

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УНИТАРНОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"
(ФГУП "ВНИИМС")**

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГБУ "ВНИИМС"



А.Е. Колонин

" 16 " 02 2023 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

ХРОМАТОГРАФЫ ЖИДКОСТНЫЕ «Стайер М»

**МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
4215-032-81696414-12МП**

с изменением № 3

**г. Москва
2023 г.**

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные «Стайер М» (далее - хроматографы) со спектрофотометрическим UVV-105, флуориметрическим DFL-203, рефрактометрическим REF-105, кондуктометрическим CDD-520, амперометрическим (электрохимическим) AD-410 детекторами, детектором на диодной матрице DAD-101 и низкотемпературным испарительным детектором светорассеяния SEDEX-LC, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Прослеживаемость результатов измерений при поверке хроматографов жидкостных «Стайер М» обеспечивается согласно ГОСТ Р 8.735.0-2011 "ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Основные положения":

- 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 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 величины, воспроизводимой стандартным образцом.

Методика поверки 4215-032-81696414-12МП "ГСИ. ХРОМАТОГРАФЫ ЖИДКОСТНЫЕ «СТАЙЕР М». МЕТОДИКА ПОВЕРКИ" с изменением № 3 распространяется на средства измерений изготовленные после приказа о внесении изменений в сведения об утвержденном типе.

Интервал между поверками – 1 год.

2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Обязательное проведение операции при проведении поверки	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7.1.	Да	Да
Опробование: - проверка идентификационных данных программного обеспечения (ПО)	9	Да	Да
- определение предела детектирования	10.2	Да	Да ¹⁾
Определение метрологических характеристик: - определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	11 11.2 - 11.3	Да Да	Да ¹⁾ Да ¹⁾
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	11.4	Да	Да ¹⁾
- определение показателей точности результатов измерений	11.5	Нет	Да ²⁾

Наименование операции	Номер пункта инструкции	Обязательное проведение операции при проведении поверки	
		первичной	периодической
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	12	Да	Да
Примечания. ¹⁾ При отсутствии НД на методики измерений (МИ), утвержденных в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009. ²⁾ При наличии НД на МИ.			

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

2.3 Проведение поверки хроматографов с отдельными детекторами в соответствии с пунктом 16 Приказа Министерства промышленности и торговли от 31.07.2020 г. РФ № 2510 "Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке" проводится на основании письменного заявления владельца СИ.

3 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|--|-----------------------------------|
| - температура окружающего воздуха, °С | от 18 до 28 |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |
| - относительная влажность воздуха, % | от 20 до 90 |
| - напряжение питания переменного тока, В | 220 ⁺²² ₋₃₃ |
| - частота переменного тока, Гц | 50 ± 1 |

4 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ

4.1 К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 7478-98 - СО состава водного раствора хлорид - ионов с установленным значением массовой концентрации 10,0 мг/см³, интервалом допускаемых аттестованных значений от 9,50 до 10,5 вкл. мг/см³ и относительной погрешностью не более 1 % (при P=0,95);
- ГСО 7775-2000 - СО состава водного раствора натрий - ионов с установленным значением массовой концентрации 1,0 мг/см³, интервалом допускаемых аттестованных значений от 0,95 до 1,05 вкл. мг/см³ и относительной погрешностью не более 1 % (при P=0,95);
- ГСО 7346-96 - СО состава раствора фенола в этаноле с установленным значением массовой концентрации 1,0 мг/см³, интервалом допускаемых аттестованных значений от 0,95 до 1,05 вкл. мг/см³ и относительной погрешностью не более 1 % (при P=0,95);
- ГСО 8749-2006 - СО состава антрацена в ацетонитриле с установленным значением массовой концентрации 0,2 мг/см³, интервалом допускаемых аттестованных значений от 0,19 до 0,21 вкл. мг/см³ и относительной погрешностью не более 2 % (при P=0,95);
- ГСО 11683-2021 СО молярной концентрации глюкозы в растворе (комплект РГ)

