

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии

**УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

**Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
Е.П. Собина
"19" июня 2023 г.**



**«ГСИ. Хроматографы жидкостные EX1800.
Методика поверки»**

МП 12-251-2023

г. Екатеринбург
2023 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ – ведущий инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения.....	4
2	Нормативные ссылки.....	5
3	Перечень операций поверки средства измерений	5
4	Требования к условиям проведения поверки.....	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	7
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	8
8	Внешний осмотр средства измерений	9
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9
10	Проверка программного обеспечения средства измерений	9
11	Определение метрологических характеристик средства измерений.....	9
12	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям ..	11
13	Оформление результатов поверки	14
	ПРИЛОЖЕНИЕ А	15

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные EX1800 (далее – хроматографы), выпускаемые фирмой «Shanghai Wufeng Scientific Instruments Co., Ltd.», Китай. Хроматографы подлежат первичной и периодической поверке. Поверка хроматографов должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость хроматографов обеспечивается:

– к ГЭТ 208-2019 «Государственный первичный эталон 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 в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 10.06.2021 г. № 988 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементарорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

и (или)

– к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» посредством применения стандартных образцов утвержденных типов.

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки хроматографов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблицах 1-3.

Таблица 1 – Метрологические характеристики хроматографов с детекторами спектрофотометрическими моделей EX1800 UVD, EX1800 UV VIS, EX1800 UV и диодно-матричным EX1800 PDA

Наименование характеристики	Значение для хроматографов с детекторами			
	EX1800 UVD	EX1800 UV VIS	EX1800 UV	EX1800 PDA
Спектральный диапазон, нм	от 190 до 800	от 190 до 900	от 190 до 700	от 200 до 800
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений, % - площади пика - времени удерживания	2 0,5			
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ($\lambda=254$ нм), Б, не более	$5,0 \cdot 10^{-5}$			
Дрейф нулевого сигнала ($\lambda=254$ нм), Б/ч, не более	$1,0 \cdot 10^{-3}$			
Предел детектирования ¹⁾ , г/см ³ - по антрацену - по кофеину	$1,0 \cdot 10^{-9}$ $1,0 \cdot 10^{-8}$			
¹⁾ По одному из перечисленных компонентов				

Таблица 2 – Метрологические характеристики хроматографов с детектором флуориметрическим EX1800 FLD

Наименование характеристики	Значение
Спектральный диапазон длин волн возбуждения люминесценции, нм	от 200 до 650
Спектральный диапазон длин волн регистрации люминесценции, нм	от 200 до 650
Чувствительность (по антрацену), мВ · с/г, не менее	$1,0 \cdot 10^8$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений, %	
- площади пика	2
- времени удерживания	0,5

Таблица 3 – Метрологические характеристики хроматографов с детектором рефрактометрическим EX1800 RID

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений показателя преломления	от 1,00 до 1,75
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, не более	$6,0 \cdot 10^{-9}$
Дрейф нулевого сигнала, ч ⁻¹ , не более	$6,0 \cdot 10^{-7}$
Предел детектирования (по сахарозе), г/см ³	$1,0 \cdot 10^{-7}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений, %	
- площади пика	2
- времени удерживания	0,5

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Росстандарта Российской Федерации от 10.06.2021 г. № 988 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

– Приказ Росстандарта Российской Федерации от 19.02.2021 г. № 148 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

– Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия;

– ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;

– ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1.

Общие требования;

– ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности;

– ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания;

– ТУ 6-09-14-2167-84 Ацетонитрил (особой частоты для жидкостной хроматографии).

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 4.

Таблица 4 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Проверка программного обеспечения	да	да	10
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	да	да	11.1
Определение предела детектирования	да	да	11.2
Определение чувствительности	да	да	11.3
Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала и времени удерживания	да	да	11.4
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка хроматографа прекращается, и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

3.3 Конструктивно хроматографы выполнены в виде настольных блочных приборов, компоновка которых осуществляется в зависимости от комплекта поставки, состав поверяемого хроматографа указан в паспорте хроматографа. Проводится поверка только тех детекторов, которые установлены на поверяемом хроматографе.

