

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»  
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Генеральный директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»



А.Н. Пронин

М.п. 08 12 2022 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные LicArt 62

Методика поверки

МП-242-2513-2022

Руководитель научно-исследовательского  
отдела государственных эталонов  
в области физико-химических измерений

А.В. Колобова

Старший научный сотрудник  
отдела государственных эталонов  
в области физико-химических измерений

М.А. Мешалкин

## 1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные LicArt 62 (далее по тексту - хроматографы) и устанавливает методы и средства их первичной поверки после ввода в эксплуатацию или после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Требования по обеспечению прослеживаемости поверяемого хроматографа к государственным первичным эталонам единиц величин выполняются путем реализации на хроматографе методик измерений с применением стандартных образцов утвержденного типа, прослеживаемых к комплексу государственных первичных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации по ГОСТ 8.735.0-2011 «Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения»:

ГЭТ 217-2018 ГПЭ единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации неорганических компонентов в водных растворах на основе гравиметрического и спектрального методов;

ГЭТ 176-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии;

ГЭТ 196-2019 ГПЭ единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов;

ГЭТ 208-2019 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.

Метод, обеспечивающий реализацию методики поверки – косвенное измерение поверяемым средством значения, воспроизводимого стандартным образцом.

Первичная поверка до ввода в эксплуатацию проводится с теми детекторами, которые входят в состав комплектации хроматографа в соответствии с заказом.

Допускается возможность проведения периодической поверки хроматографа с меньшим количеством детекторов (из числа входящих в его комплектацию).

## 2 Перечень операций поверки

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Проведение операции при поверке		Номер пункта методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной	периодической	
Внешний осмотр	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	8
Проверка соответствия программного обеспечения	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик: - уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала - относительного СКО выходного сигнала - предела детектирования - отношения сигнал/шум <sup>(1)</sup> - относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы	Да	Да	10.1
	Да	Да	10.2
	Да	Да	10.3
	Да	Да	10.4
	Да	Нет	10.5
Подтверждение соответствия хроматографа метрологическим требованиям	Да	Да	11
Примечание: <sup>(1)</sup> выполняется только для хроматографа, оснащенного спектрофлуориметрическим детектором			

## 3 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 17 до 28 °С;
- относительная влажность воздуха не более 75 %.

## 4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 Поверка хроматографов должна проводиться юридическими лицами или индивидуальными предпринимателями, аккредитованными на право оказания услуг в области обеспечения единства измерений, в установленном действующим законодательством порядке.

4.2 К проведению поверки допускаются лица, допущенные к выполнению поверки по данному виду измерений, изучившие методику поверки и руководство по эксплуатации хроматографов, прошедшие инструктаж по технике безопасности в установленном порядке.

## 5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки применяют средства поверки по таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.3 Требования к условиям проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 0 до +50 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне не более 75 %.	Прибор комбинированный Testo 608-N1 (регистрационный номер в ФИФ № 53505-13 или аналогичные)
п.10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы состава раствора антрацена в ацетонитриле (массовая концентрация антрацена: от 0,19 до 0,21 мг/см <sup>3</sup> , относительная погрешность ± 2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ )	Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле ГСО 8749-2006 (массовая концентрация от 0,19 до 0,21 мг/см <sup>3</sup> , границы относительной погрешности ± 2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$ )
	Кондуктометр лабораторный, диапазон измерений не уже чем от 0 до 2 мкСм/см, относительная погрешность не более 5 %	Кондуктометр Profiline модели Cond 3110, рег.№ ФИФ 41927-09, диапазон измерений от 0 до 2 мкСм/см, относительная погрешность ±2 %.
	Вода для лабораторного анализа с удельной электропроводностью не более 0,055 мкСм/см (18Ю2 МОм·см), полученная в результате очистки с помощью любой коммерчески доступной системы очистки воды.	Вода для лабораторного анализа с удельной электропроводностью не более 0,055 мкСм/см (18,2 МОм·см), полученная в результате очистки с помощью любой коммерчески доступной системы очистки воды.

