

**УТВЕРЖДАЮ**

**Заместитель директора  
по производственной метрологии  
ФГУП "ВНИИМС"**



**Н.В. Иванникова**

**27 мая 2019 г.**

**Хроматографы жидкостные JETchrom**

**Методика поверки  
4215-007-53132530МП**

**г. Москва  
2019 г.**

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные JETchrom (далее - хроматографы) устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал - 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 - Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Обязательное проведение операции при проведении поверки	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7.1	Да	Да
Опробование	7.2		
- определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	7.2.2	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение дрейфа нулевого сигнала	7.2.2	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение соотношения сигнал/шум для масс-спектрометрического детектора	7.2.6	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение предела детектирования	7.2.7	Да	Да <sup>1)</sup>
Определение метрологических характеристик:	7.3		
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	7.3.2	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	7.3.3	Да	Да <sup>1)</sup>
- определение показателей точности результатов измерений		Нет	Да <sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> При отсутствии НД на методики измерений (МИ), утвержденных в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009.

<sup>2)</sup> При наличии НД на МИ.

1.2 Допускается проводить первичную поверку хроматографов жидкостных JETchrom с детекторами, входящими в комплект поставки хроматографа, в соответствии с заказом.

1.3 Периодическую поверку хроматографов жидкостных JETchrom допускается проводить на основании письменного заявления владельца с детектором (-ами) и устройствами, с которым (-и) хроматограф эксплуатируется.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 8747-2006 состава раствора хлорид-ионов, массовая концентрация 1,0 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±1 % (при P=0,95);

- ГСО 7775-2000 состава раствора ионов натрия, массовая концентрация 1,0 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±1 % (при P=0,95);

- ГСО 7346-96 состава раствора фенола, массовая концентрация 1,0 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±1 % (при P=0,95);

- ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле, массовая концентрация 0,200 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±5 % (при P=0,95);

- МСО 0389:2002 состава раствора глюкозы, молярная концентрация 10,00 ммоль/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±1 % (при P=0,95) или глюкоза квалификации ч.д.а., ГОСТ 6038-79;

- резерпин ФС № 423267-96 фармакопейный или резерпин CAS 50-55-5, содержание основного вещества не менее 98 %;
- весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1-2011, МАХ (НПВ)- 200 г., MIN (Нмпв) 40 мг;
- колбы мерные вместимостью 50 см<sup>3</sup>; 100 см<sup>3</sup>; 1000 см<sup>3</sup>, 2 класса точности, ГОСТ 1770-74;
- пипетки лабораторные вместимостью 0,5 см<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup>; 5 см<sup>3</sup>; 10 см<sup>3</sup>; 25 см<sup>3</sup>, 2 класса точности, ГОСТ 29227-91 и ГОСТ 29169-91;
- дозатор механический одноканальный вместимостью 200 или 1000 мкл, погрешность дозирования не более 1 %;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84;
- вода деионизованная с удельным сопротивлением не менее 17,7 МОм/см;
- натрий углекислый кислый х.ч., ГОСТ 4201-79;
- натрий углекислый квалификации х.ч., ГОСТ 83-79;
- натрия гидроокись квалификации х.ч., ГОСТ 4328-77;
- кислота серная х.ч., ГОСТ 4204-77;
- кислота ортофосфорная, ч.д.а., d = 1.69 г/см<sup>3</sup>, ГОСТ 6552-80;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

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

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки требования к обеспечению безопасности труда должны соответствовать нормативно-технической документации на хроматограф.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
- атмосферное давление, кПа	от 84 до 106,7
- относительная влажность воздуха, %	от 20 до 90
- напряжение питающей сети переменного тока, В	220 <sup>+10</sup> <sub>-15</sub> %
- частота питающей сети, Гц	50 ± 1

### 5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ

5.1 Поверочные работы, включая обработку результатов, должен проводить специалист, имеющий квалификацию поверителя.

5.2 Поверитель должен быть ознакомлен с эксплуатационной документацией на поверяемый хроматограф.

### 6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Перед проведением поверки выполняют следующие процедуры:

- проводят подготовительные работы в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа, проверяют герметичность системы подачи элюента;
- проводят подготовку колонок в соответствии с эксплуатационной документацией;
- готовят контрольные растворы (методика приготовления контрольных растворов приведена в Приложении А).

## 7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

### 7.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие исполнения и комплектности поверяемого хроматографа требованиям технической документации фирмы-изготовителя;

- четкость маркировки;

- исправность механизмов и крепежных деталей.

Не допускается наличие дефектов, которые могут повлиять на работоспособность хроматографа.

### 7.2 Опробование

7.2.1 Хроматограф подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации. Перед проведением измерений необходимо вывести хроматограф на режим (до стабилизации измеряемых параметров). Для этого через детектор прокачивается поток элюента в течение 1-2 часов. При этом допускается снизить скорость потока до 0,3 – 0,6 см<sup>3</sup>/мин.

7.2.2 Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют при условиях работы хроматографа, указанных в таблице 2. Настройки детектора (-ов) устанавливают в соответствии с разделом 6.2. "Подготовка к поверке" Руководства по эксплуатации для каждого детектора. Определение проводят вручную или при помощи программного обеспечения хроматографа (описано в Руководстве по эксплуатации ПО).