3.4 На основании письменного заявления владельца хроматографа или лица, представившего хроматограф на поверку, оформленного в произвольной форме, в случае наличия нескольких детекторов на поверяемом хроматографе допускается проведение периодической поверки отдельных детекторов с указанием в сведениях о поверке информации об объёме проведенной поверки. Данная информация приводится в свидетельстве о поверке (в случае его оформления) и в сведениях, направляемых в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 15 до + 25
- относительной влажности, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке хроматографов допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на хроматографы и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 5.

Таблица 5 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °С до плюс 30 °С с абсолютной погрешностью не более 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 10 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег.№ 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Контрольные растворы, приготовленные в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки	
	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005
	Ацетонитрил, оптическая плотность на длине волны 200 нм не более 0,025	Ацетонитрил по ТУ 2634-002-54260861-2013, «Криохром»
	Колонка для ВЭЖХ/УВЭЖХ (С-18) длиной от 3 до 25 см, внутренним диаметром от 2,1 до 4,6 мм, размером частиц наполнителя от 1,9 до 5,0 мкм	Hawach Scientific HPLC Column C18-Universal, средний размер частиц 3 мкм, диаметр 4,6 мм, длина 150 мм
Колонка для ВЭЖХ/УВЭЖХ (CN) длиной от 3 до 25 см, внутренним диаметром от 2,1 до 4,6 мм, размером частиц наполнителя от 1,9 до 5,0 мкм	Hawach Scientific HPLC Column CN, средний размер частиц 3 мкм, диаметр 4,6 мм, длина 150 мм	
Приложение А	Стандартный образец состава антрацена в ацетонитриле, интервал допускаемых аттестованных значений массовой концентрации антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см ³ , границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения ± 2 % при P = 0,95	ГСО 8749-2006 (СО-Антр)
	Стандартный образец состава кофеина, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли кофеина от 97,00 % до 99,99 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения ± 1,0 % при P = 0,95	ГСО 11872-2022 (Кфн СО УНИИМ)

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Стандартный образец состава сахарозы, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли сахарозы от 95,00 % до 100,00 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 0,90$ % при $P = 0,95$	ГСО 11886-2022 (Сахароза СО УНИИМ)
	Градуированные пипетки вместимостью 1,0 и 5,0 см ³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 29227-91	Градуированные пипетки вместимостью 1,0 и 5,0 см ³ 1 класса точности по ГОСТ 29227-91
	Одноканальные механические дозаторы варьируемого объема дозирования в диапазоне от 100 до 1000 мм ³	Дозатор механический одноканальный ВЮНИТ Proline варьируемого объема в диапазоне от 100 до 1000 мм ³
	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005	Вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005
	Ацетонитрил, оптическая плотность на длине волны 200 нм не более 0,025	Ацетонитрил по ТУ 2634-002-54260861-2013, «Криохром»
	Весы лабораторные, диапазон измерений от 0,001 до 200 г и первым специальным классом точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011	Весы лабораторные XP Analytical XP205 (рег.№ 44573-10)
<p><i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице, а также п. 1.2 настоящей методики поверки.</i></p>		

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть утвержденного типа и поверены, стандартные образцы (далее – СО) должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0, а также рекомендации, изложенные в РЭ на хроматограф.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида блоков хроматографа сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений блоков хроматографа;
- соответствие комплектности, указанной в паспорте хроматографа и РЭ;
- наличие обозначений и заводских номеров блоков хроматографа, наличие заводского номера хроматографа в паспорте, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность хроматографа.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки хроматограф готовят к работе в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки блоков хроматографа.

9.3 При включении хроматографа должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.4 Стандартные образцы готовят к поверке в соответствии с их паспортами.

9.5 Готовят контрольные растворы в соответствии с Приложением А к настоящей методике поверки.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) хроматографа: в строке команд выбирают пункт «Справка» («Help»); в открывшемся меню выбрать пункт «о ПО» («About») – откроется окно, содержащее номер версии ПО и идентификационное наименование ПО. Наименование и номер версии ПО хроматографа должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 6.