## Продолжение таблицы 2

Приложение А. Приготовление поверочных растворов	Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 см <sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74 Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 5 см <sup>3</sup> любого типа и исполнения по ГОСТ 29227-91 Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 250 см <sup>3</sup> любого исполнения по ГОСТ 1770-74	Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 см <sup>3</sup> по ГОСТ 1770-74 Пипетки градуированные вместимостью 1 и 5 см <sup>3</sup> 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91 любого типа и исполнения Цилиндр мерный вместимостью 250 см <sup>3</sup> 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74 любого исполнения
	Дозаторы пипеточные с диапазоном дозирования от 0,5 до 1000 мкл и относительной погрешностью не более $\pm 10\%$ .	Дозаторы пипеточные электронные, одно- и многоканальные E1-ClipTip (ФИФ №67230-17)
	Ацетонитрил оптическая плотность на длине волны 200 нм не более 0,025	Ацетонитрил по ТУ 2634-002-54260861-2013 торговой марки «Криохром»
	Н-гептан с показателем преломления от 1,3877 до 1,3879	н-гептан эталонный по ГОСТ 25828-83 или гептан для ВЭЖХ

5.2 При проведении поверки используется следующее дополнительное оборудование

5.2.1 Колонки для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), заполненные сорбентом с октадецилсилильными или аминогруппами, например:

- Spursil C18 (4,6 мм, средний размер частиц 5 мкм);
- Platisil NH2 (4,6 мм, средний размер частиц 5 мкм).

5.2.2 Капилляр из материала РЕЕК или стали нержавеющей, позволяющий создать противодействие от 2 до 10 МПа при потоке подачи подвижной фазы (вода - в случае обращенно- фазовых условий и н-гептан - в случае нормально-фазовых) в 1 мл/мин. Рекомендуется использовать капилляр со следующими параметрами: 0,1 (внутр. диаметр) x 4000 мм (длина) либо другой, гарантирующий создание соответствующего противодействия.

5.2.3 Для проведения поверки допускается использовать колонки длиной до 250 мм и внутренним диаметром до 4,6 мм с размером частиц до 5 мкм. Колонка для проведения поверки должна быть подобрана в соответствии с конфигурацией прибора.

5.3. Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых хроматографов с требуемой точностью.

5.4. Все средства измерений, используемые при поверке, должны быть поверены, а стандартные образцы иметь действующие паспорта.

## 6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

При проведении поверки хроматографов следует соблюдать требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок, утвержденных Приказом Минтруда России от 15.12.2020 №

903н, а также требования безопасности, содержащиеся в Руководстве по эксплуатации хроматографов.

## 7 Внешний осмотр

7.1 При внешнем осмотре устанавливают соответствие хроматографов следующим требованиям:

- отсутствие внешних повреждений (трещин, вмятин и др.), влияющих на работоспособность;
- исправность органов управления;
- соответствие маркировки требованиям эксплуатационной документации.

7.2 Хроматографы считают выдержавшими внешний осмотр, если они соответствуют указанным выше требованиям.

## 8 Подготовка к поверке и опробование

### 8.1 Подготовка к поверке

8.1.1 Перед проведением поверки следует изучить Руководство по эксплуатации хроматографа (далее – РЭ) и настоящую методику, а также провести контроль соответствия условий поверки требованиям раздела 3 и обеспечить выполнение требований техники безопасности согласно разделу 6 методики поверки.

8.1.2 Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 5.

8.1.3 Приготавливают поверочные растворы антрацена согласно Приложению А.

8.1.4 Подготавливают хроматограф к работе в соответствии с РЭ. Подключают хроматограф к сети, включают электропитание и прогревают хроматограф в течение 30 мин

8.1.5 Подготавливают к приему данных компьютер и программное обеспечение (далее – ПО) согласно Руководству пользователя программного обеспечения.

**П р и м е ч а н и е** - Допускается проведение проверки соответствия программного обеспечения (см. раздел 9), не дожидаясь окончания времени прогрева хроматографа.

8.1.6 В зависимости от характера подвижной фазы и колонки, используемой при эксплуатации хроматографической системы выбирают для рефрактометрического детектора условия 1 или 2 (Таблица 6).

8.1.7 На рисунке 1 показан пример вида окна ПО с результатами измерений. Под термином площадь пика понимают рассчитанную площадь под кривой сигнала при появлении пика и автоматическом интегрировании в программе обработки. Под термином время удерживания (Время удерживания, RT) понимают время появления хроматографического пика от начала анализа, автоматически посчитанное программой обработки. Под термином «Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала» понимают усредненное значение интенсивности сигнала, автоматически полученное программным обеспечением на отрезке в 15 минут, поделенное участки по 30 секунд.



