

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
10 апреля 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные SCION LC6000 Series

Методика поверки

МП-242-2529-2023

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

А.В. Колобова

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

М.А. Мешалкин

Санкт-Петербург
2023

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные SCION LC6000 Series (далее по тексту - хроматографы) и устанавливает методы и средства их поверки.

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 – прямое измерение поверяемым средством величины, функционально связанной с величиной, воспроизводимой 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).

П р и м е ч а н и я

1. При пользовании настоящей методикой поверки целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

2. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

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: - определение предела детектирования; - Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа - определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы.	Да	Да	10.1
	Да	Да	10.2
	Да	Нет	10.3
Подтверждение соответствия хроматографа метрологическим требованиям	Да	Да	11

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
Раздел 3 Требования к условиям проведения поверки	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 0 до +50 °С, абсл.погрешность не более $\pm 1,0$ °С. Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне не более 85 %, абсл.погрешность не более ± 5 %.	Прибор комбинированный Testo 608-N1 (регистрационный номер в ФИФ № 53505-13)
Раздел 10 Определение метрологических характеристик	Стандартные образцы состава раствора антрацена в ацетонитриле (массовая концентрация антрацена: от 0,19 до 0,21 мг/см ³ , относительная погрешность не более $\pm 3,0$ %) Стандартные образцы состава сахарозы (массовая концентрация сахарозы от 95,00% до 100,00 %, абсолютная погрешность не более $\pm 2,0$ %)	Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле ГСО 8749-2006 (массовая концентрация от 0,19 до 0,21 мг/см ³ , границы относительной погрешности ± 2 %) (для спектрофотометрического детектора с изменяемой длиной волны UV-6410, спектрофотометрического детектора на диодной матрице DA-6430 и флуориметрического детектора FL-6440). Стандартный образец состава сахарозы ГСО 11886-2022 (массовая концентрация сахарозы от 95,00 % до 100,00 %, допускаемая абсолютная погрешность $\pm 0,9$ %) (для рефрактометрического детектора RI-6460).

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Приложение А. Приготовление подвижной фазы и контрольных растворов	Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 50 и 100 см ³ по ГОСТ 1770-74 Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 5 см ³ любого типа и исполнения по ГОСТ 29227-91 Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 250 см ³ любого исполнения по ГОСТ 1770-74 Стаканы вместимостью 25 см ³ В-1-50ТС по ГОСТ 25336-82; Средства измерений массы, диапазон измерений не менее чем от 0,010 до 50 г, абсолютная погрешность не более $\pm 0,0005$ г	Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см ³ по ГОСТ 1770-74 Пипетки градуированные вместимостью 1 и 5 см ³ 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91 любого типа и исполнения Цилиндры мерный вместимостью 250 см ³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74 любого исполнения Стаканы вместимостью 25 см ³ В-1-50ТС по ГОСТ 25336-82; Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011 (рег. номер в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений 72358-18)

5.2 Требования к растворителям, используемым для приготовления контрольных растворов, приведены в приложении А к настоящей методике.

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 устанавливаются 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 обеспечить выполнение требований техники безопасности согласно разделу 6 и выполнение условий проведения поверки согласно разделу 3 методики поверки.

8.1.2 Подготавливают средства поверки, перечисленные в разделе 5.

8.1.3 Приготавливают подвижную фазу (элюент) и контрольные растворы согласно Приложению А. Подвижную фазу (элюент) подготавливает владелец хроматографа.

8.1.4 Подключают хроматограф к сети, включают электропитание и прогревают хроматограф в течение 30 минут и устанавливают условия регистрации хроматограмм в соответствии с Приложением Б.

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.

8.2 Опробование

Опробование хроматографа проводится в автоматическом режиме после включения питания. Результаты опробования считают положительными, если в процессе автотестирования не возникло сообщений об ошибках.

9 Проверка соответствия программного обеспечения

9.1 Запускают ПО CompassCDS стандартными средствами операционной системы, в главном меню выбирают элемент Помощь/О CompassCDS (Help/About CompassCDS) при этом появится окно с информацией о версии метрологически значимой части ПО. Для закрытия окна нажимают кнопку «ОК». См рис 1.



