

**УТВЕРЖДАЮ**

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



**Н.В. Иванникова**

**"18" июня 2020 г.**

Государственная система обеспечения единства измерений

**Хроматограф жидкостный  
Agilent 1260 Infinity  
с рефрактометрическим детектором RID  
Методика поверки**

**МП 205-12-2020**

**г. Москва  
2020 г.**

Настоящая методика поверки распространяется на хроматограф жидкостный Agilent 1260 Infinity с рефрактометрическим детектором RID, зав № DEAA 602731, изготавливаемый фирмой "Agilent Technologies", США, и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – один год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	да	да
2 Опробование	6.2	да	да
3 Проверка идентификационных данных ПО	6.3	да	да
4 Определение метрологических характеристик	6.4		
- определение уровня флуктуационных шумов (постоянная времени 2 с) и дрейфа нулевого сигнала	6.4.1	да	да <sup>1)</sup>
- определение предела детектирования по глюкозе	6.4.2	да	да <sup>1)</sup>
- определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала	6.4.3	да	да <sup>1)</sup>
- определение относительного изменения выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы	6.4.4	да	да <sup>1)</sup>
- определение показателей точности результатов измерений	6.4.5	нет	да <sup>2)</sup>

Примечания:

<sup>1)</sup> При отсутствии нормативной документации на методику измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

<sup>2)</sup> При наличии нормативной документации на методику измерений.

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

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- весы с наибольшим пределом взвешивания 210 г, с пределами абсолютной погрешности взвешивания  $\pm 0,2$  мг по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные наливные 2–100–2 по ГОСТ 1770-74;
- секундомер 2-кнопочный, 2 разряда, диапазон измерений от 0 до 60 мин.
- глюкоза по ГОСТ 975-88.

- термогигрометр электронный, диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 100 %; с пределами абсолютной погрешности измерений не более  $\pm 3,0$  %; диапазон измерений температуры от  $+10$  °С до  $+40$  °С; с пределами абсолютной погрешности измерений не более  $\pm 0,5$  °С.

- барометр-анероид М-110.

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

2.3 Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, ГСО - паспорта.

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С	от 15 до 25
- атмосферное давление, кПа	от 84,0 до 106,7
- относительная влажность воздуха, %	от 30 до 80
- напряжение питания, В	220 <sup>+22</sup> <sub>-33</sub>
- частота напряжения питания, Гц	50 $\pm$ 1.

Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работу хроматографа, должны отсутствовать.

### 4 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

4.1 Подготовку хроматографа к поверке выполняют в соответствии с Руководством по эксплуатации.

4.2 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы глюкозы по методике, указанной в приложении А.

### 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации хроматографа жидкостного Agilent 1260 Infinity с рефрактометрическим детектором RID.

5.2 К проведению поверки допускаются лица, имеющие опыт работы с жидкостными хроматографами, изучившие НД по их эксплуатации и методику поверки, имеющие техническое образование и навыки работы с прибором, имеющие удостоверение поверителя.

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки, включая наличие на хроматографе обозначения (наименования) и заводского номера;

– отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность хроматографа.

Хроматограф считают выдержавшими внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

## 6.2 Опробование

При опробовании хроматографа необходимо проделать следующие операции:

- включить питание прибора;
- осуществить прогрев прибора в соответствии с техническим описанием на прибор;
- установить поток 1 мл/мин и проверить отсутствие течей подвижной фазы в местах соединений;
- удостовериться в стабильности давления подвижной фазы на входе в колонку при скорости потока 1 мл/мин.

Хроматограф допускается к дальнейшей поверке, если результаты тестирования положительные.

## 6.3 Проверка идентификационных данных ПО

Запускают ПО, открывают вкладку HELP INFO и считывают идентификационные данные ПО.