- весы специального (I) или высокого класса точности (II) по ГОСТ 53228-2008 и ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределами взвешивания не менее 20 г и не более 500 г;
- пипетки мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 29227-91 и ГОСТ 29169-91, 2 класса точности, вместимостью 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 25,0 мл;
- дозатор механический одноканальный вместимостью 100, 200, 500 или 1000 мкл, погрешность дозирования не более ± 1 %;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74, 2 класса точности: колбы мерные наливные вместимостью 50 см³; 100 см³; 250 см³; 1000 см³;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74, 2 класса точности: цилиндры мерные вместимостью 250 см³; 500 см³; 1000 см³;
- ацетонитрил марки УФ-210 нм с УФ поглощением на 200 нм против деионизированной воды не более 0,050 е.о.п./см³, ТУ 2634-002-54260861-2013;
- резерпин CAS 50-55-5, содержание основного вещества не менее 98 %;
- вода деионизированная с удельным сопротивлением не менее 16,0 МОм/см (с учетом термокомпенсации, приведенное к температуре 25 °С);
- натрий углекислый кислый, ГОСТ 4201-79, х.ч.;
- натрий углекислый, ГОСТ 83-79, х.ч.;
- кислота ортофосфорная, ГОСТ 6552-80, ч.д.а.;
- кислота муравьиная, ГОСТ 5848-73, ч.д.а.;
- циклогексан, ГОСТ 14198-78, высший сорт ОКП 24 1641 0120;
- н-Гептан (гептан), ГОСТ 25828-83, эталонный;
- хроматографические колонки:
 - 5С18 250*4,6 MS-II 100А;
 - аквилайн С1Р;
 - аквилайн А3 или IC SEP AN2;
 - аквилайнсилика 150 x 4,6;
 - хроматографическая колонка (нержавеющая сталь) 250*4,6; заполненная неподвижной кремниевой фазой с аминогруппой (или амино/цианогруппой), с гранулами размером 3, 5 или 10 мкм;
- тестировочная ячейка ТС 01.

5.2 Все средства измерений, применяемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке установленного образца, стандартные образцы – действующие паспорта.

5.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых СИ с требуемой точностью (включая другие эталоны, ГСО других типов).

6 ТРЕБОВАНИЯ (УСЛОВИЯ) ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

6.1 При проведении поверки требования к обеспечению безопасности труда должны соответствовать нормативно-технической документации на оборудование, входящее в состав хроматографа.

6.2 При проведении поверки соблюдают требования техники безопасности:

- общие требования – по ГОСТ 12.2.003-91;
- при работе с химическими реактивами – по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021;
- при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.2.007.0, в соответствии с Приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 13 января 2003 года № 6 "Об утверждении правил технической эксплуатации электроустановок потребителей" и Приказа Минтруда Российской Федерации от 15 декабря 2020 года №903н "Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок";

- указания соответствующих разделов руководства по эксплуатации хроматографов жидкостных «Стайер М».

7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности приборов требованиям технической документации;
- отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность хроматографов и детекторов;

- исправность механизмов и крепежных деталей;

- четкость надписей на лицевой панели;

- правильность размещения хроматографа на рабочей поверхности стола (согласно РЭ);

7.2 Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.2 Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации.

8.3 Хроматографические колонки подготавливают в соответствии с требованиями технической документации на колонки.

8.4 Проверяют герметичность системы подачи элюента.

8.5 Средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

8.6 Проверяют наличие сведений о поверке и паспортов на средства поверки.

8.7 Перед началом поверки включают приточно-вытяжную вентиляцию и выполняют другие требуемые операции по обеспечению безопасного проведения работ.

8.8 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы и растворы элюента в соответствии с процедурами, изложенными в Приложении А.

9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие версии ПО хроматографа версии ПО, указанной в описании типа, при включении прибора.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 2.

Таблица 2 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	"Аквилон-Стайер" на базе "МультиХром"
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 3.1
Цифровой идентификатор ПО	rsd.exe D5E3A9871B03D154 F771CD59585B6A08 CE068817EC6B0020 9630741F0672A9AC
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО	SHA256

10 ОПРОБОВАНИЕ

10.1 При опробовании выполняют проверку общего функционирования хроматографа согласно руководству по эксплуатации и определяют уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала, предел детектирования детекторов. Перед проведением измерений выводят хроматограф на рабочий режим (до стабилизации измеряемых параметров). Для этого через детектор прокачивают поток элюента в течение 1-2 часов. При этом допускается снизить скорость потока до 0,3 - 0,6 см³/мин.