Рис.1 Проверка версии метрологически значимой части ПО

9.2 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 предела детектирования

10.1.1 Определение предела детектирования выполняют с использованием контрольных растворов приготовленных согласно Приложению А, с каждым детектором, входящим в состав хроматографа.

10.1.2 После выхода хроматографа на режим записывают нулевой сигнал в течение 15 мин. Условия регистрации сигнала должны соответствовать Приложению Б. Уровень флуктуационных шумов хроматографа определяется как максимальный размах колеблющихся показаний нулевого сигнала с периодом не более 20 сек. Полученное значение используется при расчете предела детектирования по формуле 1.

П р и м е ч а н и я

1. Допускается определение уровня флуктуационных шумов хроматографа непосредственно на хроматограмме контрольного вещества на участке с минимальным количеством выбросов, с периодом не более 20 сек.

2. Если программное обеспечение позволяет подсчитать S_{ϕ} – среднее квадратическое отклонение флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа, то уровень флуктуационных шумов может быть оценена как $4S_{\phi}$.

10.1.3 Затем вводят в хроматограф 6 раз ($n = 6$) контрольный раствор по Приложению А. Условия регистрации хроматограмм выбирают в соответствии с Приложением Б.

10.1.4 Регистрируют хроматограммы для каждого ввода и при помощи программного обеспечения определяют площадь хроматографического пика. При этом проверяют автоматическую разметку пика и при необходимости корректируют ее вручную.

10.1.5 Рассчитывают предел детектирования (C_{\min} , г/см³) для последнего ввода пробы по формуле:

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S \cdot V} \quad (1)$$

Где: C_{\min} – предел детектирования, г/см³

ΔX - уровень флуктуационных шумов, Б, ед.рефр. или у.е. (в зависимости от типа детектора), шум берется из рабочей хроматограммы на ровной части базовой линии;

G – масса контрольного вещества, г. ($G =$ объем введенной пробы \times концентрация введенного компонента);

S – площадь под пиком, Б, ед.рефр. или у.е. (в зависимости от типа детектора) \times с;

V – скорость потока (расход) элюента, см³/с.

10.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа

10.2.1 При определении относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа (далее - ОСКО) используют результаты, полученные по п.10.1.4. При помощи программного обеспечения на каждой хроматограмме фиксируют значения выходного сигнала хроматографа - время удерживания хроматографического пика контрольного вещества (t_i , мин) и его площадь (S_i).

10.2.2 Вычисляют среднее арифметическое полученных значений площади пика \bar{S} и времени удерживания \bar{t} :

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^N S_i}{n}; \quad (1)$$

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=1}^N t_i}{n} \quad (2)$$

и ОСКО выходного сигнала по формулам:

$$S_S = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n - 1}}; \quad (3)$$

$$S_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n - 1}}. \quad (4)$$

где S_S - ОСКО площади пика на хроматограмме, %;

S_t - ОСКО времени удерживания пика на хроматограмме, %;

n - число измерений ($n \geq 6$).

10.3 Определение относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

Через 4 часа после определения относительного СКО выходных сигналов проводят повторные измерения, вводят в хроматограф 2 раза ($n=2$) контрольный раствор по Приложению А. Условия регистрации хроматограмм выбирают по Приложению Б. Регистрацию хроматограмм проводят по 10.1.4 и рассчитывают среднее значение площади пика. Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы хроматографа (δ , %) рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{X_r - X}{X} \times 100, \% \quad (3)$$

где: X - среднее значение параметров выходного сигнала (площади пиков) в последних двух измерениях первой серии.

X_r - среднее значение параметров выходного сигнала (площади пиков) во второй серии.

П р и м е ч а н и е - Не допускается отключение хроматографа от сети питания до завершения повторных измерений.

10.4. Операции по п.10.1- п.10.3 выполняются для каждого детектора, заявленного на поверку.