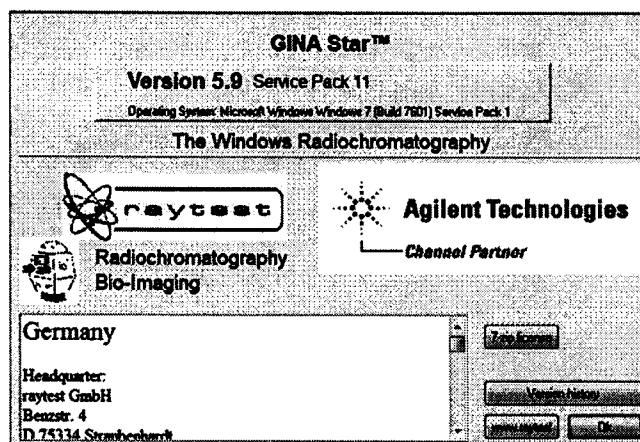


Рисунок 1- Окно с идентификационными данными ПО

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если идентификационные данные соответствуют указанным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Наименования программного обеспечения	GINA Star
Идентификационное наименование ПО	gina_nt.exe
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 5.9 Service Pack 11
Цифровой идентификатор ПО	-
Алгоритм вычисления	-

## 6.4 Определение метрологических характеристик

6.4.1 Определение уровня флуктуационных шумов (постоянная времени 2 с) и дрейфа нулевого сигнала.

Определение производят при условиях, указанных в таблице 3, в помещении при закрытой двери и при выключенном кондиционере.

Таблица 3

Колонка	стальной или полиэтиленовый капилляр (сталь марки 316 или материал РЕЕК) длиной 30-50 см и внутренним диаметром (0,1-0,3) мм
Элюент (Mobile Phase)	дистиллированная вода
Расход элюента (Flow Rate)	1 см <sup>3</sup> /мин
Объем дозирования пробы (Injection Volume)	0,02 см <sup>3</sup>
Температура колонки (Temperature Column)	80 °С
Температура ячейки детектора (Temperature Cell)	30 °С

При определении уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала хроматографическую колонку заменяют на стальной или полиэтиленовый капилляр (сталь марки 316 или материал РЕЕК) длиной 30-50 см и внутренним диаметром (0,1-0,3) мм.

Установить следующие параметры хроматографа:

Нулевой сигнал регистрируется на самом чувствительном диапазоне в течение 1 часа.

Дрейф рассчитывают как максимальное значение одностороннего смещения нулевой линии в течение 1 часа и выражают в ед.рефр./ч.

За уровень флуктуационных шумов принимают максимальную амплитуду повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с при непрерывной записи в течение 15 мин.

Прибор считается выдержавшим поверку, если полученные значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не превышают значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, ед.рефр	Дрейф нулевого сигнала, ед.рефр./ч	Предел детектирования по глюкозе, г/см <sup>3</sup>
1·10 <sup>-8</sup>	6·10 <sup>-7</sup>	5·10 <sup>-6</sup>

#### 6.4.2 Определение предела детектирования по глюкозе.

Предел детектирования определяют при условиях, указанных в НД на хроматограф жидкостный Agilent 1260 Infinity с рефрактометрическим детектором RID. Объем вводимой пробы контрольного раствора глюкозы 0,02 см<sup>3</sup>. Скорость потока элюента 1 см<sup>3</sup>/мин.

В хроматограф вводят пробу контрольного вещества, определяют высоту (h) и ширину пика на половине его высоты ( $\mu_{0,5}$ ) или площадь пика (S).

Предел детектирования рассчитывают по формуле (1)

$$C_{\text{мин}} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G}{h \cdot \mu_{0,5} \cdot V} \text{ или } C_{\text{мин}} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G \cdot 60}{S \cdot V}, \quad (1)$$

где G – масса глюкозы, г;  $G = C \cdot v$  (C – массовая концентрация глюкозы, г/дм<sup>3</sup>, v – объем пробы, дм<sup>3</sup>);

V – скорость потока элюента, см<sup>3</sup>/мин;

$\mu_{0,5}$  – ширина пика на половине высоты, мин;

$\Delta x$  – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, определенный по п.6.4.1, ед.рефр.;

$h$  - значение высоты пика контрольного вещества, ед.рефр.;

$S$  – значение площади пика контрольного вещества, ед.рефр. · с.

Прибор считается выдержавшим поверку, если полученные значения предела детектирования по глюкозе не превышают значений, приведенных в таблице 3.

6.4.3. Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала в изократическом режиме.

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Элюент, колонку и типовое вещество выбирают в соответствии с НД на хроматограф жидкостный Agilent 1260 Infinity и рефрактометрический детектор RID.

Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала  $X_i$  (площади пика, высоты пика и времени удерживания) и вычисляют их среднее арифметическое значение  $\bar{X}$ .