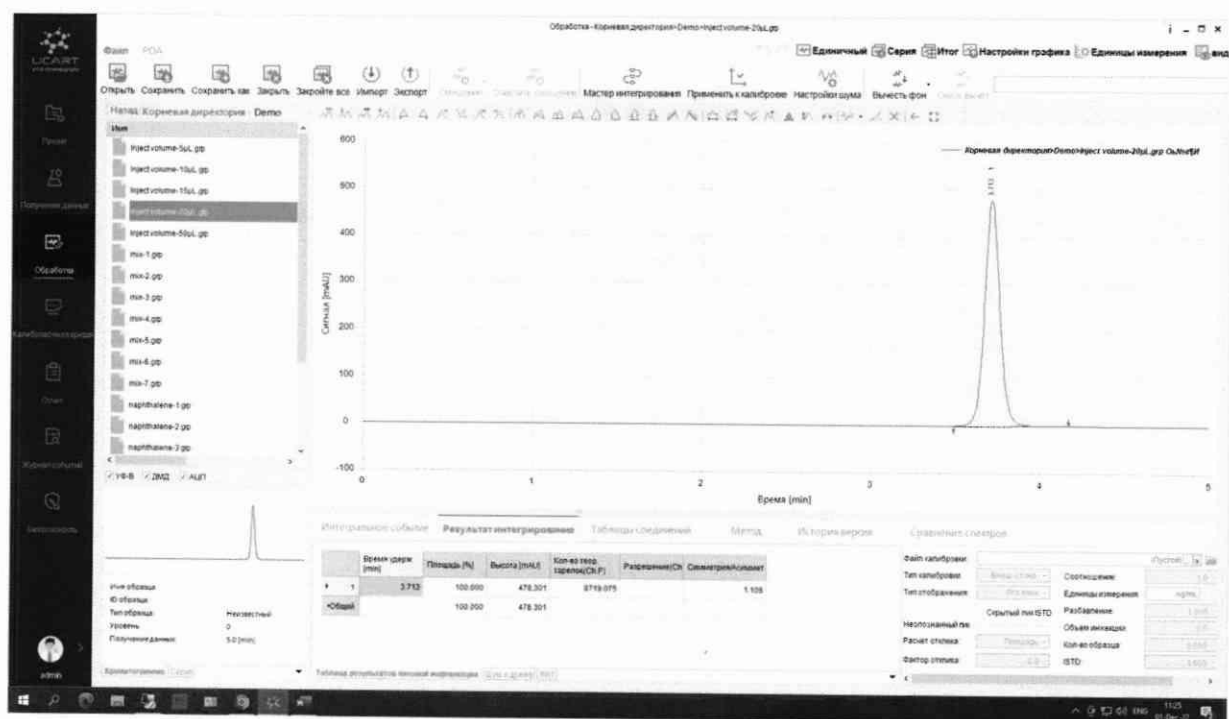


Рисунок 1 – Окно ПО LicArt WSV с результатами измерений

## 8.2 Опробование

Опробование хроматографа проводится в автоматическом режиме после включения питания. Результаты опробования считают положительными, если после включения питания он проходит инициализацию (внутренние тесты) и после запуска управляющего программного обеспечения соединяется с компьютером.

## 9 Проверка соответствия программного обеспечения

9.1. Окно с номером версии ПО LicArt WSV или LicArt WS выводится на экран компьютера с помощью нажатия иконки «i» в правом верхнем углу главного окна. Вид окна приведен на рисунке 2. Версия ПО приведена в строке версия.

