



ВНИИМС

Федеральное государственное
бюджетное учреждение
«Всероссийский научно-исследовательский
институт метрологической службы»

119361, г. Москва, вн. тер. г. муниципальный
округ Очаково-Матвеевское, ул. Озерная, д. 46

Тел.: (495) 437 55 77
E-mail: Office@vniims.ru

Факс: (495) 437 56 66
www.vniims.ru

СОГЛАСОВАНО

Заместитель директора ФГБУ «ВНИИМС»

Ф.В. Булыгин

2023 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные EX1800

Методика поверки

009-43-23 МП

Москва
2023 г.

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные EX1800, зав. № U22118213/F23018510/R22118803, зав. № F23038517/E23019102, зав. № U23038227/F23038516, зав. № U23038226, зав. № A23018912, зав. № U23048228, зав. № U22118214/F22118507 и зав. № A23048918/R23048807/E23039105 (далее – хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодических поверок.

Используемые средства поверки обеспечивают прослеживаемость хроматографов:

ГСО 8749-2006 раствора антрацена в ацетонитриле - к ГПЭ единицы массы - килограмма ГЭТ 3-2020, что обеспечивается посредством использования поверенных средств измерений (весов и мерных колб) через неразрывную цепь поверок в соответствии с ГПС для СИ массы, утвержденной приказом Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г. и ГПС для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной приказом Росстандарта №2356 от 26.09.2022 г.;

ГСО 11683-2021 молярной концентрации глюкозы в растворе – к ГПЭ единицы массы - килограмма ГЭТ 3-2020, в соответствии с ГПС для СИ массы, утвержденной приказом Росстандарта № 1622 от 04.07.2022 г., к ГПЭ единицы объема жидкости в диапазоне от $1,0 \cdot 10^{-9}$ до $1,0 \text{ м}^3$ ГЭТ 216 -2018, в соответствии с ГПС для средств измерений массы и объема жидкости в потоке, объема жидкости и вместимости при статических измерениях, массового и объемного расходов жидкости, утвержденной приказом Росстандарта №2356 от 26.09.2022 г.; к ГПЭ единицы величины массовой доли компонента (%) к ГЭТ 176-2019 единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии, в соответствии с ГПС для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта №148 от 19.02.2021 г.;

ГСО 11872-2022 состава кофеина - к 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 ГЭТ 208-2019, в соответствии с ГПС для средств измерений содержания органических и элементоорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Росстандарта от 10.06.2021 г. № 988.

Метод поверки включает применение средств измерений и стандартного образца утвержденного типа, приготовление контрольных растворов с известной концентрацией, определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования, определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Соотношение размерности измеряемых величин в программном обеспечении хроматографов приведена в приложении 1.

В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов: EX1800 UV-VIS ($\lambda=273$ нм), Б, не более EX1800 UV D ($\lambda=273$ нм), Б, не более EX1800 PDA ($\lambda=273$ нм), Б, не более EX1800 FLD ($\lambda_{\text{возб.}}=290$ нм, $\lambda_{\text{рег.}}=330$ нм), мВ, не более EX1800 RI, ед.рефр., не более EX1800 ELSD, В, не более	$1 \cdot 10^{-4}$ $5 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-4}$ 0,5 $6 \cdot 10^{-9}$ $5 \cdot 10^{-4}$
Дрейф нулевого сигнала детекторов EX1800 UV-VIS ($\lambda=273$ нм), Б/ч, не более EX1800 UV D ($\lambda=273$ нм), Б/ч, не более EX1800 PDA ($\lambda=273$ нм), Б/ч, не более EX1800 FLD ($\lambda_{\text{возб.}}=290$ нм, $\lambda_{\text{рег.}}=330$ нм), мВ/ч, не более EX1800 RI, ед.рефр./ч, не более EX1800 ELSD, В/ч, не более	$1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-4}$ 20 $1 \cdot 10^{-5}$ $5 \cdot 10^{-3}$
Предел детектирования EX1800 UV-VIS по кофеину, г/см ³ , не более EX1800 UV D по кофеину, г/см ³ , не более EX1800 PDA по кофеину, г/см ³ , не более EX1800 FLD по антрацену, г/см ³ , не более EX1800 RI по глюкозе, г/см ³ , не более EX1800 ELSD по глюкозе, г/см ³ , не более	$1 \cdot 10^{-8}$ $1 \cdot 10^{-8}$ $5 \cdot 10^{-8}$ $1 \cdot 10^{-8}$ $5 \cdot 10^{-8}$ $1 \cdot 10^{-4}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения (ОСКО) результатов измерений детекторов, %, не более: EX1800 UV-VIS, EX1800 UV D, EX1800 PDA, EX1800 FLD, EX1800 RI: - по площади пика - времени удержания EX1800 ELSD: - по площади пика - времени удержания	 5,0 1,5 7,0 2,0