Относительное СКО выходного сигнала (площади пика, высоты пика и времени удерживания)  $\sigma$  вычисляют по формуле (2)

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

где  $\bar{X}$  – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, высоты пика и времени удерживания);

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

$n$  – число измерений.

Полученные значения относительного СКО выходного сигнала ( $\sigma$ ) хроматографа не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5

Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %		Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы, %
площади, высоты пика	времени удерживания	
4	1	±6

6.4.4 Определение относительного изменения выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы

Проводят операции, описанные в разделе 6.4.3. Через 6 часов непрерывной работы повторяют измерения. Относительное изменение выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (3)

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

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

$\bar{X}_t$  – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика), полученное через 6 часов непрерывной работы.

Полученные значения относительного изменения выходного сигнала за 6 часов непрерывной работы хроматографа не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.

6.4.5 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 По результатам поверки хроматографа оформляют протокол произвольной формы (рекомендуемая форма протокола приведена в приложении Б).

7.2 Положительные результаты поверки хроматографа 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.).

7.3 Знак поверки наносится на боковую поверхность хроматографа.

7.4 На хроматограф, не удовлетворяющий 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.И. Рутенберг

**МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА ГЛЮКОЗЫ**

**А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ**

А.1.1 Весы с наибольшим пределом взвешивания 210 г, с пределами абсолютной погрешности взвешивания  $\pm 0,2$  мг по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

А.1.2 Колбы мерные наливные 2–100–2 по ГОСТ 1770-74.

А.1.3 Глюкоза по ГОСТ 975-88.

А.1.4 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

**А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ**

А.2.1 Приготовление контрольного раствора глюкозы с массовой концентрацией  $90 \text{ мг/дм}^3$

Навеску  $(9,0 \pm 0,2)$  мг глюкозы помещают в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Погрешность приготовления раствора  $\pm 2,2 \%$ .



**ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ**

(рекомендуемый)

Хроматограф жидкостный \_\_\_\_\_

Зав. № \_\_\_\_\_

Принадлежит \_\_\_\_\_

ИНН владельца \_\_\_\_\_

Дата выпуска \_\_\_\_\_

Дата поверки \_\_\_\_\_

Условия поверки:

температура окружающего воздуха \_\_\_\_\_ °С;

атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа;

относительная влажность \_\_\_\_\_ %.

Документ, по которому проведена поверка \_\_\_\_\_

Средства поверки \_\_\_\_\_

Результаты внешнего осмотра и опробования \_\_\_\_\_

Результаты проверки соответствия ПО \_\_\_\_\_

**Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала**

Допускаемое значение дрейфа нулевого сигнала, не более	Результат определения значения дрейфа нулевого сигнала	Допускаемое значение уровня флуктуационных шумов, не более	Результат определения уровня флуктуационных шумов
--	--	--	---

**Определение предела детектирования**

Допускаемое значение предела детектирования, не более	Результат определения предела детектирования

Исходные данные для расчета предела детектирования:

Значение шума (размах шумовой полосы): \_\_\_\_\_

Среднее значение площади пика (S): \_\_\_\_\_

Масса контрольного вещества (G) \_\_\_\_\_

V - скорость потока (расход) элюента, см<sup>3</sup>/с \_\_\_\_\_

Определение относительного СКО выходного сигнала ( $S_r$ ) и относительного изменения выходного сигнала ( $\delta$ ) за 6 часов непрерывной работы.

Серия измерений °1		
№ измерения	Время удерживания (t)	Площадь пика (S)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		
6.		

Серия измерений Л		
Г°2		
№ измерения	Время удерживания (t)	Площадь пика (S)
1.		
2.		

Результаты определения относительного СКО выходного сигнала (по площади пика)

Допускаемое значение ( $S_r$ ), %, не более	Результат определения значения ( $S_r$ ), %

Результаты определения относительного СКО выходного сигнала (по времени удерживания)

Допускаемое значение ( $S_r$ ), %, не более	Результат определения значения ( $S_r$ ), %

Результаты определения относительного изменения выходного сигнала ( $\delta$ ) по площади пика

Допускаемое значение ( $\delta$ ), %, не более	Результат определения значения ( $\delta$ ), %

Поверитель: \_\_\_\_\_ (ФИО) \_\_\_\_\_ подпись \_\_\_\_\_ дата \_\_\_\_\_ .