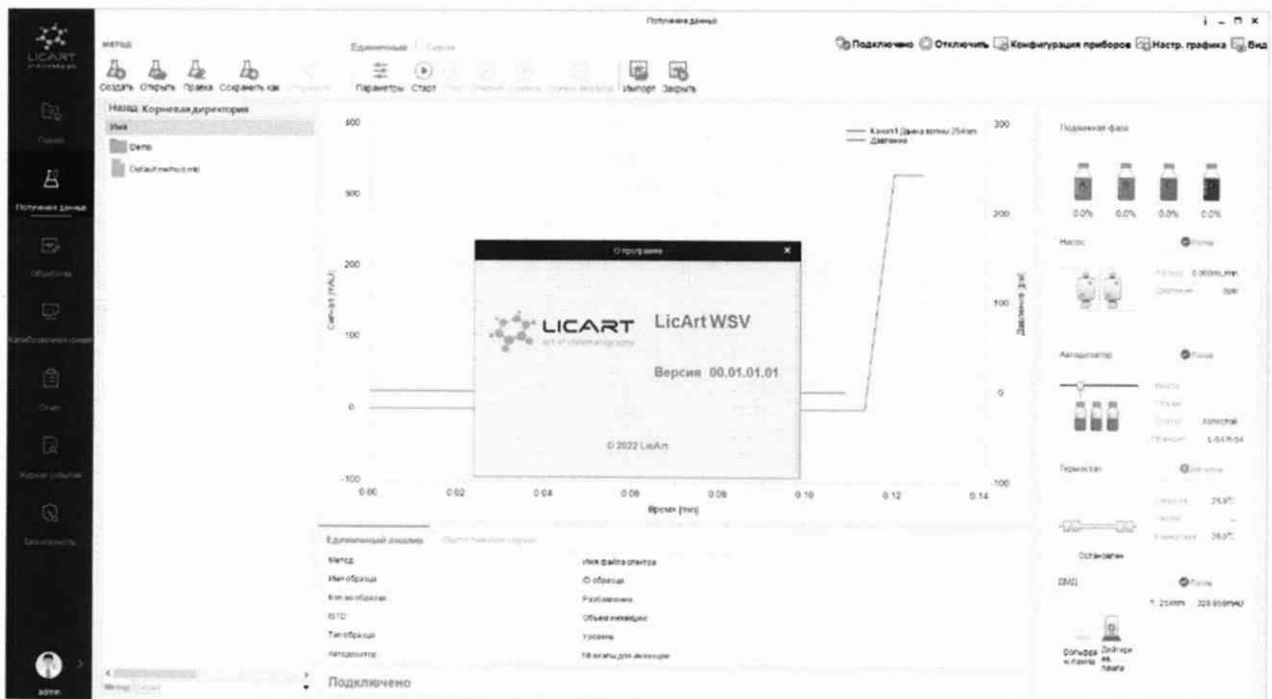


Рисунок 2 - Вид окна с версией ПО LicArt WSV

9.2 Для того, чтобы определить версию встроенного программного обеспечения модуля необходимо навести курсор на соответствующий модуль (насос, термостат колонок, автодозатор, детектор (диодно-матричный детектор, спектрофотометрический детектор) нажать правую клавишу мыши и выбрать пункт «Информация о приборе», для каждого модуля появится окно с версией встроенного программного обеспечения (рисунок 3).



Рисунок 3 – Общий вид окна с версией встроенного ПО



9.3 Версия встроенного программного обеспечения модулей детекторов спектрофлуориметрического, рефрактометрического, высвечивается при включении модулей на блоке самого модуля. Для модуля детектора испарительного светорассеяния версия ПО не отображается.

9.4 Результат проверки считают положительным, если номер версии ПО соответствует идентификационным данным, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений» или выше.

## 10 Определение метрологических характеристик

### 10.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

10.1.1 Для определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала требуется удалить хроматографическую колонку, установить вместо колонки капилляр из материала РЕЕК или стали нержавеющей, позволяющий создать противодавление от 2 до 10 МПа при скорости потока воды (для обращенно-фазовых условий) или н-гептана (для нормально-фазовых условий), равной 1 мл/мин. Рекомендуется использовать капилляр со следующими параметрами: 0,1 (внутр. диаметр) x 4000 мм (длина) либо другой, гарантирующий создание соответствующего противодавления. Допускается использовать термостатирование капилляра сопротивления при температуре 40 °С.

Перед проведением измерения система должна быть тщательно промыта надлежащим растворителем, указанным выше. Далее необходимо прокачивать поток элюента (воды или н-гептана по ГОСТ 25828-83) при скорости 1 мл/мин для стабилизации определяемых параметров не менее одного часа.

Допускается использование хроматографической колонки, если это позволяет специфика эксплуатации оборудования и колонки.

Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала детектора определяют при условиях, указанных в таблице 6.

Для определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала требуется получить хроматограмму базовой линии без инъекции в условиях, указанных в таблице 6, продолжительностью не менее 15 минут.

### 10.1.2 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала в программе LicArt WS (LicArt WSV)

Для определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала требуется получить хроматограмму базовой линии без инъекции в условиях, указанных в таблице 6, продолжительностью не менее 15 минут. После получения хроматограммы переходят в модуль «Обработка» в левой части экрана главного окна программы. Для задания параметров расчета шума на отведенном участке хроматограммы нажимают на кнопку «Настройки шума» (Рисунок 4) в правой верхней части экрана при открытой активной целевой хроматограмме. В появившемся окне проверяют метод вычисления шума «шум ASTM» и назначают временной отрезок вычисления шума. После нажатия кнопки «ОК» программа рассчитывает параметры шума в соответствии с заданными настройками. Для вычисления дрейфа нулевого сигнала следует нажать на кнопку «Рассчитать дрейф» (Рисунок 4) в правой верхней части экрана, в строке инструментов ручного интегрирования, далее указать курсором границы отрезка определения дрейфа.

Результаты расчета шума и дрейфа отображаются в нижней части экрана в результатах интегрирования во вкладке «Шум и дрейф» (Рисунок 5).