Регистрируют нулевой сигнал в течение не менее 30 мин на шкале с максимальной чувствительностью в координатах сигнал (оптическая плотность, напряжение и т.д.) – время.

Таблица 2 - Условия измерения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор		Условия	
Кондуктометрический JETchrom CD-512	Канал анионов	<b>Настройки</b>	В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.001 РЭ Кондуктометрический детектор JETchrom CD-512
		<b>Элюент</b>	Деионизованная вода; скорость потока 1,5 см <sup>3</sup> /мин
		<b>Колонка</b>	Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.
	Канал катионов	<b>Настройки</b>	В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.001 РЭ Кондуктометрический детектор JETchrom CD-512
		<b>Элюент</b>	Деионизованная вода; скорость потока 1,5 см <sup>3</sup> /мин
		<b>Колонка</b>	Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.
Кондуктометрический CD-512NP	Канал анионов	<b>Настройки</b>	В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.007 РЭ Кондуктометрический детектор CD-512NP
		<b>Элюент</b>	Деионизованная вода; скорость потока 1,5 см <sup>3</sup> /мин
		<b>Колонка</b>	Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.

Детектор		Условия	
	Канал катионов	<b>Настройки</b>	В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.007 РЭ Кондуктометрический детектор CD-512NP
		<b>Элюент</b>	Деионизованная вода; скорость потока 1,5 см <sup>3</sup> /мин
		<b>Колонка</b>	Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.
Электрохимический ECD-217		<b>Настройки</b>	В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.002 РЭ Электрохимический детектор ECD-217
		<b>Элюент</b>	Ацетонитрил/вода (35:65)+ ортофосфорная кислота, масс. доля 0,3 %; скорость потока 1 см <sup>3</sup> /мин
		<b>Колонка</b>	Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.
Спектрофотометрический UVV-105M  Спектрофотометрический UVV-105E  Спектрофотометрический на диодной матрицей JETchrom UVV-107D  Спектрофотометрический на диодной матрицей UVV-109D  Фотометрический многоволновой с фиксированной длиной волны UVV-10A		<b>Настройки</b>	В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" следующих РЭ: - СРДН. 414538.003 РЭ Спектрофотометрический детектор UVV-105M - СРДН. 414538.010 РЭ Спектрофотометрический детектор UVV-105E - СРДН. 414538.004 РЭ Спектрофотометрический детектор на диодной матрицей JETchrom UVV-107 D - СРДН. 414538.032 РЭ Спектрофотометрический детектор на диодной матрицей UVV-109 D - СРДН. 414538.031 РЭ Фотометрический многоволновой детектор с фиксированной длиной волны UVV-10A Длина волны (для всех детекторов) – 254 нм
		<b>Элюент</b>	Ацетонитрил; скорость потока 1 см <sup>3</sup> /мин.
		<b>Колонка</b>	Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.
		<b>Настройки</b>	В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.005 РЭ Флуориметрический детектор FL 122. Длина волны возбуждения 365 нм. Длина волны эмиссии 400 нм.
Флуориметрический FL-122		<b>Элюент</b>	Ацетонитрил; скорость потока 0,5 см <sup>3</sup> /мин.
		<b>Колонка</b>	Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.

Детектор	Условия
Спектрофлуориметрический FL-123М	<b>Настройки</b> В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.006 РЭ Спектрофлуориметрический детектор FL-123М. Длина волны возбуждения 250 нм. Длина волны эмиссии 400 нм.
	<b>Элюент</b> Ацетонитрил; скорость потока 0,5 см <sup>3</sup> /мин.
	<b>Колонка</b> Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.
Спектрофотофлуориметрический FUV-127	<b>Настройки</b> В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.030 РЭ Детектор спектрофотофлуориметрический FUV-127. Длина волны возбуждения (для флуориметрического канала) 365 нм. Длина волны эмиссии (для флуориметрического канала) >400 нм. Длина волны (для спектрофотометрического канала) 254 нм.
	<b>Элюент</b> Ацетонитрил; скорость потока 0,5 см <sup>3</sup> /мин.
	<b>Колонка</b> Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.
Светорассеяния LS-131	<b>Настройки</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.008 РЭ Детектор светорассеяния LS-131.
	<b>Элюент</b> Вода деионизованная; скорость потока 1,0 см <sup>3</sup> /мин. Скорость потока газа 1,6 л/мин.
	<b>Колонка</b> Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.
Рефрактометрический RF-102	<b>Настройки</b> В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.009 РЭ Детектор рефрактометрический RF-102 Ячейка сравнения заполняется деионизованной водой
	<b>Элюент</b> Деионизованная вода; скорость потока 1 см <sup>3</sup> /мин
	<b>Колонка</b> Измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.

7.2.3 Автоматическое измерение уровня флуктуационных шумов проводят по алгоритму "Пик к Пику" и определяют за любой 1 минутный отрезок времени, начиная с 10 (десятой) минуты испытаний.

Вручную уровень флуктуационных шумов ( $\Delta x$ ) определяют как максимальный размах (амплитуду) ( $h$ ) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с. Уровень флуктуационных шумов определяется в милливольтках, с дальнейшим пересчётом в единицы физических величин<sup>1</sup>.