Таблица 6 – Идентификационные данные ПО хроматографа

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	EX-Clarity
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	8.1.0.76
Цифровой идентификатор ПО	-

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала проводят для детекторов моделей EX1800 UVD, EX1800 UV VIS, EX1800 UV, EX1800 PDA, EX1800 RID.

11.1.1 В ПО хроматографа задают параметры метода измерений, указанные в таблице 7.

Таблица 7 – Параметры метода измерений при определении уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Наименование детектора	Параметры детектора	Элюент	Скорость потока, см ³ /мин	Колонка
Детекторы спектрофотометрические моделей: EX1800 UVD EX1800 UV VIS EX1800 UV	1) Лампа: дейтериевая 2) Частота опроса: 10 Гц 3) Время интегрирования: 10 мс 4) Длина волны: 254 нм	Вода	1	Капилляр из стали нержавеющей или PEEK (рекомендуемые параметры: внутренний диаметр 0,1 мм, длина 4 м), создающий противодействие в диапазоне от 2 до 10 МПа на скорости потока 1 см ³ /мин
Детектор диодно-матричный EX1800 PDA	1) Частота опроса: 10 Гц 2) Постоянная времени: 1 с 3) Лампа: дейтериевая 4) Длина волны: 254 нм	Вода		
Детектор рефрактометрический EX1800 RID	1) Частота опроса: 0,4 Гц 2) Полярность: нормальная 3) Температура ячейки: 35°C	Вода		

11.1.2 Измерения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала проводят при снятой разделительной колонке. Вместо колонки устанавливают капилляр с параметрами в соответствии с таблицей 7.

11.1.3 Заполняют водой аналитический тракт хроматографа, ожидают выхода хроматографа на режим и стабилизацию базовой линии. Рекомендуемое время стабилизации – не менее 6 ч.

11.1.4 Обнуляют сигнал детектора и проводят запись хроматограммы без инъекции в течение не менее 80 мин.

11.1.5 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала для детектора флуоресцентного EX1800 FLD не проводится.

11.2 Определение предела детектирования

Определение предела детектирования проводят для детекторов моделей EX1800 UVD, EX1800 UV VIS, EX1800 UV, EX1800 PDA, EX1800 RID.

11.2.1 Предел детектирования определяют с использованием контрольных растворов, приготовленных в соответствии с Приложением А настоящей методики поверки. Измерения проводят с установленной аналитической колонкой в соответствии с таблицей 5 настоящей методики поверки.

11.2.2 В зависимости от поверяемого детектора задают инструментальные условия, указанные в таблице 8. При наличии термостата разделительных колонок в комплектности хроматографа задают температуру термостатирования 40 °С. Ожидают выхода хроматографа на режим и стабилизацию базовой линии не менее 1 ч.

11.2.3 После выхода хроматографа на режим проводят ввод контрольного раствора в хроматограф, регистрируют хроматограмму.

Таблица 8 – Условия проведения измерений для определения предела детектирования

Наименование детектора	Контрольный раствор	Параметры детектора	Элюент	Скорость потока, см ³ /мин	Колонка
Детекторы спектрофотометрические моделей: EX1800 UVD EX1800 UV VIS EX1800 UV	Раствор кофеина в воде с концентрацией от 5 до 20 мкг/см ³ или раствор антрацена	1) Лампа: дейтериевая 2) Частота опроса: 10 Гц 3) Время интегрирования: 10 мс 4) Длина волны: 254 нм	CH ₃ CN / H ₂ O*, 80 / 20	от 0,5 до 1,2	C18
Детектор диодно-матричный EX1800 PDA	в ацетонитриле с концентрацией от 1 до 10 мкг/см ³	1) Частота опроса: 10 Гц 2) Постоянная времени: 1 с 3) Лампа: дейтериевая 4) Длина волны: 254 нм			
Детектор флуориметрический EX1800 FLD	Раствор антрацена в ацетонитриле с концентрацией от 0,5 до 5 мкг/см ³	1) Длина волны возбуждения: 360 нм 2) Длина волны эмиссии: 450 нм 3) Чувствительность: средняя (MED) 4) Усиление: 1			
Детектор рефрактометрический EX1800 RID	Раствор сахарозы в воде с концентрацией от 100 до 300 мкг/см ³	1) Частота опроса: 0,4 Гц 2) Полярность: нормальная 3) Температура ячейки: 35°C	Вода		CN
* CH ₃ CN – ацетонитрил, H ₂ O – вода					

11.3 Определение чувствительности

Определение чувствительности проводят только для детектора флуориметрического EX1800 FLD.

