от раствора А, см³;
 $V_{\text{к}}$ – объем колбы, см³.

2.3 Допускается приготовление контрольных растворов, указанных в таблице 4 настоящей методики поверки, путем последовательного разбавления исходных стандартных образцов, используя иной шаг разбавления, при условии соответствия концентрации полученных контрольных растворов таблице 4 настоящей методики поверки.