1 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 2
Таблица 2

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
1. Внешний осмотр	Да	Да	6
2. Подготовка к поверке и опробование	Да	Да	7
3. Проверка программного обеспечения	Да	Да	8

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер пункта методики, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
4. Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	9
5. Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	Да	Да	9.1
6. Определение предела детектирования	Да	Да	9.2
7. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика, времени удержания)	Да	Да	9.3
8. Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	9.4
9. Оформление результатов поверки	Да	Да	10

1.2 Конструктивно хроматографы выполнены в виде настольных блочных приборов, компоновка которых осуществляется в зависимости от комплекта поставки. Состав поверяемого хроматографа указан в руководстве по эксплуатации на хроматограф. Поверка хроматографа осуществляется в комплекте поставки, указанной в руководстве по эксплуатации на хроматограф.

1.3 На основании письменного заявления владельца хроматографа или лица, предоставившего хроматограф на поверку, оформленного в произвольной форме, в случае наличия нескольких детекторов на поверяемом хроматографе, допускается проведение периодической поверки на меньшем числе детекторов с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

2 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|----------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | от 15 до 25 |
| – атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,0 |
| – относительная влажность воздуха, % | не более 80 |

3 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, владеющие методом анализа, знающие принцип действия, конструкцию и правила эксплуатации хроматографов.

Для получения данных допускается участие операторов, обслуживающих хроматограф (под контролем поверителя).

4 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют основные и вспомогательные средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 7.2 Проверка условий проведения поверки	Средства измерений температуры окружающего воздуха в диапазоне от 0 до + 50 °С, предел допускаемой погрешности измерений $\pm 0,5$ °С Средства измерений относительной влажности окружающего воздуха в диапазоне от 5 % до 95% предел допускаемой абсолютной погрешности ± 2 %, Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 600 до 1100 мбар предел допускаемой абсолютной погрешности ± 3 мбар	Измеритель комбинированный Testo 176-P1, рег. №48550-11
п. 7.1 Подготовка контрольных растворов – Приложение 2 п. 9 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия средств измерений метрологическим требованиям	Средства измерений переменного объема от 100 до 1000 мкл, предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения фактического объема дозы 1,0 %	Дозаторы пипеточные Eppendorf Research Plus одноканальные с переменным объемом дозирования от 100 до 1000 мкл Рег. №55543-13
	Средство измерений массы по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с верхним пределом взвешивания 200 г класса точности 1 – специальный	Весы неавтоматического действия CPA225D-0CE, рег. №54391-13
	Средства измерений объема вместимостью 100 мл, 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74	Колбы мерные вместимостью 100 мл
	Средства измерений объема вместимостью 50 мл со шкалой по ГОСТ 25336-82	Стаканы В-1-50ТС
	СО с аттестованным значением молярной концентрации глюкозы 10 ммоль/дм ³ , допускаемые значения относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3\%$ при $P=0,95$	ГСО 11683-2021 молярной концентрации глюкозы в растворе (комплект РГ), индекс СО: РГ-3
	СО с аттестованным значением массовой доли кофеина, массовая доля кофеина не менее 97,0%, допускаемые значения абсолютной погрешности аттестованного значения $\pm 1,0\%$ при $P=0,95$	ГСО 11872-2022 состава кофеина (Кфн СО УНИИМ)
	СО с аттестованным значением массовой концентрации антрацена от 0,19 до 0,21 мг/см ³ , допускаемые значения относительной погрешности аттестованного значения $\pm 2\%$ при $P=0,95$	ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле (СО-Антр)
Вспомогательное оборудование:		

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	Метанол «о.с.ч.» по ТУ 20.14.22-003-62112778-2020 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018 Колонки для ВЭЖХ/УВЭЖХ типов С-18 и С-18 «Аква» Магнитная мешалка	
Примечание - Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, утвержденного типа стандартные образцы, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.		