11 Подтверждение соответствия хроматографа метрологическим требованиям

Хроматограф соответствует метрологическим требованиям, указанным в его описании типа, если полученные значения ОСКО площади пика, ОСКО времени удерживания и предела детектирования соответствуют значениям, указанным в таблицах 3 и 4, а относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 4 ч непрерывной работы не превышает значений указанных в таблице 4.

Таблица 3 – Нормированные значения пределов детектирования антрацена и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

Тип детектора	Предел детектирования, г/см ³ , не более
Детектор спектрофотометрический с изменяемой длиной волны UV-6410	$2,0 \cdot 10^{-9}$
Детектор спектрофотометрический с диодной матрицей DA-6430	$2,0 \cdot 10^{-9}$
Детектор флуориметрический FL-6440	$1,0 \cdot 10^{-12}$
Детектор рефрактометрический RI-6460	$2,0 \cdot 10^{-7}$

Таблица 4 – Пределы допускаемых значений ОСКО выходного сигнала хроматографа

Наименование детектора	По времени удерживания, %	По площади пика, %	Пределы допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала (площадь пика) за 4 ч непрерывной работы, %
Детектор спектрофотометрический с изменяемой длиной волны UV-6410	1,0	2,0	±3
Детектор спектрофотометрический с диодной матрицей DA-6430	1,0	2,0	±3
Детектор флуориметрический FL-6440	2,0	3,0	±4
Детектор рефрактометрический RI-6460	2,0	3,0	±4

12 Оформление результатов поверки

12.1 Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку. Рекомендуемая форма записи результатов измерений, включаемых в протокол поверки, приведена в Приложении В.

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 владельца хроматографа или лица, представившего хроматограф на поверку 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.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(обязательное)

Приготовление подвижной фазы и контрольных растворов

1. Для приготовления контрольных растворов следует применять:

1.1 Стандартные образцы и средства измерений:

- СО состава сахарозы (сахароза СО УНИИМ) ГСО 11886-2022;

- СО состава раствора антрацена в ацетонитриле ГСО 8749-2006;

- колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770-74;

- пипетки градуированные вместимостью 1 и 5 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 29227-

91 либо дозатор пипеточный одноканальный с допускаемой систематической составляющей основной относительной погрешности не более 2 %;

- цилиндры мерные вместимостью 250 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74;

- стаканы вместимостью 25 см³ В-1-50ТС по ГОСТ 25336-82;

- весы аналитические специального класса точности, диапазон измерения не менее чем от 0,010 до 40 г, абсолютная погрешность не более 0,0005 г (например: весы электронные Е, мод.Е50S, рег.№ФИФ 16072-97; весы лабораторные AS, PS, PM, рег. № ФИФ 72358-18).

1.2. Растворители:

- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 (или аналогичная с удельной электропроводностью, удовлетворяющей требованиям ГОСТ Р 58144-2018 по электропроводности). Приготовленная вода должна храниться в стеклянной таре с закрытой пробкой в темном месте. Срок годности – не более 24 часов с момента приготовления.

- ацетонитрил, сорт 0 или сорт 1 по ТУ 2634-002-54260861-2013 торговой марки «Криохром».

А.1 Подготовка стеклянной посуды

Посуду для приготовления и хранения элюента и контрольных растворов моют только концентрированной серной кислотой (без применения других моющих средств), тщательно ополаскивают дистиллированной водой и сушат 15-30 мин при температуре 105°C.

А.2 Приготовление подвижной фазы (элюента) - для детектора спектрофотометрического с изменяемой длиной волны UV-6410, детектора спектрофотометрического с диодной матрицей DA-6430, детектора флуориметрического FL-6440.

Тщательно вымытый согласно п.А.1 цилиндр вместимостью 250 см³ ополаскивают примерно 20 см³ ацетонитрила. Отмеряют с его помощью 200 см³ ацетонитрила и переносят в заранее подготовленную плотно закрывающуюся стеклянную емкость для постоянного хранения подвижной фазы. Этим же цилиндром отмеряют 50 см³ дистиллированной воды, выливают в ту же емкость и тщательно перемешивают. Недопустимо использование резиновых, корковых и полимерных пробок (за исключением фторопластовых).