10.1.2 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала с конкретным типом детектора выполняют при условиях работы хроматографа, указанных в таблице 3, определение предела детектирования хроматографа с конкретным типом детектора выполняют при условиях работы хроматографа, указанных в таблице 6, в соответствии с настройками детектора(ов).

Настройки детектора(ов) устанавливаются согласно соответствующим разделам «Руководства по эксплуатации» каждого детектора. Определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала и предела детектирования хроматографа проводят вручную или при помощи программного обеспечения хроматографа (описано в Руководстве по эксплуатации ПО).

10.1.3 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала можно проводить как на хроматографе, укомплектованном колонкой, так и без колонки, с использованием капилляра.

Таблица 3 - Условия измерений уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Условия
Спектрометрический UVV-105	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.2-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения системы регистрации: - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». Длина волны детектирования - 254 нм.</p>
	<p>Элюент: ацетонитрил; скорость потока в диапазоне 0,4-1,2 см³/мин.</p>
	<p>Колонка: измерения производят при отключенной колонке. Вместо аналитической ячейки детектора устанавливается тестерочная ячейка ТС-01.</p>
Флуориметрический DFL-203	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.3-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения системы регистрации: - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». Длина волны возбуждения — 365±5 нм, эмиссии > 400 нм.</p>
	<p>Элюент: ацетонитрил, скорость потока в диапазоне 0,4-1,2 см³/мин.</p>
	<p>Колонка: измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливаются капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.</p>
Рефрактометрический REF-105 (при работе с водными растворами)	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.4-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения системы регистрации: - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». Ячейка сравнения заполняется деионизованной водой. Длина волны детектирования - 650 нм. Между насосом и инжектором для демпфирования потока устанавливается любая колонка, обеспечивающая гидравлический перепад давления при указанных выше условиях не ме-</p>

Детектор	Условия
	<p>не более 60 кг/см².</p> <p>Элюент: вода деионизированная с сопротивлением не менее 16.0 МОм/см; скорость потока в диапазоне 0,4-1,2 см³/мин.</p> <p>Колонка: измерения производят при отключенной аналитической колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.</p>
<p>Рефрактометрический REF-105 (при работе с органическими растворами)</p>	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.4-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». <p>Ячейка сравнения заполняется гептаном. Длина волны детектирования - 650 нм. Между насосом и инжектором для демпфирования потока устанавливается любая колонка, обеспечивающая гидравлический перепад давления при указанных выше условиях не менее 60 кг/см².</p> <p>Элюент: гептан, скорость потока в диапазоне 0.4-1.2 см³/мин.</p>
<p>Кондуктометрический CDD-520</p>	<p style="text-align: center;">Анализ катионов/анионов</p> <p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.1-81696414-12 РЭ). Ячейка детектора заполняется элюентом одним из вариантов:</p> <ul style="list-style-type: none"> - без подавления фоновой электропроводности элюента; - с подавлением фоновой электропроводности элюента. <p>Возможные способы подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». <p>Элюент: раствор 4 ммоль/дм³ HNO₃ в деионизованной воде; скорость потока 0.5-2,0 см³/мин.</p> <p>Колонка: измерения могут выполняться</p> <ul style="list-style-type: none"> - с подключенной колонкой; - при замене колонки капилляром 1/16" с внутренним диаметром 0,18 мм и длиной 2 м, который устанавливают между инжектором и детектором, а также включенной системе подавления фоновой электропроводности.
<p>Амперометрический (электрохимический) AD-410</p>	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.7-81696414-12 РЭ). Режим работы – постоянноточковый, при потенциале на рабочем электроде – плюс 1,3 В.</p> <p>Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». <p>Элюент: раствор ортофосфорной кислоты с масс. долей 0,3% в бинарном растворителе ацетонитрил – вода с объемным соотношением 65:35, скорость потока 0,5 - 2,0 см³/мин.</p>