5 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки выполняют требования безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации хроматографа.

6 ВНЕШНИЙ ОСМОТР СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности поверяемого хроматографа требованиям эксплуатационной документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепёжных деталей;
- отсутствие видимых механических повреждений, влияющих на работоспособность хроматографа.

7 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

7.1 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы, содержание анализируемых компонентов в которых приведено в таблице 4. Процедура приготовления контрольного раствора приведена в приложении 2.

Таблица 4

Контрольный раствор	Массовая концентрация анализируемых компонентов, мг/дм ³	Объем пробы, мкл	Детектор
Водный раствор кофеина	100	10	EX1800 UV D EX1800 UV-VIS EX1800 PDA
Антрацен в метаноле	0,01	10	EX1800 FLD
Водный раствор глюкозы (раствор РГ-3)	1801,6 (10 ммоль/л)	10	EX1800 RI EX1800 ELSD

Перед проведением процедуры поверки готовят свежие контрольные растворы.

7.2 Проверяют условия проведения поверки.

7.3 Опробование.

Хроматограф готовят к работе в соответствии с разделом 4 руководства по эксплуатации. Результаты опробования считают положительными, если после выхода на режим не появляются информационные сообщения программного обеспечения, указывающие на возникновение фатальных ошибок.

8 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Метрологически значимым файлом является файл EX-Clarity.exe, расположенный в папке «X:\EX-Clarity\Bin».

Запускают ПО EX-Clarity. Название ПО указано в верхней части открывшегося окна. Открывают вкладку (Помощь)Help/(О программном продукте)About. В открывшемся окне высвечивается номер версии ПО – рисунок 1

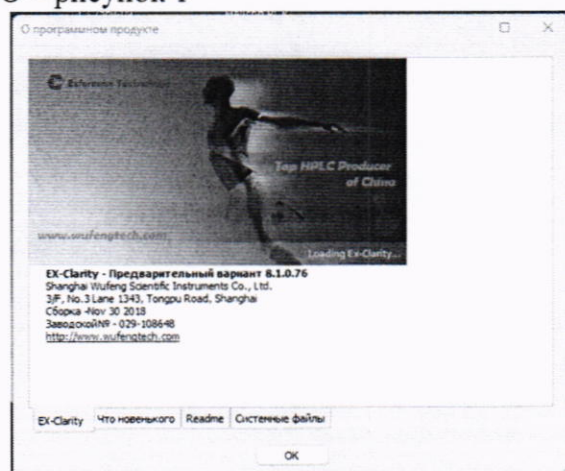


Рисунок 1- Номер версии ПО

Запускают интегрированную среду сценариев Windows PowerShell ISE (Пуск/Windows PowerShell ISE), во вкладке «Команды/Commands» выбирают команду Get-FileHash, в параметрах для «Get-FileHash» в строке «Path*» задают путь к файлу EX-Clarity.exe заключенный в кавычки, в строке «Algorithm» выбирают алгоритм вычисления «MD5». Нажимают кнопку «Запустить/Run» - рисунок 2