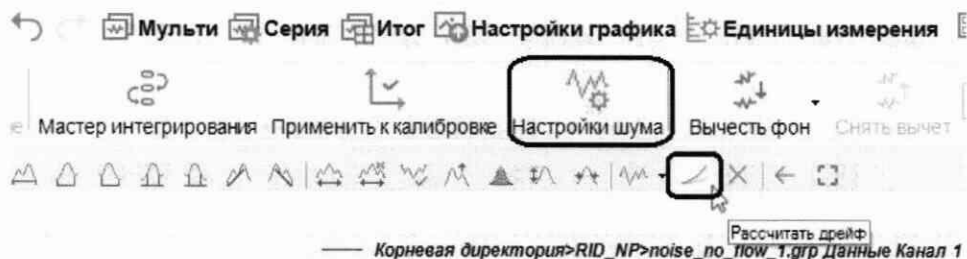


Рисунок 4 - Расчет флуктуационного шума и дрейфа

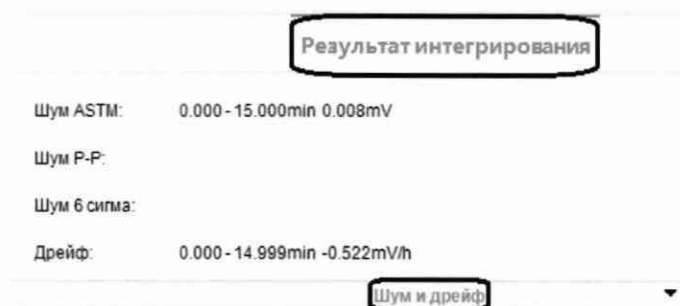


Рисунок 5 - Отображение результатов расчета шума и дрейфа

Хроматограф считается выдержавшим проверку по п. 10.1, если значения шума и дрейфа нулевого сигнала не превышают значений, указанных в Приложении Б Таблица Б1.

## 10.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

10.2.1 Определение проводят на хроматографе с установленной хроматографической колонкой, в условиях, указанных в таблице 6. Допускается проводить измерения на потоке подвижной фазы, отличающимся от указанного в таблице 6, если это продиктовано конфигурацией прибора и выбором колонки. Допускается использовать термостатирование хроматографической колонки при температуре 40 °С.

10.2.2 Поверочный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, каждый раз измеряют значения параметров выходных сигналов (время удерживания и площадь пика). Для каждого параметра вычисляют среднее арифметическое значение  $\bar{X}$ .

10.2.3 Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО, %) параметров выходного сигнала рассчитывают по формулам 1 и 2:

$$S_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n - 1}}; \quad (1)$$

$$S_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n - 1}}; \quad (2)$$

где:  $S_s$  - ОСКО площади пика на хроматограмме, %;  
 $S_t$  - ОСКО времени удерживания пика на хроматограмме, %  
 $t_i$  - время удерживания, мин  
 $S_i$  - площадь хроматографического пика контрольного вещества  
 $n$  - число измерений

10.2.3 Хроматограф считается прошедшим поверку по п. 10.2, если значения ОСКО параметров выходного сигнала не превышают значений, указанных в Приложении Б Таблица Б2.

10.3. Определение предела детектирования

10.3.1 Для определения предела детектирования используют значение  $\bar{X}$ , полученное в пункте 10.2, как значение средней площади целевого пика выходного сигнала, и значение  $\Delta X$ , полученное в разделе 10.1 как уровень флуктуационных шумов.

Предел детектирования в г/см<sup>3</sup> рассчитывают по формуле 3:

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

где:

$C_{min}$  – предел детектирования, г/мл;

$\Delta X$  – уровень флуктуационных шумов;

$\bar{X}$  – среднее значение площади пика, Б, мВ, у.е. (в зависимости от типа детектора) · с;

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

$G$  – количество контрольного вещества в граммах,  $G = 10^{-9} \cdot C \cdot V_{доз}$ ;

$C$  – массовая концентрация контрольного вещества в мг/дм<sup>3</sup>;

$V_{доз}$  – объём вводимой пробы контрольного вещества, мкл.

10.3.2 Хроматограф считается прошедшим поверку по п. 10.3, если полученные значения предела детектирования не превышают значений, указанных в Приложении Б Таблица Б1.

10.4 Определение отношения сигнал/шум спектрофлуориметрического детектора по Рамановскому спектру воды

Рамановский спектр воды (Рисунок 6) регистрируют в соответствии с руководством по эксплуатации спектрофлуориметрического детектора (раздел «Проверка характеристик по Рамановскому спектру воды»).



Рисунок 6 - Вид Рамановского спектра воды

Отношение сигнал/шум (S/N) рассчитывают автоматически с помощью встроенного программного обеспечения по алгоритму, представленному на Рисунке 7.