7.2.4 За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение уровня нулевого сигнала в течение 1 (одного) часа при регистрации хроматограммы без ввода пробы. Допускается регистрировать нулевой сигнал в течение 20 мин с последующей экстраполяцией.

Автоматическое измерение дрейфа проводят по алгоритму «Пик к Пику» и определяют за любой 20 минутный отрезок времени, начиная с 10 (десятой) минуты испытаний, и автоматически пересчитывается программой за один час.<sup>1</sup>

7.2.5 Детектор считается выдержавшим поверку, если полученные значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не превышают значений, указанных в таблице 3. Таблица 3 - Значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор		Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала	Дрейф нулевого сигнала
Кондуктометрический JETchrom CD-512		$5 \cdot 10^{-2}$ мкСм/см	0,1 мкСм/(см·ч)
Кондуктометрический CD-512NP		$0,1 \cdot 10^{-3}$ мкСм/см	$1 \cdot 10^{-2}$ мкСм/(см·ч)
Электрохимический ECD-217		0,5 нА	12 нА/ч
Спектрофотометрический UVV-105M		$3 \cdot 10^{-6}$ е.о.п.	$1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Спектрофотометрический UVV-105E		$3 \cdot 10^{-6}$ е.о.п.	$1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Спектрофотометрический на диодной матрице JETchrom UVV-107D		$2 \cdot 10^{-6}$ е.о.п.	$2 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Спектрофотометрический на диодной матрице UVV-109D		$5 \cdot 10^{-6}$ е.о.п.	$1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Фотометрический многоволновой с фиксированной длиной волны UVV-10A		$5 \cdot 10^{-6}$ е.о.п.	$2 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Флуориметрический FL-122		$4 \cdot 10^{-2}$ о.е.ф.	$1,5 \cdot 10^{-1}$ о.е.ф./ч
Спектрофлуориметрический FL-123M		$1 \cdot 10^{-2}$ о.е.ф.	$1 \cdot 10^{-1}$ о.е.ф./ч
Спектрофотоплуориметрический FUV-127	по флуориметрическому каналу	$4 \cdot 10^{-2}$ о.е.ф.	$1,5 \cdot 10^{-1}$ о.е.ф./ч
	по спектрофотометрическому каналу	$5 \cdot 10^{-5}$ е.о.п.	$5 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Светорассеяния LS-131		$1 \cdot 10^{-3}$ В	$2 \cdot 10^{-3}$ В/час
Рефрактометрический RF-102		$2,5 \cdot 10^{-8}$ ед. рефр.	$1 \cdot 10^{-7}$ ед.рефр./час

<sup>1</sup> Коэффициенты пересчёта из мВ в единицы физических величин указаны в Разделе 6.2. «Подготовка к поверке» Руководства по эксплуатации для каждого детектора.

Для кондуктометрических детекторов значение сигнала должно быть скорректировано в соответствии со значением постоянной ячейки (значение  $K_c$ : для JETchrom CD-512 = 22 см, для CD-512NP = 83 см). Формула расчета уровня флуктуационных шумов:  $\Delta X_i = \Delta X_{изм} / K_c$ . Значение дрейфа нулевого сигнала рассчитывают аналогично.

7.2.6 Отношение сигнал/шум для масс-спектрометрического детектора MSD-140 измеряют при условиях, указанных в таблице 5. Вводят пробу контрольного вещества, находят отношение сигнал/шум (S/N) для пика со значением m/z по таблице 5, используя ПО.

Детектор считается выдержавшим испытания, если полученное значение отношения сигнал/шум не менее 200:1.

### 7.2.7 Определение предела детектирования

Предел детектирования определяют с использованием контрольных растворов и условий, указанных в таблице 5.

В хроматограф вводят пробу контрольного вещества, измеряют высоту и ширину пика на половине его высоты или площадь пика (для точности лучше воспользоваться расчетами, производимыми программным обеспечением хроматографа).

Предел детектирования  $C_{\min}$ , в г/см<sup>3</sup> рассчитывают по формуле

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

- где  $C_1$  – массовая концентрация контрольного вещества, мг/см<sup>3</sup>;  
 $V$  – объём вводимой пробы, см<sup>3</sup>;  
 $\nu$  – скорость потока элюента, см<sup>3</sup>/мин;  
 $\mu_{0,5}$  – ширина пика на половине высоты, мин (рассчитывается программным обеспечением), мин;  
 $H$  – высота пика контрольного вещества;  
 $\Delta x$  – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, определенный ранее, после выхода хроматографа на режим;  
 $\Delta x$  и  $H$  – измеряют в мм, мВ, условных единицах либо в единицах физических величин<sup>2</sup>.