Детектор	Условия
	<p>Колонка: измерения производят одним из двух способов:</p> <ul style="list-style-type: none"> - при отключенной колонке, где вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" с внутренним диаметром 0,18 мм и длиной 2 м; - с колонкой C18, размером частиц 5 мкм, 250x4,6 мм.
Низкотемпературный испарительный светорассеяния SEDEX-LC	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.5-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора. <p>Постоянная времени – 1 с. Давление газа (азот или чистый воздух) на входе в детектор 3 бара. Температура испарительной трубки – (+50°С.)</p> <p>Элюент: Вода деионизированная, с сопротивлением не менее 16.0 МОм/см; скорость потока 0.5-2,0 см³/мин.</p> <p>Колонка: измерения производят при отключенной колонке. Вместо колонки между инжектором и детектором устанавливают капилляр 1/16" внутренним диаметром 0,18 мм длиной 2 м.</p>
Диодно-матричный DAD-101	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.6-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения система регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». <p>Длина волны детектирования 254 нм.</p> <p>Элюент: ацетонитрил; скорость потока 0.4-1.2 см³/мин.</p> <p>Колонка: измерения производят при отключенной колонке. Вместо аналитической ячейки детектора устанавливается тестерочная ячейка ТС-01.</p>

10.1.4 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принимают равным амплитуде (h) повторяющихся колебаний нулевого сигнала.

Автоматическое измерение уровня флуктуационных шумов проводят при помощи программного обеспечения "Аквилон-Стайер" на базе ПО "МультиХром" по алгоритму средний шум «точка к точке» по базовой линии. Вручную уровень флуктуационных шумов определяют с периодом не более 20 с.

Уровень флуктуационных шумов определяют

- в единицах оптической плотности (AU (е.о.п.)) – для спектрофотометрического детектора и диодно-матричного детектора;
- в относительных единицах флуоресценции (о.е.ф.) – для флуориметрического детектора;
- в единицах рефракции (ед. рефр.) – для рефрактометрического детектора;
- в мкСименс на сантиметр (мкСм/см) – для кондуктометрического детектора с учетом корректировки значения удельной электропроводности на величину константы кондуктометрической ячейки;
- наноамперах (нА) – для амперометрического (электрохимического) детектора;
- в милливольтгах (мВ) – низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния.

Возможно измерение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала для всех детекторов в мВ с дальнейшим пересчётом в единицы физических величин. Коэффициенты пересчета мВ в единицы физических величин указаны в соответствующем разделе Руководства по эксплуатации для каждого детектора и в Приложении В.

Полученные значения не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

10.1.5 При определении дрейфа нулевой сигнал регистрируют в течение не менее 30 мин (рекомендуемое – 1 час), на шкале с максимальной чувствительностью в координатах "сигнал (оптическая плотность, напряжение и т.д.) – время".

За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение нулевого сигнала в течение одного часа при регистрации хроматограммы без ввода пробы. Допускается регистрировать нулевой сигнал за меньшее время, но не менее 30 мин, с последующей экстраполяцией.

Дрейф нулевого сигнала определяют в единицах, аналогичных применяемым при определении уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала (е.о.п./ч, о.е.ф./ч, ед. рефр./ч, мкСм/см·ч, нА/ч, мВ/ч) с дальнейшим пересчётом в единицы физических величин. Коэффициенты пересчета в единицы физических величин указаны в соответствующем разделе Руководства по эксплуатации для каждого детектора.

Возможно измерение дрейфа нулевого сигнала для всех детекторов в мВ/ч с дальнейшим пересчётом в единицы физических величин. Коэффициенты пересчета мВ в единицы физических величин указаны в соответствующем разделе Руководства по эксплуатации для каждого детектора и в Приложении В.

Полученные значения не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 - Значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Уровень флуктуационных шумов* нулевого сигнала	Дрейф нулевого сигнала
Спектрометрический UVV-105	$2 \cdot 10^{-6}$ е.о.п.	$5 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Флуориметрический DFL-203	$5 \cdot 10^{-5}$ о.е.ф.	$6 \cdot 10^{-3}$ о.е.ф./ч
Рефрактометрический REF-105	$9 \cdot 10^{-9}$ ед. рефр.	$9 \cdot 10^{-8}$ ед. рефр./ч
Кондуктометрический CDD-520	$5 \cdot 10^{-5}$ мкСм/см	$2,5 \cdot 10^{-2}$ мкСм/см·ч
Амперометрический (электрохимический) AD-410	0,3 нА	5 нА/ч
Низкотемпературный испарительный р светорассеяния SEDEX-LC	$7 \cdot 10^{-4}$ В	$1 \cdot 10^{-3}$ В/ч
Диодно-матричный DAD-101	$5 \cdot 10^{-6}$ е.о.п.	$5 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч
Примечания. *При условии изократического режима элюирования, комплектации тестовой аналитической колонкой размером не менее 150*4,6 мм.		