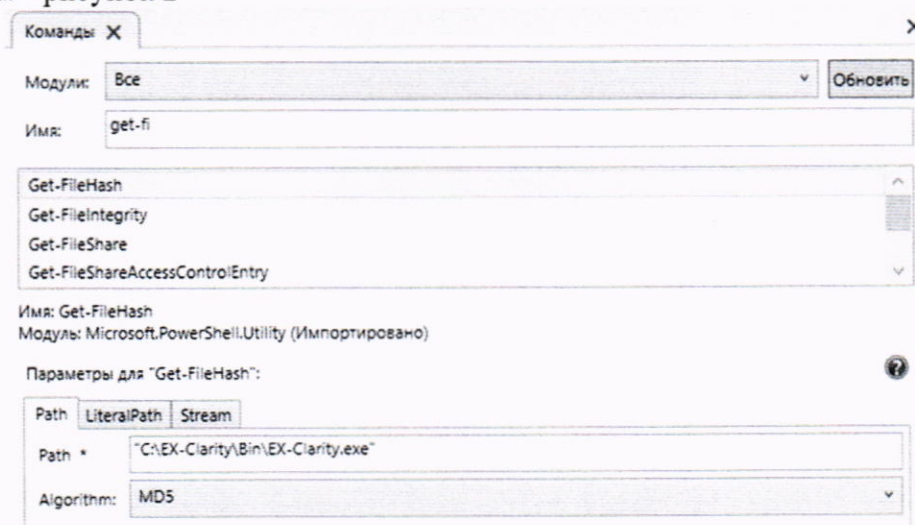


Рисунок 2 – Вычисление контрольной суммы

В окне «Сценарий/Script» выводится цифровой идентификатор ПО (Hash) –рисунок 3.

Algorithm	Hash	Path
MD5	948DCEA88502CF98955D9428B9322492	C:\EX-Clarity\Bin\EX-Clarity.exe

Рисунок 3 – Результат вычисления контрольной суммы метрологически значимого файла EX-Clarity.exe

Цифровой идентификатор ПО и номер версии должны соответствовать приведенным в таблице 7.

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

9.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

9.1.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала выполняют на детекторах EX1800 UV-VIS, EX1800 UV D, EX1800 PDA и EX1800 RI со снятой разделительной колонкой, вместо колонки устанавливают капилляр, на детекторах EX1800 FLD и EX1800 ELSD с подключенной разделительной колонкой. Параметры детекторов, капилляра и разделительных колонок приведены в таблице 5.

Таблица 5

Наименование детектора	Параметры детектора	Элюент	Скорость потока, см ³ /мин	Колонка
Детекторы Спектрофотометрические: EX1800 UV D EX1800 UV-VIS	Лампа: дейтериевая Частота опроса: 10 Гц Время интегрирования: 10 мс Длина волны: 273 нм	Вода	1	Капилляр из стали нержавеющей или РЕЕК (Рекомендуемые параметры: внутренний диаметр 0,1 мм, длина 4 м), создающий противодавление в диапазоне от 2 до 10 МПа на скорости 1 см ³ /мин
Детектор диодно-матричный EX1800 PDA	Лампа: дейтериевая Частота опроса: 10 Гц Постоянная времени: 1 с Длина волны: 273 нм	Вода		
Детектор рефрактометрический EX1800 RI	Частота опроса: 0,4 Гц Полярность: нормальная Температура ячейки: 35 °С	Вода		
Детектор флуориметрический EX1800 FLD	Длина волны излучения: 290 нм Длина волны детекции: 330 нм	Метанол		С-18, Температура термостата: 25 °С
Детектор светорассеяния EX1800 ELSD	Температура в камере: 70 °С Температура испарителя: 90 °С	Вода		С-18 «Аква», Температура термостата: 35 °С

9.1.2 Заполняют элюентом аналитический тракт хроматографа, ожидают выхода хроматографа на режим и стабилизацию базовой линии. Рекомендуемое время стабилизации не менее 6 часов.

9.1.3. Обнуляют сигнал детектора и проводят запись хроматограммы без инъекции в течение не менее 90 минут.

9.1.4 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с. За дрейф нулевого сигнала принимают модуль смещения нулевого сигнала в течение 60 минут.

При помощи ПО хроматографа проводят обработку хроматограммы, полученной по п. 9.1.3, в следующей последовательности:

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

- в поле хроматограммы нажимают правую клавишу мыши или в меню «Хроматограмма» («Chromatogram») выбирают «Шум и дрейф» («Noise & Drift»), затем 1) «Оценка шума» («Noise Evaluation») для расчета шума и 2) «Оценка степени ухода» («Drift Evaluation») для расчета дрейфа (рисунок 4);