11.3.1 Задают инструментальные условия, указанные в таблице 8. При наличии термостата разделительных колонок в комплектности хроматографа задают температуру термостатирования 40 °С. Ожидают выхода хроматографа на режим и стабилизацию базовой линии не менее 1 ч.

11.3.2 После выхода хроматографа на режим проводят ввод контрольного раствора (раствора антрацена в ацетонитриле) в хроматограф, регистрируют хроматограмму.

11.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала и времени удерживания

11.4.1 Проводят процедуры по п. 11.2.3 и п. 11.3.2 не менее десяти раз.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с. За дрейф нулевого сигнала принимают смещение нулевого сигнала в течение 1 ч.

При помощи ПО хроматографа проводят обработку хроматограммы, полученной по п. 11.1.4, в следующей последовательности:

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

- в меню «Хроматограмма» («Chromatogram») выбирают «Шум и дрейф» («Noise & Drift»), затем: 1) «Оценка шума по ASTM» («ASTM Noise Evaluation») для расчета шума; 2) «Оценка дрейфа» («Drift Evaluation») для расчета дрейфа (рисунок 1);

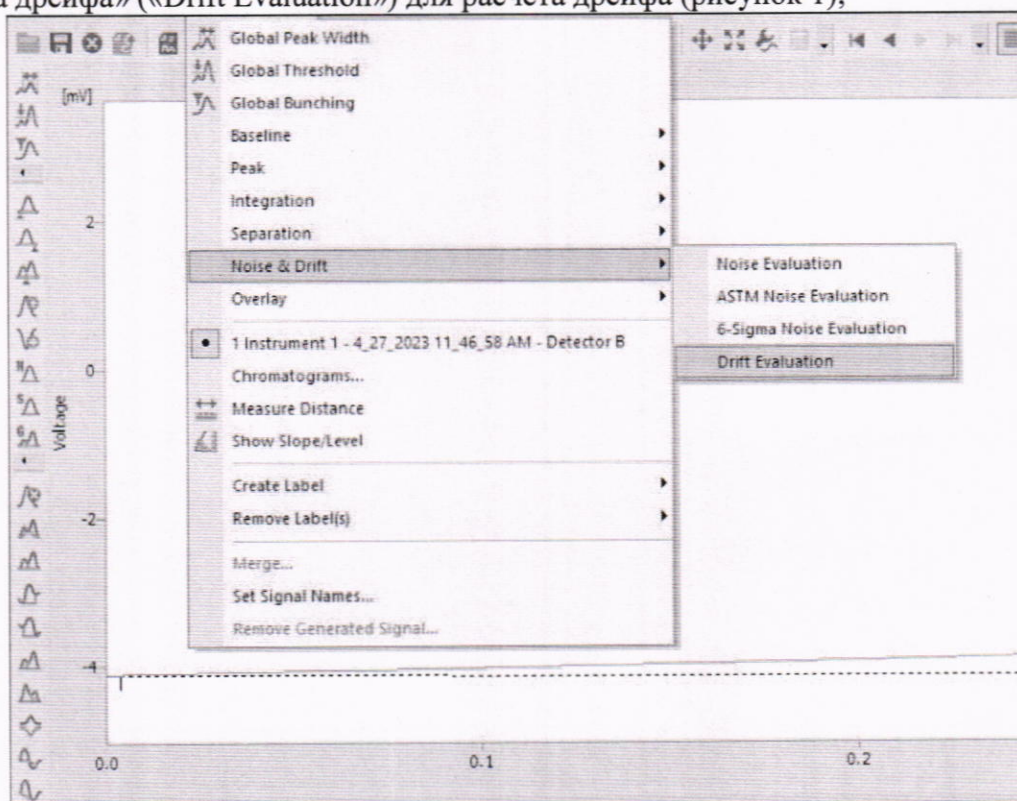


Рисунок 1 – Процедура определения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