10.2 Определение предела детектирования

Определение предела детектирования выполняют:

- для кондуктометрического и амперометрического детектора после установления динамического равновесия в системе;

- для спектрофотометрического, флуориметрического, рефрактометрического, диодно-матричного детекторов или низкотемпературного испарительного детектора по светорассеянию не ранее чем через 20 минут после подачи элюента.

Предел детектирования определяют с использованием контрольных растворов и усло-

вий, указанных в таблице 5.

В хроматограф вводят пробу контрольного вещества, измеряют высоту и ширину пика на половине его высоты или площадь пика (для точности лучше воспользоваться расчетами, производимыми программным обеспечением хроматографа).

Определение предела детектирования проводят на хроматографе, укомплектованном колонкой. Предел детектирования C_{\min} в г/см^3 рассчитывают по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot C_1 \cdot V}{1000 \cdot H \cdot \mu_{0,5} \cdot \nu},$$

где C_1 - массовая концентрация контрольного вещества, мг/см^3 ;

V - объём вводимой пробы, см^3 ;

ν - скорость потока элюента, $\text{см}^3/\text{мин}$;

$\mu_{0,5}$ - ширина пика на половине высоты (рассчитывается при помощи программного обеспечения), мин;

H - высота пика контрольного вещества;

Δx - уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, определенный ранее, после выхода хроматографа на режим;

Δx и H - измеряют в мм, мВ, условных единицах либо в единицах физических величин.

Детектор считается выдержавшим поверку, если полученные значения предела детектирования не превышают значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5 - Значения пределов детектирования

Детектор	Наименование контрольного вещества	Предел детектирования, г/см^3
Спектрометрический UVV-105	фенол	$5 \cdot 10^{-10}$
Флуориметрический DFL-203	антрацен	$3 \cdot 10^{-12}$
Рефрактометрический REF-105	глюкоза	$8 \cdot 10^{-8}$
	циклогексан	$8 \cdot 10^{-7}$
Кондуктометрический CDD-520	хлорид-ион	$1 \cdot 10^{-10}$ (с подавлением фоновой электропроводности)
		$1 \cdot 10^{-12}$ (с подавлением фоновой электропроводности и предварительным концентрированием)
	натрий-ион	$4 \cdot 10^{-10}$ (без подавления фоновой электропроводности)
		$2 \cdot 10^{-10}$ (с подавлением фоновой электропроводности)
		$1 \cdot 10^{-13}$

Детектор	Наименование контрольного вещества	Предел детектирования, г/см ³
		(с подавлением фоновой электропроводности и предварительным концентрированием)
Амперометрический (электрохимический) AD-410	фенол	$1 \cdot 10^{-10}$
Низкотемпературный испарительный светорассеяния SEDEX-LC	глюкоза	$8 \cdot 10^{-11}$
Диодно-матричный DAD-101	фенол	$1 \cdot 10^{-9}$

Таблица 6 - Условия определения предела детектирования и метрологических характеристик*

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы ^{**} , 10 ³ см ⁻¹ , 10 ³ (мкл)	Элюент ^{***}	Условия*
Спектрометрический UVV-105	Раствор фенола в ацетонитриле 1·10 ⁻³ мг/см ³ (п. 2.1.1 Приложения А)	Раствор фенола в этаноле 5·10 ⁻¹ мг/см ³ (п. 2.1.1 Приложения А)	20	Для определения предела детектирования: ацетонитрил. Для определения метрологических характеристик: раствор ортоформной кислоты с масс. долей 0,3% в бинарном растворителе ацетонитрил-вода с объемным соотношением ем 65:35 (п. 2.2.1 Приложения А)	Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.2-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения системы регистрации: - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». Длина волны детектирования - 254 нм. Колонка: C18 (ODS), с размером частиц 5 мкм, 250х4,6 мм. Температура колонки: 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии. Режим элюирования: изократический. Скорость элюирования: 0,5 - 1,5 см ³ /мин.
Флуориметрический DFL-203	Раствор антрацена в ацетонитриле 1·10 ⁻⁵ мг/см ³ (п. 2.1.5 Приложения А)	Раствор антрацена в ацетонитриле 2·10 ⁻⁴ мг/см ³ (п. 2.1.4 Приложения А)	20	Для определения предела детектирования: ацетонитрил. Для определения метрологических характеристик бинарный раствор ацетонитрил-вода с объемным соотношением ем 65:35 (п. 2.2.1 Приложения А)	Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.3-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения системы регистрации: - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора. - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М».