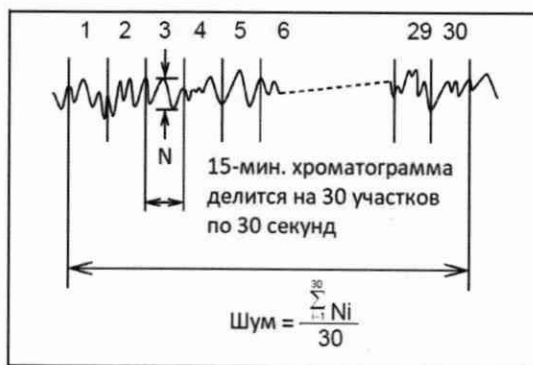
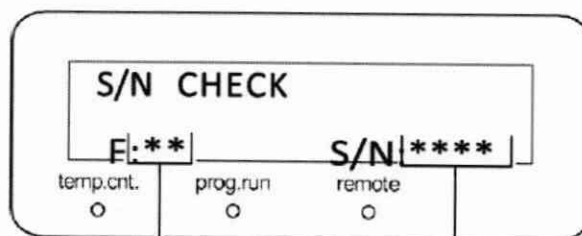


Рисунок 7 - Алгоритм расчета отношения сигнал-шум



Величина пика отношение сигнал/шум

Рисунок 8 – Вид экрана спектрофлуориметрического детектора с результатами проверки отношения сигнал/шум по Рамановскому спектру воды

Детектор считается прошедшим проверку по п. 10.4, если полученная величина отношения сигнал/шум не менее 1000.

10.5 Определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

Через 4 часа работы прибора после снятия хроматограмм для определения ОСКО параметров выходного сигнала проводят серию из двух измерений площади пика; определяют среднее значение.

Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле 3:

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

где:

$\bar{X}$  - среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика) для первой серии измерений;

$\bar{X}_t$  - среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика) для второй серии измерений.

Хроматограф считается выдержавшими проверку по п. 10.5, если полученные значения относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы не превышают значений, указанных в Приложении Б Таблица Б2.

## **11 Подтверждение соответствия хроматографа метрологическим требованиям**

Хроматограф соответствует метрологическим требованиям, указанным в его описании типа, если полученные значения ОСКО площади пика, ОСКО времени удерживания, предела детектирования соответствуют значениям, указанным в таблицах Б1 и Б2, приведенных в приложении Б к настоящей методике.

## **12 Оформление результатов поверки**

12.1 Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

12.2 Хроматограф, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным к применению. Хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, не допускается к применению.

12.3 Сведения о результатах поверки СИ передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с порядком проведения поверки средств измерений, предусмотренным действующим законодательством Российской Федерации.

12.4 При положительных результатах поверки по заявлению заказчика оформляют свидетельство о поверке, подтверждающее соответствие хроматографа обязательным требованиям к средствам измерений в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации. Нанесение знака поверки на хроматограф не предусмотрено.

12.5 При отрицательных результатах поверки хроматограф к применению не допускают, по заявлению заказчика выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с действующим законодательством Российской Федерации.

Таблица 6 - Условия определения метрологических характеристик детекторов

Наименование детектора	Условия определения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала		Условия определения ОСКО параметров выходного сигнала, предела детектирования и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы				
	Параметры детектора	Элюент, скорость потока, см <sup>3</sup> /мин (мл/мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация, мг/дм <sup>3</sup>	Объем вводимой пробы, мм <sup>3</sup> (мкл)	Подвижная фаза, скорость потока см <sup>3</sup> /мин (мл/мин)	Параметры детектора	Колонка, тип
Спектрофотометрический детектор UV-62	Режим: одна длина волны Частота опроса: 1 Hz Постоянная времени: 2 с Длина волны: 250 нм Источник излучения: дейтериевая лампа	H <sub>2</sub> O, 1	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм <sup>3</sup>	5	MeCN/H <sub>2</sub> O 4/1, 1	Режим: одна длина волны Частота опроса: 10 Hz Постоянная времени: 2 с Длина волны: 250 нм Источник излучения: дейтериевая лампа	C18
Диодно-матричный детектор DAD-62	Частота опроса: 1 Hz Время экспозиции: Автоматически Щель: 8 нм Длина волны: 250 нм Источник излучения: дейтериевая лампа	H <sub>2</sub> O, 1	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм <sup>3</sup>	5	MeCN/H <sub>2</sub> O 4/1, 1	Частота опроса: 10 Hz Время экспозиции: Автоматически Щель: 8 нм Длина волны: 250 нм Источник излучения: дейтериевая лампа	C18
Рефрактометрический детектор (обращенно-фазовый режим) RID-62E, условия 1	Частота опроса: 10 Hz Режим: 0 Полярность: + Температура ячейки: 40 Диапазон: 4	H <sub>2</sub> O, без потока	Раствор антрацена в ацетонитриле, 100 мг/дм <sup>3</sup>	20	MeCN/H <sub>2</sub> O 4/1, 1	Частота опроса: 10 Hz Режим: 0 Полярность: + Температура ячейки: 40 Диапазон: 4	C18
Рефрактометрический детектор (нормально-фазовый режим) RID-62E, условия 2	Частота опроса: 10 Hz Режим: 0 Полярность: + Температура ячейки: 40 Диапазон: 4	n-C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> , без потока	Раствор антрацена в гептане, 100 мг/дм <sup>3</sup>	20	n-C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> , 1	Частота опроса: 10 Hz Режим: 0 Полярность: + Температура ячейки: 40 Диапазон: 4	NH <sub>2</sub>