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

All Signals Result Table (Uncal - Instrument 1 - 4_27_2023 11_46_58 AM)
Detector B - ASTM Noise (0.11-0.59 min): 0.0899 [mV] Drift (0.09-0.69 min): 44.1154 [mV/h]

	Signal Name	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]	PDA Peak Purity	Compound
1	Detector B	1.410	51.882	1.026	28.0	9.5	1.11	997	
2	Detector B	1.787	63.409	6.911	34.2	64.3	0.10	447	
3	Detector B	2.118	64.304	2.162	34.6	20.1	0.66	998	
4	Detector B	4.513	6.010	0.642	3.2	6.0	0.10	998	
	All Signals Tot		185.604	10.740	100.0	100.0			

Рисунок 2 – Отображение результата определения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Записывают в протокол произвольной формы значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала. Полученные значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала должны соответствовать данным таблиц 1 и 3.

12.2 Из полученной хроматограммы по п. 11.2.3 рассчитывают предел детектирования C_{min} , г/см³ для контрольного компонента по формуле

$$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot C_i \cdot V \cdot 0,06}{S \cdot \vartheta}, \quad (1)$$

где Δx – уровень флуктуационных шумов, определенный по п. 12.1;
 C_i – массовая концентрация компонента в контрольном растворе, г/см³;
 V – объем пробы, мм³;
 S – площадь пика контрольного компонента;
 ϑ – скорость потока элюента, см³/мин.

Примечание – о размерности измеряемых величин в ПО хроматографов EX1800.

Размерность уровня флуктуационных шумов Δx , дрейфа нулевого сигнала и площади пика S для детекторов спектрофотометрических моделей EX1800 UVD, EX1800 UV VIS, EX1800 UV отображается в ПО – mAU, mAU/h и mAU·s, соответственно. 1 mAU = 1·10⁻³ Б, 1 mAU/h = 1·10⁻³ Б/ч, 1 mAU·s = 1·10⁻³ Б·с.

Размерность уровня флуктуационных шумов Δx , дрейфа нулевого сигнала и площади пика S для детектора диодно-матричного EX1800 PDA отображается в ПО – mV, mV/h и mV·s, соответственно. 1 mV = 1·10⁻³ Б, 1 mV/h = 1·10⁻³ Б/ч, 1 mV·s = 1·10⁻³ Б·с.

Размерность уровня флуктуационных шумов Δx и площади пика S для детектора флуориметрического EX1800 FLD отображается в ПО – а.и. и а.и.·с, соответственно. 1 а.и. = 1 мВ, 1 а.и.·с = 1 мВ·с.

Размерность уровня флуктуационных шумов Δx , дрейфа нулевого сигнала и площади пика S для детектора рефрактометрического EX1800 RID отображается в ПО – mV, mV/h и mV·s, соответственно. 1 mV = 1·10⁻⁶, 1 mV/h = 1·10⁻⁶ ч⁻¹, 1 mV·s = 1·10⁻⁶ с. Показатель преломления, регистрируемый рефрактометрическим детектором, является безразмерной физической величиной.

Полученное значение предела детектирования должно соответствовать данным таблиц 1 и 3.

12.3 Из полученной хроматограммы по п. 11.3.2 рассчитывают чувствительность, θ , (мВ·с)/г для антрацена по формуле

$$\theta = \frac{S \cdot 1000}{C_a \cdot V}, \quad (2)$$

где C_a – массовая концентрация антрацена в контрольном растворе, г/см³;
 V – объем пробы, мм³;
 S – площадь пика антрацена;

Полученное значение чувствительности должно соответствовать данным таблицы 2.