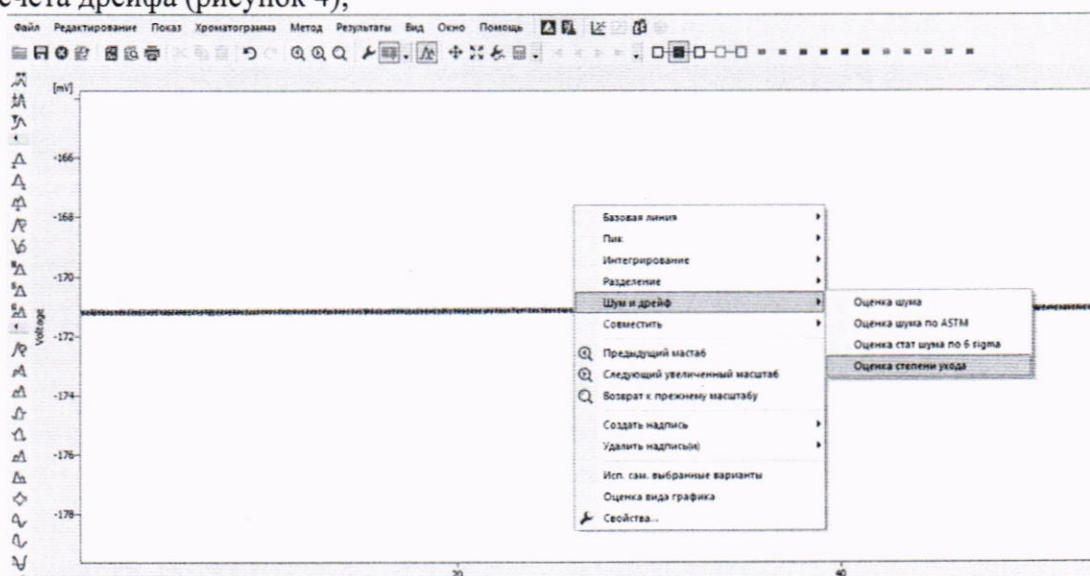


Рисунок 4 – Процедура определения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

- для оценки шума и дрейфа первые 10-20 минут хроматограммы не учитываются;
- выбирают участок на хроматограмме продолжительностью 60 минут, где необходимо провести оценку шума и дрейфа;
- считывают результаты в окне «Результаты» («Results») (Рисунок 5).

Таблица результатов (Без калибровки - C:\Wufing испытания\RI\сер. № R22118803\Nois_Drift_RI - RID)									
Уровень шума (61.00-61.17 мин): 0.0022 [mV] Уход базовой линии (18.31-79.85 мин): -4.9424 [mV/час]									
Время уд. [мин]	Момент начала [мин]	Момент завершения [мин]	Значение для вычисления	Начальное значение [mV]	Значение для конеч. точки	Площадь [mV.сек]	Высота [mV]	Площадь [%]	Высота [%]

Рисунок 5 – Отображение результатов определения флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Записывают в протокол произвольной формы значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала. В качестве значения дрейфа нулевого сигнала принимается модуль смещения уровня нулевого сигнала относительно базовой линии.

9.2 Определение предела детектирования

9.2.1 Предел детектирования определяют с использованием контрольных растворов, приведенных в таблице 4, приготовленных в соответствии с приложением 2 настоящей методики поверки. Измерения проводят с использованием разделительных колонок, указанных в таблице 5.

9.2.2 В зависимости от проверяемого детектора задают параметры измерений, указанные в таблице 6. Ожидают выхода хроматографа на режим и стабилизацию базовой линии не менее 60 минут.

Таблица 6

Наименование детектора	Параметры детектора	Элюент	Скорость потока, см ³ /мин	Колонка
Детекторы Спектрофото-метрические: EX1800 UV D	Лампа: дейтериевая Частота опроса: 10 Гц	Вода	0,4	Капилляр из стали нержавеющей или РЕЕК (Рекомендуемые)

Наименование детектора	Параметры детектора	Элюент	Скорость потока, см ³ /мин	Колонка
EX1800 UV-VIS	Время интегрирования: 10 мс Длина волны: 273 нм			параметры: внутренний диаметр 0,1 мм, длина 4 м), создающий противодавление в диапазоне от 2 до 10 МПа на скорости 1 см ³ /мин
Детектор диодно-матричный EX1800 PDA	Лампа: дейтериевая Частота опроса: 10 Гц Постоянная времени: 1 с Длина волны: 273 нм	Вода	0,4	
Детектор рефрактометрический EX1800 RI	Частота опроса: 0,4 Гц Полярность: нормальная Температура ячейки: 35 °С	Вода	0,4	
Детектор флуориметрический EX1800 FLD	Длина волны излучения: 258 нм Длина волны детекции: 404 нм	Метанол : вода (85 : 15)	0,4	С-18, Температура термостата: 25 °С
Детектор светорассеяния EX1800 ELSD	Температура в камере: 70 °С Температура испарителя: 90 °С	Вода	0,4	С-18 «Аква», Температура термостата: 35 °С