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы ^{**} , см ⁻¹ , 10 ³ (мкл)	Элюент ^{***}	Условия*
Рефрактометрический REF-105 (при работе с водными растворами)	Раствор глюкозы в деионизированной воде 90 мг/дм ³ (п. 2.2.3 Приложения А)	Раствор глюкозы в деионизированной воде 90 мг/дм ³ (п. 2.2.2 Приложения А)	20	Деионизированная вода	<p>Длина волны детектирования - 365±5 нм, эмиссии > 400 нм, постоянная времени - 1 с. Колонка: C18 (ODS), с размером частиц 5 мкм, 250x4,6 мм. Температура колонки: 40 °С при наличии термостага, и комнатная при его отсутствии. Режим элюирования: изократический. Скорость элюирования: 0,5 - 1,5 см³/мин.</p> <p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.4-81696414-12 РЭ). Возможные варианты подключения системы регистрации: - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М».</p> <p>Длина волны детектирования - 650 нм. Колонка: C18 (ODS), с размером частиц 5 мкм, 250x4,6 мм. Температура колонки: 40 °С при наличии термостага, и комнатная при его отсутствии. Режим элюирования: изократический. Скорость элюирования: 0,5 - 1,5 см³/мин.</p>

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы ^{**} , 10 ³ см ³ (мкл)	Элюент ^{***}	Условия*
Рефрактометрический REF-105 (при работе с органическими растворами)	Раствор циклогексана в гептане 10 мг/см ³ (п. 2.2.17 Приложения А)	Раствор циклогексана в гептане 10 мг/см ³ (п. 2.2.17 Приложения А)	20	Гептан	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.4-81696414-12 РЭ).</p> <p>Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». <p>Длина волны детектирования - 650 нм.</p> <p>Колонка: хроматографическая колонка (нержавеющая сталь) 250*4.6, заполненная неподвижной кремниевой фазой с амино-группой (или амино/дианогруппой), с градулами размером 3, 5 или 10 мкм.</p> <p>Температура колонки: 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии.</p> <p>Режим элюирования: изократический.</p> <p>Скорость элюирования: 0,5 - 1,5 см³/мин.</p>

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы**, 10 ³ (мкл)	Элюент***	Условия*
Кондуктометрический CDD-520	Раствор хлорида калия в дионизированной воде 2·10 ⁻⁴ мг/см ³ (п. 2.1.7 Приложения А)	Раствор хлорида калия в дионизированной воде 1·10 ⁻² мг/см ³ (п. 2.1.6 Приложения А)	50	Раствор 1,7 ммоль/дм ³ NaHCO ₃ + 1,8 ммоль/дм ³ Na ₂ CO ₃ в деионизованной воде (п.п. 2.2.8 - 2.2.10 Приложения А)	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.1-81696414-12 РЭ).</p> <p>Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хромаатографа «Стайер М». <p>Колонка анионообменная.</p> <p>Температура колонки: 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии.</p> <p>Скорость элюирования: 1.0-2,0 см³/мин.</p> <p>Режим детектирования: с подавлением фоновой электропроводности.</p>

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы**, см ³ , 10 ³ (мкл)	Элюент***	Условия*
Кондуктометрический CDD-520	Раствор хлорида натрия в деионизированной воде 1·10 ⁻³ мг/см ³ (п. 2.1.9 Приложения А)	Раствор хлорида натрия в деионизированной воде 2·10 ⁻² мг/см ³ (п. 2.1.8 Приложения А)	50	Раствор 4 ммоль/дм ³ HNO ₃ в деионизированной воде (п. 2.2.11 Приложения А)	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.1-81696414-12 РЭ).</p> <p>Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хромографа «Стайер М». <p>Колонка катионообменная.</p> <p>Температура колонки: 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии.</p> <p>Скорость элюирования: 1,0 - 2,0 см³/мин.</p> <p>Режим детектирования: без подавления или с подавлением фоновой электропроводности.</p>
Амперометрический (электрохимический) AD-410	Раствор фенола в растворителе по составу идентичным элюенту 5·10 ⁻⁵ мг/см ³ (п. 2.1.11 Приложения А)	Раствор фенола в растворителе по составу идентичным элюенту 5·10 ⁻³ мг/см ³ (п. 2.1.10 Приложения А)	20	Раствор ортофосфорной кислоты с масс. долей 0,3% в бинарном растворителе ацетонитрил-вода с объемным отношением 65:35 (п. 2.2.1 Приложения А)	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.7-81696414-12 РЭ).</p> <p>Режим работы – постоянно-токовый, при потенциале на рабочем электроде – +1,3 В (+1,3 В).</p> <p>Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора;