Детектор считается выдержавшим поверку, если полученные значения предела детектирования не превышают значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 - Значения пределов детектирования

Детектор	Наименование контрольного вещества	Предел детектирования, г/см <sup>3</sup>
Кондуктометрический JETchrom CD-512	хлорид-ион	5·10 <sup>-9</sup> (с подавлением фоновой электропроводности)
	хлорид-ион	5·10 <sup>-10</sup> (с предварительной концентрированием, с подавлением фоновой электропроводности) <sup>3</sup>
	ион натрия	5·10 <sup>-9</sup>
	ион натрия	5·10 <sup>-10</sup> (с предварительным концентрированием) <sup>3</sup>

<sup>2</sup> Для кондуктометрических детекторов при расчете предела детектирования используются исходные значения  $\Delta x$  и  $H$  (не скорректированные в соответствии со значением постоянной ячейки).

<sup>3</sup> В случае комплектации хроматографа системой концентрирования проб

Детектор		Наименование контрольного вещества	Предел детектирования, г/см <sup>3</sup>
Кондуктометрический CD-512NP		хлорид-ион	5·10 <sup>-10</sup> (с подавлением фоновой электропроводности)
		хлорид-ион	5·10 <sup>-12</sup> (с предварительной концентрированием, с электромембранным подавлением фоновой электропроводности) <sup>3</sup>
		ион натрия	5·10 <sup>-10</sup>
		ион натрия	5·10 <sup>-12</sup> (с предварительной концентрированием, с электромембранным подавлением фоновой электропроводности) <sup>3</sup>
Электрохимический ECD-217		фенол	1·10 <sup>-9</sup>
Спектрофотометрический UVV-105M		фенол	6·10 <sup>-10</sup>
Спектрофотометрический UVV-105E		фенол	6·10 <sup>-10</sup>
Спектрофотометрический на диодной матрицей JETchrom UVV-107D		фенол	1·10 <sup>-8</sup>
Спектрофотометрический на диодной матрицей UVV-109D		фенол	4·10 <sup>-9</sup>
Фотометрический многоволновой с фиксированной длиной волны UVV-10A		фенол	4·10 <sup>-9</sup>
Флуориметрический FL-122		антрацен	5·10 <sup>-10</sup>
Спектрофлуориметрический FL-123M		антрацен	1·10 <sup>-12</sup>
Спектрофото- флуориметрический FUV-127	по флуориметрическому каналу	антрацен	1·10 <sup>-10</sup>
	по спектрофотометрическому каналу	фенол	1·10 <sup>-8</sup>
Светорассеяния LS-131		глюкоза	1·10 <sup>-9</sup>
Рефрактометрический RF-102		глюкоза	1·10 <sup>-7</sup>
		антрацен	1·10 <sup>-7</sup>

Таблица 5 - Условия определения предела детектирования и метрологических характеристик<sup>4</sup>

Детектор		Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы <sup>5</sup> , мкл	Элюент <sup>6</sup>	Условия
Кондуктометрический JETchrom CD-512	Канал анионов	Раствор хлорид-ионов в деионизованной воде, массовая концентрация хлорид-иона $2 \cdot 10^{-4}$ мг/см <sup>3</sup>	Раствор хлорид-ионов в деионизованной воде, массовая концентрация хлорид-иона $1 \cdot 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup>	50	1,7 ммоль NaHCO <sub>3</sub> /1,8 ммоль Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> в деионизованной воде; скорость потока 1,5 см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.001 РЭ. <b>Колонка:</b> Анионообменная Transgenomic ICSeP AN2 250x4,6 мм с подключенной системой подавления фоновой электропроводности (капиллярной или электромембранной). <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии
	Канал катионов	Раствор ионов натрия хлорид в деионизованной воде, массовая концентрация натрий-иона $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup>	Раствор ионов натрия в деионизованной воде, массовая концентрация натрий-иона $2 \cdot 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup>	50	4 ммоль HNO <sub>3</sub> в деионизованной воде; скорость потока 1,5 см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.001 РЭ. <b>Колонка:</b> Катионообменная Shodex YS-50 125x4.6 мм <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии

<sup>4</sup> Допускается использование аналогичных колонок других фирм-изготовителей, типоразмеров и маркировок, при условии, что они не будут ухудшать измеряемые параметры, при этом допускается изменение параметров проведения испытаний (состава элюента, расхода элюента, температуры колонок, времени отклика детектора). Лампы и кюветы рекомендуется использовать стандартные

<sup>5</sup> В случае, если используют другой объем вводимой пробы (например, установлен петлевой дозатор другого объема), допускается соответствующим образом изменить концентрацию контрольного вещества.

<sup>6</sup> Все элюенты должны быть предварительно отфильтрованы (используйте фильтры с порами не более 0,45 мкм). Допускается использование другого элюента, при условии, что значения фактора удерживания будет не менее 2.