9.2.3 После выхода хроматографа на режим вводят 10 мм³ контрольного раствора автоматически при помощи блока подготовки и ввода образцов, регистрируют хроматограмму. Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз.

Операцию по вводу контрольных растворов повторяют несколько раз до получения шести достоверных результатов измерений.

9.2.4 Из полученных хроматограмм по п. 9.2.3 рассчитывают предел детектирования C_{min} , г/см³, для контрольного компонента по формуле (1)

$$C_{min} = \frac{2\Delta x C v_{\text{доз}} \cdot 10^{-9} \cdot 60}{\bar{S} V} \quad (1)$$

где Δx – уровень флуктуационных шумов, определенный по п. 9.1.4;
 C – массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм³;
 $v_{\text{доз}}$ – объем введенной пробы контрольного вещества, мм³;
 $\bar{S}$ – среднеарифметическое значение площади пика контрольного вещества;
 V – скорость потока элюента, см³/мин.

Записывают в протокол произвольной формы значения предела детектирования.

9.3 Определение относительного среднего квадратичного отклонения (ОСКО) результатов измерений выходного сигнала и времени удержания.

9.3.1 Используя данные хроматограмм, полученные по п. 9.2.3, вычисляют относительное среднее квадратичное отклонение значения выходных сигналов по формуле (2):

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

где X_i – i -ое значение выходного сигнала (времени удержания или площади пика);
 n – число измерений;
 $\bar{X}$ – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (времени удержания или площади пика).

Записывают в протокол произвольной формы значения относительного среднего квадратичного отклонения выходных сигналов (площади пика, времени удержания).

9.4 Подтверждение соответствия си метрологическим требованиям

Хроматограф считается прошедшим поверку, если выполняются условия, изложенные в пунктах 9.4.1-9.4.5.

9.4.1 Условия поверки соответствуют п. 2.

9.4.2 Результаты проверки ПО соответствуют приведенным в таблице 7.

Таблица 7 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Наименование программного обеспечения	EX-Clarity
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	8.1.0.76
Цифровой идентификатор ПО	948DCEA8B502CF98955D9428B9322492
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	MD5

9.4.3 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала не превышает значений, указанных в таблице 1.

9.4.4 Дрейф нулевого сигнала не превышает значений, указанных в таблице 1.

9.4.5 Предел детектирования не превышает значений, указанных в таблице 1.

9.4.6 Значения относительного СКО выходного сигнала по площади пика и по времени удержания не превышают значений, указанных в таблице 1.

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1 Результаты поверки заносят в протокол произвольной формы.

10.2 Положительные результаты поверки хроматографа оформляют в соответствии с приказом Минпромторга России № 2510 от 31.07.2020 г.

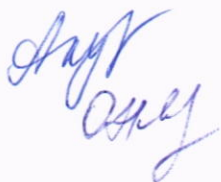
10.3 При отрицательных результатах хроматограф признается непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты поверки в соответствии с приказом Минпромторга России № 2510 от 31.07.2020 г.

10.4 Сведения о результатах поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

10.5 При наличии письменного заявления владельца или лица, предоставляющего хроматограф на поверку, свидетельство о поверке СИ или извещение о непригодности к применению СИ оформляются на бумажном носителе или в виде электронного документа (при наличии технической возможности).