12.4 Используя данные, полученные в п. 11.4, рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений площади пика контрольного компонента σ_s , %, по формуле

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

где n – количество измерений;
 S_i – площадь пика контрольного вещества при i -ом измерении;

\bar{S} – среднеарифметическое значение результатов измерений площадей пика контрольного вещества:

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^n S_i}{n}. \quad (4)$$

Полученное значение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений выходного сигнала должно соответствовать данным таблиц 1-3.

12.5 Используя данные, полученные в п. 11.4, рассчитывают относительное среднее квадратическое отклонение результатов измерений времени удерживания контрольного компонента σ_t , % по формуле

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n - 1}}, \quad (5)$$

где n – количество измерений;

t_i – время удерживания контрольного компонента при i -ом измерении, мин;

\bar{t} – среднеарифметическое значение результатов измерений времени удерживания контрольного компонента, мин

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=1}^n t_i}{n}. \quad (6)$$

Полученное значение относительного среднего квадратического отклонения результатов измерений времени удерживания должно соответствовать данным таблиц 1-3.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки хроматограф признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на хроматограф не предусмотрено. Пломбирование хроматографа не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки хроматограф признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях о результатах поверки приводят данные о составе поверенного средства измерений.

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



А.С. Засухин

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов

A.1 Для приготовления контрольных растворов используются:

- стандартные образцы по п. 6 настоящей методики поверки;
- мерные колбы вместимостью 10,0 см³, 100,0 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 1770-74;
- градуированные пипетки вместимостью 1,0 см³ и 5,0 см³ не хуже 2 класса точности по ГОСТ 2927-91;
- одноканальные механические дозаторы варьированного объема дозирования в диапазоне от 100 до 1000 мм³;
- весы лабораторные с диапазоном измерений от 0,001 до 200 г и первым специальным классом точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- вода для лабораторного анализа 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005;
- ацетонитрил, оптическая плотность на длине волны 200 нм не более 0,025.

A.2 В таблице A.1 приведены контрольные растворы, используемые для поверки хроматографов.

Таблица A.1 – Контрольные растворы

№	Наименование контрольного раствора	Концентрация контрольного компонента	Поверяемый детектор
1.	Раствор кофеина в воде	от 5·10 ⁻⁶ до 2·10 ⁻⁵ г/см ³ (от 5 до 20 мкг/см ³)	– EX1800 UVD – EX1800 UV VIS – EX1800 UV – EX1800 PDA
2.	Раствор антрацена в ацетонитриле	от 1·10 ⁻⁶ до 1·10 ⁻⁵ г/см ³ (от 1 до 10 мкг/см ³)	– EX1800 UVD – EX1800 UV VIS – EX1800 UV – EX1800 PDA
3.	Раствор антрацена в ацетонитриле	от 5·10 ⁻⁷ до 5·10 ⁻⁶ г/см ³ (от 0,5 до 5 мкг/см ³)	– EX1800 FLD
4.	Раствор сахарозы в воде	от 1·10 ⁻⁴ до 3·10 ⁻⁴ г/см ³ (от 100 до 300 мкг/см ³)	– EX1800 RID

Перед проведением процедуры поверки готовят свежие контрольные растворы.

A.3 Приготовление контрольного раствора кофеина (контрольный раствор № 1)

A.3.1 Навеску ГСО 11872-2022 массой около 0,1 г, взятую на весах лабораторных с точностью 1 мг, вносят в мерную колбу вместимостью 100,0 см³, добавляют около 50 см³ воды для лабораторного анализа 1-ой степени очистки, тщательно перемешивают раствор до полного растворения кофеина. Водой доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию кофеина в промежуточном растворе $C_{0\text{коф}}$, г/см³, по формуле

$$C_{0\text{коф}} = \frac{A_{\text{коф}} \cdot m_{\text{коф}}}{100 \cdot V_{\text{к}}}, \quad (\text{A.1})$$

где $m_{\text{коф}}$ – масса ГСО 11872-2022, г;

$A_{\text{коф}}$ – аттестованное значение массовой доли кофеина в ГСО 11872-2022, %;

$V_{\text{к}}$ – объем колбы, см³.