Детектор		Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы <sup>5</sup> , мкл	Элюент <sup>6</sup>	Условия
Кондуктометрический CD-512NP	Канал анионов	Раствор хлорид-ионов в деионизованной воде, массовая концентрация хлорид-иона $2 \cdot 10^{-5}$ мг/см <sup>3</sup>	Раствор хлорид-ионов в деионизованной воде, массовая концентрация хлорид-иона $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup>	50	15 ммоль NaOH в деионизованной воде; скорость потока 1,5 см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.007 РЭ. <b>Колонка:</b> Анионообменная Transgenomic ICsep AN2 250x4,6 мм с концентрирующей колонкой и подключенной системой подавления фоновой электропроводности (капиллярной или электромембранной) <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии
Кондуктометрический CD-512NP	Канал катионов	Раствор ионов натрия в деионизованной воде, массовая концентрация натрий-иона $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup>	Раствор ионов натрия в деионизованной воде, массовая концентрация натрий-иона $2 \cdot 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup>	50	4 ммоль HNO <sub>3</sub> в деионизованной воде; скорость потока 1,5 см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.001 РЭ. <b>Колонка:</b> Катионообменная Shodex YS-50 125x4,6 мм с концентрирующей колонкой) <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии
Электрохимический ECD-217		Фенол в элюенте, массовая концентрация фенола $5 \cdot 10^{-5}$ мг/см <sup>3</sup>	Фенол в элюенте, массовая концентрация фенола $5 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup>	20	Ацетонитрил/вода (35:65) + ортофосфорная кислота, масс.доля 0,3%;; скорость потока 1 см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.002 РЭ. <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 250x4,6 мм <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии <b>Режим элюирования:</b> изократический

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы <sup>5</sup> , мкл	Элюент <sup>6</sup>	Условия
<p>Спектрофотометрический UVV-105M</p> <p>Спектрофотометрический UVV-105E</p> <p>Фотометрический многоволновой с фиксированной длиной волны UVV-10A</p>	<p>Фенол в ацетонитриле, массовая концентрация фенола <math>1 \cdot 10^{-3}</math> мг/см<sup>3</sup></p>	<p>Фенол в ацетонитриле, массовая концентрация фенола 0,5 мг/см<sup>3</sup></p>	20	<p>Ацетонитрил/вода (35:65) + ортофосфорная кислота, масс.доля 0,3%; скорость потока 1 см<sup>3</sup>/мин</p>	<p><b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.003 РЭ, СРДН. 414538.010 РЭ или СРДН. 414538.031 РЭ  Длина волны 254 нм  <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 250x4,6 мм  <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии  <b>Режим элюирования:</b> изократический</p>
<p>Спектрофотометрический с диодной матрицей JETchrom UVV-107D</p>	<p>Фенол в ацетонитриле, массовая концентрация фенола <math>1 \cdot 10^{-3}</math> мг/см<sup>3</sup></p>	<p>Фенол в ацетонитриле, массовая концентрация фенола 0,5 мг/см<sup>3</sup></p>	20	<p>Ацетонитрил/вода (35:65) + ортофосфорная кислота, масс.доля 0,3%; скорость потока 1 см<sup>3</sup>/мин</p>	<p><b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.004 РЭ  Длина волны 254 нм  <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 250x4,6 мм  <b>Температура колонки:</b> 40°С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии  <b>Режим элюирования:</b> изократический</p>
<p>Спектрофотометрический с диодной матрицей UVV-109D</p>	<p>Фенол в ацетонитриле, массовая концентрация фенола <math>1 \cdot 10^{-3}</math> мг/см<sup>3</sup></p>	<p>Фенол в ацетонитриле, массовая концентрация фенола 0,5 мг/см<sup>3</sup></p>	20	<p>Ацетонитрил/вода (35:65) + ортофосфорная кислота, масс.доля 0,3%; скорость потока 1 см<sup>3</sup>/мин</p>	<p><b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.032 РЭ  Длина волны 254 нм  <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 250x4,6 мм  <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии  <b>Режим элюирования:</b> изократический</p>

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы <sup>5</sup> , мкл	Элюент <sup>6</sup>	Условия
Флуориметрический FL-122	Антрацен в ацетонитриле, массовая концентрация антрацена $1 \cdot 10^{-5}$ мг/см <sup>3</sup>	Антрацен в ацетонитриле, массовая концентрация антрацена $2 \cdot 10^{-4}$ мг/см <sup>3</sup>	20	Ацетонитрил/ вода (80:20); скорость потока 1 см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.005 РЭ. Длина волны возбуждения 365±5 нм Длина волны эмиссии >400 нм <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 250x4,6 мм <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии <b>Режим элюирования:</b> изократический
Спектрофлуориметрический FL-123М	Антрацен в ацетонитриле, массовая концентрация антрацена $1 \cdot 10^{-8}$ мг/см <sup>3</sup>	Антрацен в ацетонитриле, массовая концентрация антрацена $2 \cdot 10^{-4}$ мг/см <sup>3</sup>	20	Ацетонитрил/ вода (80:20); 1 см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.006 РЭ. Длина волны возбуждения 250 нм Длина волны эмиссии 400 нм <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 250x4,6 мм <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии <b>Режим элюирования:</b> изократический

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы <sup>5</sup> , мкл	Элюент <sup>6</sup>	Условия
Спектрофотофлуориметрический FUV-127	Фенол в ацетонитриле, массовая концентрация фенола $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup>	Фенол в ацетонитриле, массовая концентрация фенола $0,5$ мг/см <sup>3</sup>	20	Ацетонитрил/вода (35:65) + ортофосфорная кислота, масс.доля 0,3%; скорость потока $1$ см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> В соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.030 РЭ. Длина волны возбуждения (для флуориметрического канала) $365 \pm 5$ нм Длина волны эмиссии (для флуориметрического канала) $>400$ нм <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 250x4,6 мм <b>Температура колонки:</b> $40$ °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии <b>Режим элюирования:</b> изократический
	Антрацен в ацетонитриле, массовая концентрация антрацена $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup>	Антрацен в ацетонитриле, массовая концентрация антрацена $0,01$ мг/см <sup>3</sup>	20	Ацетонитрил/вода (80:20); скорость потока $1$ см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.030 РЭ. Длина волны (для спектрофотометрического канала) $254$ нм <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 250x4,6 мм <b>Температура колонки:</b> $40$ °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии <b>Режим элюирования:</b> изократический