## Продолжение таблицы 6

Наименование детектора	Условия определения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала		Условия определения ОСКО параметров выходного сигнала, предела детектирования и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы				
	Параметры детектора	Элюент, скорость потока, см <sup>3</sup> /мин (мл/мин)	Контрольный раствор, массовая концентрация, мг/дм <sup>3</sup>	Объём вводимой пробы, мм <sup>3</sup> (мкл)	Подвижная фаза, скорость потока см <sup>3</sup> /мин (мл/мин)	Параметры детектора	Колонка, тип
Спектрофлуориметрический детектор RF-62E	Выставляются автоматически при активации функции проверки сигнал/шум	H <sub>2</sub> O, 1	Раствор антрацена в ацетонитриле, 1 мг/дм <sup>3</sup>	5	MeCN/H <sub>2</sub> O 4/1,1	Частота опроса: 10 Hz Длина волны возбуждения: 360 нм Длина волны эмиссии: 450 нм Отклик: 3 Усиление: 1 Чувствительность: 2	C18
Детектор испарительного светорассеяния ELSD-62E	Частота опроса: 1 Hz Температура: 35 °C Сифон заполнен подвижной фазой Давления газа-распылителя 350 кПа	MeCN/H <sub>2</sub> O 4/1, без потока	Раствор антрацена в ацетонитриле, 100 мг/дм <sup>3</sup>	20	MeCN/H <sub>2</sub> O 4/1,1	Частота опроса: 1 Hz Температура: 35 °C Сифон заполнен подвижной фазой Давления газа-распылителя 350 кПа	C18



## Методика приготовления поверочных растворов

1 Методика предназначена для приготовления контрольных растворов антрацена. При приготовлении растворов применяются основные формулы:

$$C_{p-ра} = C_{исх} \frac{V_{аликвоты}}{V_{колбы}} \quad (1)$$

$C_{p-ра}$  – концентрация приготавливаемого раствора;

$C_{исх}$  – концентрация раствора, используемого в качестве исходного;

$V_{аликвоты}$  – точный объём исходного раствора;

$V_{колбы}$  – объём приготавливаемого раствора.

## 2 Средства измерений, посуда, реактивы

- стандартный образец состава антрацена в ацетонитриле ГСО 8749-2006;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84;
- вода для лабораторного анализа с удельной электропроводностью не более 0,055 мкСм/см (18,2 МОм\*см), полученная в результате очистки с помощью любой коммерчески доступной системы очистки воды.

- н-гептан эталонный по ГОСТ 25828-83 или гептан для ВЭЖХ;

- пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91 или дозаторы пипеточные с диапазоном дозирования от 0,5 до 1000 мкл и относительной погрешностью не более  $\pm 10\%$  (например, ФИФ №67230-17 или аналогичные).

- колбы мерные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74;

- ультразвуковая баня.

Примечание. Растворители для проверки, не имеющие марку «для ВЭЖХ» должны быть отфильтрованы через мембранный фильтр с диаметром пор  $\leq 0,45$  мкм.

## 3 Процедура приготовления

3.1 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена в ацетонитриле 1 мг/дм<sup>3</sup>

Пипеткой или дозатором вместимостью 1 см<sup>3</sup> переносят 1 см<sup>3</sup> ГСО антрацена в ацетонитриле в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом, закрывают пробкой и перемешивают (раствор №1, 20 мг/дм<sup>3</sup>). Полученный раствор переливают в виалу объемом 10 см<sup>3</sup> с завинчивающейся крышкой и хранят в холодильнике. Срок хранения раствора №1 – 3 месяца. Пипеткой или дозатором вместимостью 1 см<sup>3</sup> переносят 1 см<sup>3</sup> раствора №1 в мерную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом, закрывают пробкой и перемешивают (раствор №2, 2 мг/дм<sup>3</sup>). Полученный раствор переливают в виалу объемом 10 см<sup>3</sup> с завинчивающейся крышкой и хранят в холодильнике. Срок хранения раствора №2 – 1 месяц. В виалу на 4 см<sup>3</sup> с завинчивающейся крышкой пипеткой или дозатором вместимостью 1 см<sup>3</sup> прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора №2 к 1 мл подвижной фазы состава MeCN/H<sub>2</sub>O – 4/1, используемой для определения ОСКО

(%) соответствующего детектора. Допускается использовать подвижную фазу, собранную из выходного сливного капилляра детектора после выхода на рабочий режим поверяемой хроматографической системы. Срок хранения раствора №3 в холодильнике – 1 неделя. Перед вводом в хроматограф необходимое количество раствора переносят в виалу объемом 1,5 см<sup>3</sup> с завинчивающейся крышкой и септой.