Перед использованием элюент выдерживают для дегазации не менее 4 часов, либо проводят вакуумирование с помощью вакуумной колбы, либо поместив емкость с элюентом на ультразвуковую баню.

Приготовление подвижной фазы производится владельцем хроматографа.

Срок хранения в условиях, исключающих испарение компонентов смеси – 6 месяцев.

А.3 Приготовление подвижной фазы (элюента) - для детектора рефрактометрического RI-6460

Тщательно вымытый согласно п.А.1 цилиндр вместимостью 250 см³ ополаскивают примерно 20 см³ воды дистиллированной. Отмеряют с его помощью 250 см³ дистиллированной воды и переносят в заранее подготовленную плотно закрывающуюся стеклянную емкость для постоянного хранения подвижной фазы. Недопустимо использование резиновых, корковых и полимерных пробок (за исключением фторопластовых).

Перед использованием элюент выдерживают для дегазации не менее 4 часов, либо проводят вакуумирование с помощью вакуумной колбы, либо поместив емкость с элюентом на ультразвуковую баню.

Приготовление подвижной фазы (элюента) производится владельцем хроматографа.

Срок хранения в условиях, исключающих испарение компонентов смеси – 24 часа.

А.4 Приготовление контрольных растворов

А.4.1 Приготовление раствора антрацена в подвижной фазе массовой концентрации 1 мкг/см³

При помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 1 см³ переносят 0,5 см³ стандартного образца состава раствора антрацена в ацетонитриле с номинальным значением массовой концентрации 200 мкг/см³ (действительное значение указано в паспорте) в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, разбавляют до метки подвижной фазой, приготовленной по п.А.2 и перемешивают. Срок хранения раствора в холодильнике - 1 месяц.

Действительное значение массовой концентрации антрацена в растворе (C_1 , мкг/см³) вычисляют по формуле:

$$C_1 = C_0 \cdot \frac{V_0}{V_{к,1}}, \quad (A.1)$$

где C_0 - аттестованное значение массовой концентрации для стандартного образца состава раствора антрацена, мкг/см³;

V_0 - объем исходного раствора, использованный для приготовления данного раствора (0,5 см³);

$V_{к,1}$ - объем приготовленного раствора (100 см³).

Относительная погрешность массовой концентрации антрацена в приготовленном растворе не превышает ± 3 %.

Контрольный раствор 1 мкг/см³ ацетонитрила в подвижной фазе используют для проверки следующих детекторов:

-детектор спектрофотометрический с изменяемой длиной волны UV-6410

-детектор спектрофотометрический с диодной матрицей DA-6430

А.4.2 Приготовление раствора антрацена в подвижной фазе массовой концентрации 5 мкг/дм³

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³ при помощи градуированной пипетки номинальной вместимостью 1 см³ переносят 0,5 см³ раствора антрацена в подвижной фазе массовой концентрации 1 мкг/см³ по п. А.4.1, разбавляют до метки подвижной фазой, приготовленной по п.А.2, и перемешивают. Раствор используют в день приготовления.

Действительное значение массовой концентрации антрацена в растворе (C_2 , мкг/дм²) вычисляют по формуле:

$$C_2 = 1000 \cdot C_1 \cdot \frac{V_1}{V_{к,2}}, \quad (A.2)$$

где V_1 - объем промежуточного раствора антрацена массовой концентрации C_1 , мкг/см³, приготовленного по п. А.4.1, использованный для приготовления данного раствора (0,5 см³);

$V_{к,2}$ - объем приготовленного раствора (100 см³).

1000 - коэффициент согласования размерности единиц объема.

Относительная погрешность массовой концентрации антрацена в приготовленном растворе не превышает $\pm 3\%$.

Контрольный раствор 5 мкг/дм³ ацетонитрила в подвижной фазе используют для проверки флуориметрического детектора FL-6440.

А.4.3 Приготовление раствора сахарозы в воде массовой концентрации 200 мкг/см³

Взвешивают 20 мг стандартного образца состава сахарозы в стакане объемом 25 см³ добавляют 20 см³ дистиллированной воды, перемешивают. Полученный раствор переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³, ополаскивают стакан дистиллированной водой, содержимое стакана переносят в ту же мерную колбу, содержимое колбы разбавляют до метки дистиллированной водой. Раствор используют в день приготовления.