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы <sup>5</sup> , мкл	Элюент <sup>6</sup>	Условия
Светорассеяния LS-131	Глюкоза в воде, массовая концентрация глюкозы $1,8 \cdot 10^{-1}$ мг/см <sup>3</sup>	Глюкоза в воде, массовая концентрация глюкозы 0,9 мг/см <sup>3</sup>	20	Вода деионизованная; скорость потока 1 см <sup>3</sup> /мин	<p><b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.008 РЭ.</p> <p><b>Колонка:</b> Phenomenex Luna CN 5 мкм 250x4,6 мм или Luna NH2 5 мкм 250x4,6 мм или Rezex RCM 8 мкм 300x7,8 мм</p> <p><b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии – для колонок Luna; 75 °С – для колонки Rezex</p> <p><b>Режим элюирования:</b> изократический</p>
Рефрактометрический RF-102	Глюкоза в воде, массовая концентрация глюкозы $1,8 \cdot 10^{-1}$ мг/см <sup>3</sup>	Глюкоза в воде, массовая концентрация глюкозы 0,9 мг/см <sup>3</sup>	20	Вода деионизованная; скорость потока 1 см <sup>3</sup> /мин	<p><b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.009 РЭ.</p> <p><b>Колонка:</b> Phenomenex Luna CN 5 мкм 250x4,6 мм или Luna NH2 5 мкм 250x4,6 мм или Rezex RCM 8 мкм 300x7,8 мм</p> <p><b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии – для колонок Luna; 75 °С – для колонки Rezex</p> <p><b>Режим элюирования:</b> изократический</p>
	Антрацен в гептане, массовая концентрация антрацена $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup>	Антрацен в гептане, массовая концентрация антрацена 0,1 мг/см <sup>3</sup>	20	Гептан, скорость потока 1 см <sup>3</sup> /мин	<p><b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.009 РЭ.</p> <p><b>Колонка:</b> Phenomenex Luna NH2 5 мкм 250x4,6 мм</p> <p><b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии</p> <p><b>Режим элюирования:</b> изократический</p>

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы <sup>5</sup> , мкл	Элюент <sup>6</sup>	Условия
Масс-спектрометрический MSD-140	Резерпин в ацетонитриле (определение отношения сигнал/шум), массовая концентрация резерпина $1 \cdot 10^{-6}$ мг/см <sup>3</sup>	Резерпин в ацетонитриле, массовая концентрация резерпина $5 \cdot 10^{-6}$ мг/см <sup>3</sup>	1	Ацетонитрил/ вода (70:30); скорость потока 0,4 см <sup>3</sup> /мин	<b>Настройки:</b> в соответствии с Разделом 6.2. "Подготовка к поверке" СРДН. 414538.033 РЭ. m/z 609.3 → m/z 195 <b>Колонка:</b> Phenomenex Luna C18 (2) 5 мкм 150x3 мм <b>Температура колонки:</b> 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии <b>Режим элюирования:</b> изократический

### 7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение метрологических характеристик выполняют на хроматографе, укомплектованном аналитической колонкой с использованием контрольных растворов для определения метрологических характеристик, элюентов и условий, указанных в Таблице 5. Измерения проводят после выхода хроматографа на режим (по стабильности измеряемых параметров).

7.3.2 Определение относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала.

Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (времени удерживания, высоты и площади пика), вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала по формуле

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n},$$

где  $\bar{X}$  - среднее значение выходного сигнала;  
 $n$  - число измерений.

Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) выходного сигнала рассчитывают по формуле

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

где  $\sigma$  - относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, %;

$X_i$  -  $i$ -тое значение параметра выходного сигнала (площади пика, высоты пика и времени удерживания);

$\bar{X}$  - среднее значение параметра выходного сигнала;

$n$  - число измерений.

Хроматограф считается выдержавшим поверку, если полученные значения среднего квадратического отклонения выходного сигнала не превышают значений, указанных в таблице 6. Таблица 6 - Значения относительного СКО выходного сигнала (площади пика, высоты пика и времени удерживания)

Детектор	Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения, %		
	по площади пика	по высоте пика	по времени удерживания
Кондуктометрический JETchrom CD-512	2,5	2,5	0,5
Кондуктометрический CD-512NP	0,5	0,5	0,1
Электрохимический ECD-217	5	6	1
Спектрофотометрический UVV-105M	1	1	0,5
Спектрофотометрический UVV-105E	1	1	0,5
Спектрофотометрический на диодной матрице JETchrom UVV-107D	2	2	0,5

Детектор	Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения, %		
	по площади пика	по высоте пика	по времени удерживания
Спектрофотометрический на диодной матрице UVV-109D	2	2	0,5
Фотометрический многоволновой с фиксированной длиной волны UVV-10A	3	3	0,5
Флуориметрический FL-122	3	3	0,5
Спектрофлуориметрический FL-123M	3	3	0,5
Спектрофотофлуориметрический FUV-127	3	3	0,5
Светорассеяния LS-131	3	3	0,5
Рефрактометрический RF-102	2	2	0,5
Масс-спектрометрический MS-140	7	-	1

7.3.3 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы.