A.3.2 От раствора, приготовленного по п. A.3.1, отбирают 1 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³, водой доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию кофеина в контрольном растворе № 1 $C_{1\text{коф}}$, г/см³, по формуле

$$C_{1\text{коф}} = \frac{C_{0\text{коф}} \cdot V_{0\text{коф}}}{V_{\text{к}}}, \quad (\text{A.2})$$

где $V_{0\text{коф}}$ – объем аликвоты, отбираемый от промежуточного раствора кофеина по п. А.3.1, см^3 .

Допускается проводить разбавление контрольного раствора при помощи соответствующего элюента по таблице 8 (ацетонитрил / вода – 80 % / 20 %).

А.4 Приготовление контрольного раствора антрацена (контрольный раствор № 2)

А.4.1 Отбирают от ГСО 8749-2006 $0,5 \text{ см}^3$, помещают в мерную колбу вместимостью $10,0 \text{ см}^3$, ацетонитрилом доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию антрацена в контрольном растворе № 2 $C_{2\text{антр}}$, $\text{г}/\text{см}^3$, по формуле

$$C_{2\text{антр}} = \frac{A_{\text{антр}} \cdot V_{0\text{антр}}}{V_{\text{к}}}, \quad (\text{A.3})$$

где $A_{\text{антр}}$ – аттестованное значение массовой концентрации антрацена в ГСО 8749-2006, $\text{г}/\text{см}^3$;

$V_{0\text{антр}}$ – объем аликвоты, отбираемый от ГСО 8749-2006, см^3 .

Допускается проводить разбавление контрольного раствора при помощи соответствующего элюента по таблице 8 (ацетонитрил / вода – 80 % / 20 %).

А.5 Приготовление контрольного раствора антрацена (контрольный раствор № 3)

А.5.1 От раствора, приготовленного по п. А.4.1, отбирают 1 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью $10,0 \text{ см}^3$, ацетонитрилом доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию антрацена в контрольном растворе № 3 $C_{3\text{антр}}$, $\text{г}/\text{см}^3$, по формуле

$$C_{3\text{антр}} = \frac{C_{2\text{антр}} \cdot V_{1\text{антр}}}{V_{\text{к}}}, \quad (\text{A.4})$$

где $V_{1\text{антр}}$ – объем аликвоты, отбираемый контрольного раствора №2, см^3 .

А.6 Приготовление контрольного раствора сахарозы (контрольный раствор № 4)

А.6.1 Навеску ГСО 11886-2022 массой около $0,2 \text{ г}$, взятую на весах лабораторных с точностью 1 мг , вносят в мерную колбу вместимостью $100,0 \text{ см}^3$, добавляют около 50 см^3 воды для лабораторного анализа 1-ой степени очистки, тщательно перемешивают раствор до полного растворения сахарозы. Водой доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию сахарозы в промежуточном растворе $C_{0\text{сах}}$, $\text{г}/\text{см}^3$, по формуле

$$C_{0\text{сах}} = \frac{A_{\text{сах}} \cdot m_{\text{сах}}}{100 \cdot V_{\text{к}}}, \quad (\text{A.5})$$

где $m_{\text{сах}}$ – масса ГСО 11886-2022, г ;

$A_{\text{сах}}$ – аттестованное значение массовой доли сахарозы в ГСО 11886-2022, %.

А.6.2 От раствора, приготовленного по п. А.6.1, отбирают 1 см^3 , помещают в мерную колбу вместимостью $10,0 \text{ см}^3$, водой доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию сахарозы в контрольном растворе № 4 $C_{4\text{сах}}$, $\text{г}/\text{см}^3$, по формуле

$$C_{4\text{сах}} = \frac{C_{0\text{сах}} \cdot V_{0\text{сах}}}{V_{\text{к}}}, \quad (\text{A.6})$$

где $V_{0\text{сах}}$ – объем аликвоты, отбираемый от промежуточного раствора сахарозы по п. А.6.1, см^3 .

Допускается приготовление контрольных растворов № 1-4 путем последовательного объемного разбавления исходных стандартных образцов, используя иной шаг разбавления, если концентрации полученных контрольных растворов соответствуют таблице Таблица А.1.