### 3.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена в ацетонитриле 100 мг/дм<sup>3</sup>

Пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> прибавляют 1 см<sup>3</sup> ГСО антрацена в ацетонитриле к 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы в виале с завинчивающейся крышкой на 4 см<sup>3</sup> состава MeCN/H<sub>2</sub>O – 4/1, используемой для определения ОСКО (%) соответствующего детектора. Допускается использовать подвижную фазу, собранную из выходного сливного капилляра рефрактометрического детектора после выхода на рабочий режим поверяемой хроматографической системы или входного капилляра детектора испарительного светорассеяния. Срок хранения в холодильнике – 1 месяц. Перед вводом в хроматограф необходимое количество раствора переносят в виалу на 1,5 см<sup>3</sup> с завинчивающейся крышкой и септой.

### 3.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией антрацена в гептане 100 мг/дм<sup>3</sup>

Пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> переносят 1 см<sup>3</sup> ГСО антрацена в ацетонитриле виалу с завинчивающейся крышкой на 4 см<sup>3</sup> и полностью удаляют ацетонитрил током воздуха, азота, аргона или гелия. Допускается оставить открытую виалу с раствором в вытяжном шкафу до полного улетучивания растворителя. Пипеткой вместимостью 2 см<sup>3</sup> переносят 2 см<sup>3</sup> н-гептана в виалу с сухим остатком. Виалу закручивают крышкой и перемешивают до полного растворения сухого вещества, далее выдерживают 10 минут в ультразвуковой бане без нагрева. Срок хранения раствора в холодильнике – 1 неделя. Перед вводом в хроматограф необходимое количество раствора переносят в виалу на 1,5 см<sup>3</sup> с завинчивающейся крышкой и септой.

Метрологические характеристики хроматографа жидкостного модели LicArt 62.

Таблица Б1 - Уровень флуктуационных шумов, дрейф нулевого сигнала и предел детектирования

Детектор	Уровень флуктуационных шумов	Дрейф нулевого сигнала	Предел детектирования, не более
Спектрофотометрический детектор UV-62	$2,0 \cdot 10^{-5}$ Б	$6,0 \cdot 10^{-4}$ Б/ч	$3,0 \cdot 10^{-10}$ г/мл
Диодно-матричный детектор DAD-62	$5 \cdot 10^{-5}$ Б	$2 \cdot 10^{-3}$ Б/ч	$3,0 \cdot 10^{-10}$ г/мл
Рефрактометрический детектор (обращенно-фазовый режим) RID-62E	$2,0 \cdot 10^{-9}$ ед.рефр.	$3,0 \cdot 10^{-7}$ ед.рефр./ч	$2,0 \cdot 10^{-7}$ г/мл
Рефрактометрический детектор (нормально-фазовый режим) RID-62E	$6,0 \cdot 10^{-9}$ ед.рефр.	$5,0 \cdot 10^{-7}$ ед.рефр./ч	$5,0 \cdot 10^{-7}$ г/мл
Спектрофлуориметрический детектор RF-62E	не нормируется		Отношение сигнал/шум для Рамановского спектра воды не менее 1000
Детектор испарительного светорассеяния ELSD-62E	$2,0 \cdot 10^{-2}$ мВ	0,1 мВ/ч	$3,0 \cdot 10^{-10}$ г/мл

1 Б (Бэлл) численно равен 1 AU или 1 В.

Таблица Б2 - Относительное среднее квадратическое отклонение и относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

Детектор	Относительное среднее квадратическое отклонение ОСКО, (%)		Относительное изменение выходного сигнала через 4 часа непрерывной работы $\delta$ , (%)
	Время удержи- вания	Площадь пика	Площадь пика
Спектрофотометрический детектор UV-62	0,2	1,0	2,0
Диодно-матричный детектор DAD-62	0,5	1,0	2,0
Рефрактометрический детектор (обращенно-фазовый режим) RID-62E	0,3	1,0	1,0
Рефрактометрический детектор (нормально-фазовый режим) RID-62E	1,0	2,0	4,0
Спектрофлуориметрический детектор RF-62E	0,5	2,0	2,0
Детектор испарительного светорассеяния ELSD-62E	0,5	4,0	не нормируется