Проводят операции по п.7.3.2. Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по п.7.3.2. Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}_i} \cdot 100,$$

где  $\delta$  – относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы, %;

$\bar{X}_i$  – среднее значение площади пика выходного сигнала;

$\bar{X}$  – среднее значение площади пика выходного сигнала через 8 часов непрерывной работы.

Хроматограф считается выдержавшим поверку, если полученные значения относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы не превышают значений, указанных в таблице 7.

Таблица 7 - Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа

Детектор	Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы, %
Кондуктометрическим JETchrom CD-512	±3
Кондуктометрическим CD-512NP	±1
Электрохимическим ECD-217	±3
Спектрофотометрическим UVV-105M	±2
Спектрофотометрическим UVV-105E	±2
Спектрофотометрическим на диодной матрице JETchrom UVV-107D	±2

Детектор	Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы, %
Спектрофотометрическим на диодной матрице UVV-109D	±2
Фотометрический многоволновой с фиксированной длиной волны UVV-10A	±3
Флуориметрическим FL-122	±3
Спектрофлуориметрическим FL-123M	±3
Спектрофотофлуориметрическим FUV-127	±3
Светорассеяния LS-131	±4
Рефрактометрическим RF-102	±2
Масс-спектрометрический MSD-140	±1

7.4 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ 8.563-09, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

## 8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол произвольной формы.

8.2 Положительные результаты поверки хроматографов оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

8.3 На хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

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



О.Л. Рутенберг

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

## 1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- ГСО 8747-2006 состава раствора хлорид-ионов, массовая концентрация 1,0 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±1 % (при P=0,95);
- ГСО 7775-2000 состава раствора ионов натрия, массовая концентрация 1,0 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±1 % (при P=0,95);
- ГСО 7346-96 состава раствора фенола, массовая концентрация 1,0 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±1 % (при P=0,95);
- ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле, массовая концентрация 0,200 мг/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±5 % (при P=0,95);
- МСО 0389:2002 состава раствора глюкозы, молярная концентрация 10,00 ммоль/см<sup>3</sup>, относительная погрешность ±1% (при P=0,95);
- резерпин ФС № 423267-96 фармакопейный;
- весы лабораторные, НПВ 200 г, класс точности II, ГОСТ Р 53228-2008;
- колбы мерные вместимостью 50 см<sup>3</sup>; 100 см<sup>3</sup>; 200 см<sup>3</sup>, 1000 см<sup>3</sup>, 2 класса точности, ГОСТ 1770-74;
- пипетки лабораторные вместимостью 0,5 см<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup>; 5 см<sup>3</sup>; 10 см<sup>3</sup>; 25 см<sup>3</sup>, 2 класса точности, ГОСТ 29227-91 и ГОСТ 29169-91;
- дозатор механический одноканальный переменного объема на 200 или 1000 мкл, погрешность дозирования не более 1 %.
- ацетонитрил марки УФ-210 нм с УФ поглощением на 200 нм против деионизованной воды, не более 0,050 е.о.п./см;
- вода деионизованная с удельным сопротивлением не менее 17,7 Мом/см;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

## 2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

Действительное значение массовой концентрации контрольного вещества в растворе ( $C_1$ , мг/см<sup>3</sup>) вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_k}$$

где  $C_0$  – массовая концентрация контрольного вещества в аликвоте, мг/см<sup>3</sup>;

$V_0$  – объем аликвоты, использованный для приготовления контрольного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_k$  – общий объем приготовленного контрольного раствора (объем мерной колбы), см<sup>3</sup>.

## 2.1 Приготовление контрольных растворов из ГСО

Пипеткой вместимостью  $V_0$  переносят  $V_0$  раствора с концентрацией  $C_0$  в мерную колбу вместимостью  $V_k$  и доводят содержимое колбы до метки необходимым растворителем.

2.1.1 Приготовление раствора фенола в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,5 мг/см<sup>3</sup>.

Пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> переносят в пробирку 1 см<sup>3</sup> ГСО состава фенола в этаноле с массовой концентрацией 1,0 мг/см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> ацетонитрила и перемешивают.

2.1.2 Приготовление исходного раствора антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией  $2 \cdot 10^{-3}$  мг/см<sup>3</sup>.

Пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> переносят 1 см<sup>3</sup> ГСО состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,2 мг/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом.

2.1.3 Приготовление исходного раствора резерпина в ацетонитриле с массовой концентрацией  $1 \cdot 10^{-2}$  мг/см<sup>3</sup>.