Содержание

$$C_3 = \frac{m}{V_{к,3} \cdot 10^{-3}} = \frac{m}{0,1}, \quad (A.3)$$

где m - масса навески стандартного образца состава сахарозы, мг

$V_{к,3}$ - объем приготовленного раствора (100 см³).

10^{-3} - коэффициент согласования размерности единиц массы.

Контрольный раствор сахарозы в воде массовой концентрации 200 мкг/см³ используют для проверки рефрактометрического детектора RI-6460

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

Детектор спектрофотометрический с изменяемой длиной волны - UV-6410

Колонка ¹⁾	Рестриктор, создающий давление в насосе 5-15мПА (50-150 бар) или любая колонка со стационарной фазой С-18
Подвижная фаза (Mobile Phase) ²⁾	80% ацетонитрил / 20% вода
Расход элюента (Flow rate)	1 см ³ /мин
Объем дозирования пробы (Injection volume)	20 мкл
Время отклика детектора (Response time)	1 с
Температура колонки (Column temperature)	комнатная при отсутствии термостата колонок и 40°C при его наличии
Длина волны (Wavelength)	250 нм
Период снятия показаний (Sampling period)	100 ms
Событие на старте инъекции (Base Event)	Autozero
Примечания: ^{1), 2)} - предоставляются владельцем хроматографа	

Детектор с диодной матрицей – DA-6430

Колонка ¹⁾	Рестриктор, создающий давление в насосе 5-15мПА (50-150 бар). Либо любая колонка со стационарной фазой С-18
Подвижная фаза (Mobile Phase) ²⁾	80% ацетонитрил / 20% вода
Расход элюента (Flow rate)	1 см ³ /мин
Объем дозирования пробы (Injection volume)	20 мкл
Время отклика детектора (Response time)	4 с
Температура колонки (Column temperature)	комнатная при отсутствии термостата колонок и 40°C при его наличии
Длина волны (Wavelength)	250 нм
Опорная длина волны (Reference Wavelength)	360 нм
Постоянная времени (Time constant)	1.0 с
Ширина щели (Slit width)	Corare
Ширина спектральной полосы пропускания (Spectrum bandwidth)	4 нм
Режим работы ламп (Lamp mode)	D2&W
Событие на старте инъекции (Base Event)	Autozero
Примечания: ^{1), 2)} - предоставляются владельцем хроматографа	

Детектор флуориметрический – FL-6440

Колонка ¹⁾	Рестриктор создающий давление в насосе 5-15мПА (50-150 бар). Либо любая колонка со стационарной фазой C-18
Подвижная фаза (Mobile Phase) ²⁾	80% ацетонитрил / 20% вода
Расход элюента (Flow rate)	0,5 см ³ /мин
Объем дозирования пробы (Injection volume)	20 мкл
Время отклика детектора (Response time)	4 с
Температура колонки (Column temperature)	комнатная при отсутствии термостата колонк и 40°C при его наличии
Длина волны возбуждения (Excitation wavelength)	248 нм
Длина волны эмиссии (Emission wavelength)	396 нм
Период снятия показаний (Sampling period)	100 мс
Ширина щели эмиссионного канала (Emission Slit)	Широкая (Wide)
Отступ (Offset)	0
Напряжение PMT (PMT potential)	Среднее (Medium)
Событие на старте инъекции (Base Event)	Autozero
Примечания: ^{1), 2)} - предоставляются владельцем хроматографа	

Детектор рефрактометрический – RI-6460

Колонка ¹⁾	Рестриктор создающий давление в насосе 5-15мПА (50-150 бар). Либо любая колонка, предназначенная для разделения сахаров.
Подвижная фаза (Mobile Phase) ²⁾	100% дистиллированная вода
Расход элюента (Flow rate)	1 см ³ /мин
Объем дозирования пробы (Injection volume)	20 мкл
Время отклика детектора (Response time)	4 с
Температура колонки (Column temperature)	комнатная при отсутствии термостата колонк и 40 °С при его наличии
Полярность сигнала (Polarity)	+ или – в зависимости от полярности получаемого пика
Диапазон сигнала (Range)	64
Период снятия показаний (Acquisition period)	1000
Автоматическое обнуление (Autozero)	Включено (on)
Температура ячейки (Cell temperature)	40 °С
Примечания: ^{1), 2)} - предоставляются владельцем хроматографа	