Начальник лаборатории

Ведущий инженер



Е.В. Кулябина

О.Н. Мелкова

Приложение 1
(обязательное)

Соотношение размерности измеряемых величин, отображаемых в программном обеспечении EX-Clarity

Наименование детектора	Размерность измеряемой величины отображаемой в ПО	Соответствие измеряемых величин
Детекторы спектрофотометрические EX1800 UV D и EX1800 UV-VIS: уровень флуктуационных шумов дрейф нулевого сигнала площадь пика	mAU mAU/h $mAU \cdot s$	$1 \cdot 10^{-3} Б$ $1 \cdot 10^{-3} Б/ч$ $1 \cdot 10^{-3} Б \cdot с$
Детектор диодно-матричный EX1800 PDA: уровень флуктуационных шумов дрейф нулевого сигнала площадь пика	mV mV/h $mV \cdot s$	$1 \cdot 10^{-3} Б$ $1 \cdot 10^{-3} Б/ч$ $1 \cdot 10^{-3} Б \cdot с$
Детектор флуориметрический EX1800 FLD: уровень флуктуационных шумов дрейф нулевого сигнала площадь пика	$a.u.$ $a.u./h$ $a.u. \cdot s$	$1 мВ$ $1 мВ/ч$ $1 мВ \cdot с$
Детектор рефрактометрический EX1800 RI: уровень флуктуационных шумов дрейф нулевого сигнала площадь пика	mV mV/h $mV \cdot s$	$1 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр. $1 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр./ч $1 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр. · с
Детектор светорассеяния EX1800 ELSD: уровень флуктуационных шумов дрейф нулевого сигнала площадь пика	mV mV/h $mV \cdot s$	$1 мВ$ $1 мВ/ч$ $1 мВ \cdot с$

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

1. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 Стандартные образцы по п. 4 настоящей методики.
- 1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 200 г.
- 1.3 Колбы мерные наливные 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.
- 1.4 Дозаторы пипеточные Eppendorf Research Plus одноканальные с переменным объемом дозирования от 100 до 1000 мкл.
- 1.5 Метанол «о.с.ч.» по ТУ 20.14.22-003-62112778-2020.
- 1.6 Вода дистиллированная деионизированная по ГОСТ Р 58144-2018.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление контрольного раствора кофеина

2.1.1 Навеску ГСО 11872-2022 массой около 10 мг, взвешенную на весах лабораторных, вносят в мерную колбу вместимостью 100,0 см³, добавляют около 50 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают раствор до полного растворения кофеина. Водой доводят до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию кофеина в растворе, $C_{\text{коф}}$, г/см³, по формуле

$$C_{\text{коф}} = \frac{A_{\text{коф}} \cdot m_{\text{коф}}}{100 \cdot V_{\text{к}}} \quad (1.1)$$

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.

2.2 Приготовление контрольного раствора антрацена

2.2.1 Приготовление раствора А с массовой концентрацией антрацена 1 мг/дм³.

2.2.2 Отбирают от ГСО 8749-2006 0,5 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³, метанолом доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию антрацена в получившемся растворе А, $C_{\text{Аантр}}$, г/см³, по формуле

$$C_{\text{Аантр}} = \frac{A_{\text{антр}} \cdot V_{\text{антр}}}{V_{\text{к}}} \quad (1.2)$$

где $A_{\text{антр}}$ – аттестованное значение массовой концентрации антрацена в ГСО 8749-2006, г/см³;
 $V_{\text{антр}}$ – объем аликвоты, отбираемый от ГСО 8749-2006, см³;
 $V_{\text{к}}$ – объем колбы, см³.

2.2.3 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией антрацена 0,01 мг/дм³.

2.2.4 Отбирают от раствора А 1,0 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см³, метанолом доводят объем раствора до риски мерной колбы, тщательно перемешивают получившийся раствор. Рассчитывают массовую концентрацию антрацена в получившемся контрольном растворе, $C_{\text{антр}}$, г/см³, по формуле

$$C_{\text{антр}} = \frac{C_{\text{Аантр}} \cdot V_{\text{Аантр}}}{V_{\text{к}}} \quad (1.2)$$

где $V_{\text{Аантр}}$ – объем аликвоты, отбираемый от раствора А, см³;
 $V_{\text{к}}$ – объем колбы, см³.

2.3 Допускается приготовление контрольных растворов, указанных в таблице 4 настоящей методики поверки, путем последовательного разбавления исходных стандартных образцов, используя иной шаг разбавления, при условии соответствия концентрации полученных контрольных растворов таблице 4 настоящей методики поверки.