Взвешивают в стакане 10 мг резерпина, добавляют в стакан 25 см<sup>3</sup> ацетонитрила, перемешивают (до полного растворения). Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Ополаскивают стакан ацетонитрилом, переносят раствор в колбу. Доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом.

Таблица 1.1 - Параметры разведения

П.п.	Контрольный раствор	Массовая концентрация контрольного вещества, $C_1$ , мг/см <sup>3</sup>	Массовая концентрация контрольного вещества в аликвотном растворе, $C_0$	Объем аликвоты, $V_0$ , см <sup>3</sup>	Объем приготавливаемого раствора, $V_K$ , см <sup>3</sup>	Растворитель
2.2.1	Раствор хлорид-ионов в деионизованной воде	$1 \cdot 10^{-2}$	1,0 мг/см <sup>3</sup> (ГСО)	1	100	Деионизованная вода
2.2.2	Раствор хлорид-ионов в деионизованной воде	$2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.1)	1	50	Деионизованная вода
2.2.3	Раствор хлорид-ионов в деионизованной воде	$1 \cdot 10^{-3}$	1,0 мг/см <sup>3</sup> (ГСО)	1	1000	Деионизованная вода
2.2.4	Раствор хлорид-ионов в деионизованной воде	$2 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.3)	1	50	Деионизованная вода
2.2.5	Раствор ионов натрия в деионизованной воде	$2 \cdot 10^{-2}$	1,0 мг/см <sup>3</sup> ГСО	1	50	Деионизованная вода
2.2.6	Раствор ионов натрия в деионизованной воде	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup> по натрий-иону (п. 2.2.5)	5	100	Деионизованная вода
2.2.7	Фенол в элюенте	$5 \cdot 10^{-3}$	1,0 мг/см <sup>3</sup> ГСО	1	200	Элюент (Таблица 5)
2.2.8	Фенол в элюенте	$5 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.7)	1	100	Элюент (Таблица 5)
2.2.9	Фенол в ацетонитриле	0,5	1,0 мг/см <sup>3</sup> ГСО	Описано в п. 2.1.1		Ацетонитрил

П.п.	Контрольный раствор	Массовая концентрация контрольного вещества, $C_1$ , мг/см <sup>3</sup>	Массовая концентрация контрольного вещества в аликвотном растворе, $C_0$	Объем аликвоты, $V_0$ , см <sup>3</sup>	Объем приготавливаемого раствора, $V_k$ , см <sup>3</sup>	Растворитель
2.2.10	Фенол в ацетонитриле	$1 \cdot 10^{-3}$	0,5 мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.9)	1	500	Ацетонитрил
2.2.11	антрацен в ацетонитриле	0,01	0,2 мг/см <sup>3</sup> ГСО	0,5	10	Ацетонитрил
2.2.12	Антрацен в ацетонитриле	$1 \cdot 10^{-3}$	0,01 мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.11)	5	50	Ацетонитрил
2.2.13	Антрацен в ацетонитриле	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$ мг/см <sup>3</sup> (п. 2.1.2)	1	10	Ацетонитрил
2.2.14	Антрацен в ацетонитриле	$1 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-4}$ мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.13)	5	100	Ацетонитрил
2.2.15	Антрацен в ацетонитриле	$1 \cdot 10^{-8}$	$1 \cdot 10^{-5}$ мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.14)	0,2	200	Ацетонитрил
2.2.16	Глюкоза в воде	0,9	10 ммоль/дм <sup>3</sup> МСО	5	10	Вода дистиллированная
2.2.17	Глюкоза в воде	$1,8 \cdot 10^{-1}$	0,9 мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.16)	5	25	Вода дистиллированная
2.2.18	Резерпин в ацетонитриле	$5 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-2}$ мг/см <sup>3</sup> (п. 2.1.3)	0,1	200	Ацетонитрил
2.2.19	Резерпин в ацетонитриле	$1 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$ мг/см <sup>3</sup> (п. 2.2.18)	10	50	Ацетонитрил

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Протокол первичной (периодической) поверки № \_\_\_\_\_ от " \_\_\_\_ " \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Хроматографа жидкостного JETchrom

Тип(ы) детектора: \_\_\_\_\_

Заводской номер: \_\_\_\_\_

Принадлежащего: \_\_\_\_\_

Регистрационный номер: \_\_\_\_\_

Методика поверки: \_\_\_\_\_

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С: \_\_\_\_\_

- относительная влажность воздуха, %: \_\_\_\_\_

- атмосферное давление, кПа: \_\_\_\_\_

Средства поверки: \_\_\_\_\_

Внешний осмотр: \_\_\_\_\_

Опробование и определение метрологических характеристик

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение	
	Действительное	По паспорту
Уровень флуктуационных шумов, мВ		
Дрейф нулевого сигнала, мВ		
Предел детектирования, г		
Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, %		
	- по высоте пиков	
	- по площади пиков	
	- по времени удерживания	
Относительное изменение выходного сигнала (площадей пиков) за 8 часов непрерывной работы, %		

Заключение по результатам поверки:

Хроматограф жидкостный JETchrom с детектором признан пригодным (непригодным) к применению

(ненужное вычеркнуть)

(указать причину)

Выдано свидетельство № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Проверку проводил \_\_\_\_\_

(подпись)

(расшифровка подписи)