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

Протокол измерений № _____ от _____

Наименование СИ: хроматограф жидкостный SCION LC6000 Series

Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ _____, зав.№ _____, принадлежащий _____

Обозначение методики поверки _____
 Детекторы: _____

Условия проведения измерений

Температура окружающей среды, °С	
Относительная влажность, %	

Средства измерений

Раствор _____ в _____, массовая концентрация _____ г/см³, приготовленный из стандартного образца состава _____

Термогигрометр _____

Результаты поверки

1. Внешний осмотр _____
2. Наименование и версия автономного программного обеспечения _____
3. Опробование _____
4. Определение метрологических характеристик хроматографа
- 4.1 Определение предела детектирования

Детектор спектрофотометрический с изменяемой длиной волны UV-6410

№	Площадь пика S_i , ед.выходного сигнала·с	Δh_i , ед.выходного сигнала	Предел детектирования, г/см ³	Предел детектирования, максимальное значение, г/см ³	Допускаемое значение предела детектирования, г/см ³ , не более
1					
2					
3					
4					
5					

Детектор спектрофотометрический с диодной матрицей DA-6430

№	Площадь пика S_i , ед.выходного сигнала·с	Δh_i , ед.выходного сигнала	Предел детектирования, г/см ³	Предел детектирования, максимальное значение, г/см ³	Допускаемое значение предела детектирования, г/см ³ , не более
1					
2					
3					
4					
5					

Детектор флуориметрический FL-6440

№	Площадь пика S_i , ед.выходного сигнала·с	Δh_i , ед.выходного сигнала	Предел детектирования, г/см ³	Предел детектирования, максимальное значение, г/см ³	Допускаемое значение предела детектирования, г/см ³ , не более
1					
2					
3					
4					
5					

Детектор рефрактометрический RI-6460

№	Площадь пика S_i , ед.выходного сигнала·с	Δh_i , ед.выходного сигнала	Предел детектирования, г/см ³	Предел детектирования, максимальное значение, г/см ³	Допускаемое значение предела детектирования, г/см ³ , не более
1					
2					
3					
4					
5					

4.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Детектор спектрофотометрический с изменяемой длиной волны UV-6410

№	Значение выходного сигнала		Относительное СКО выходного сигнала, %			
			Результаты расчета		Предельное допускаемое значение, не более	
	t_i , мин	S_i	По времени удерживания	По площади пика	По времени удерживания	По площади пика
1						
2						
3						
4						
5						

Детектор спектрофотометрический с диодной матрицей DA-6430

№	Значение выходного сигнала		Относительное СКО выходного сигнала, %			
			Результаты расчета		Предел	
	t_i , мин	S_i	По времени удерживания	По площади пика	По времени удерживания	По площади пика
1						
2						
3						
4						
5						

Детектор флуориметрический FL-6440

№	Значение выходного сигнала		Относительное СКО выходного сигнала, %			
			Результаты расчета		Предел	
	t_i , мин	S_i	По времени удерживания	По площади пика	По времени удерживания	По площади пика
1						
2						
3						
4						
5						

Детектор рефрактометрический RI-6460

№	Значение выходного сигнала		Относительное СКО выходного сигнала, %			
			Результаты расчета		Предел	
	t_i , мин	S_i	По времени удерживания	По площади пика	По времени удерживания	По площади пика
1						
2						
3						
4						
5						

Измерения провел: _____

Выводы о соответствии результатов определения метрологических характеристик (МХ) хроматографа предъявляемым требованиям (отметить ниже):

- метрологические характеристики соответствуют предъявляемым требованиям;
- метрологических характеристик не соответствуют предъявляемым требованиям.