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы**, см ³ , 10 ³ (мкл)	Элюент***	Условия*
Низкотемпературный испарительный светорассеяния SEDEX-LS	Раствор глюкозы в деионизированной воде 45 мг/дм ³ (п. 2.2.5 Приложения А)	Раствор глюкозы в деионизированной воде 90 мг/дм ³ (п. 2.2.4 Приложения А)	20	Бинарный раствор (ацетонитрил-вода с объемным соотношением 1:99 (п. 2.2.7 Приложения А)	<p>- шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М».</p> <p>Колонка: C18 (ODS), с размером частиц 5 мкм, 250x4,6 мм.</p> <p>Температура колонки: 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии.</p> <p>Режим элюирования: изократический.</p> <p>Скорость элюирования: 0,5 - 1,5 см³/мин.</p> <p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.5-81696414-12 РЭ).</p> <p>Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». <p>Постоянная времени - 1 с.</p> <p>Давление газа (азот или чистый воздух) на входе в детектор – 3 бар.</p> <p>Температура испарительной трубки - 50°С.</p> <p>Колонка C18 (ODS), с размером частиц 5 мкм, 250x4,6 мм</p> <p>Температура колонки: 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии.</p> <p>Режим элюирования: изократический.</p> <p>Скорость элюирования: 0,5 - 1,5 см³/мин.</p>

Детектор	Контрольные растворы для определения предела детектирования	Контрольные растворы для определения метрологических характеристик	Объем вводимой пробы ^{**} , 10 ³ см ³ (мкл)	Элюент ^{***}	Условия*
Диодно-матричный DAD-101	Раствор фенола в ацетонитриле 1·10 ⁻³ мг/см ³ (п. 2.1.1 Приложения А)	Раствор фенола в этаноле 5·10 ⁻¹ мг/см ³ (п. 2.1.3 Приложения А)	20	Раствор ортофосфорной кислоты с масс. долей 0,3% в бинарном растворителе ацетонитрил-вода с объемным соотношением ем 65:35 (п. 2.2.1 Приложения А)	<p>Настройки: в соответствии с требованиями, изложенными в Руководстве по эксплуатации (4215-032.1.6-81696414-12 РЭ).</p> <p>Возможные варианты подключения системы регистрации:</p> <ul style="list-style-type: none"> - к интеграторному (аналоговому) выходу детектора; - порту RS 232 детектора; - шине AquilonBus в рамках хроматографа «Стайер М». <p>Длина волны детектирования - 254 нм.</p> <p>Колонка: C18 (ODS), с размером частиц 5 мкм, 250х4,6 мм.</p> <p>Температура колонки: 40 °С при наличии термостата, и комнатная при его отсутствии.</p> <p>Режим элюирования: изократический.</p> <p>Скорость элюирования: 0,5 - 1,5 см³/мин.</p>
<p>Примечания.</p> <p>* Допускается использование аналогичных колонок, типоразмеров и маркировок, при условии, что они не будут ухудшать измеряемые параметры, при этом допускается изменение параметров проведения испытаний (состава элюента, расхода элюента, температуры колонок, времени отклика детектора). Лампы и кюветы рекомендуются использовать стандартные.</p> <p>** В случае, если используют другой объем вводимой пробы (например, установлен петлевой дозатор другого объема), допускается соответствующим образом изменить концентрацию контрольного вещества.</p> <p>*** Все элюенты должны быть предварительно отфильтрованы (используйте фильтры с порами не более 0,45 мкм). Допускается использование другого элюента, при условии, что значения фактора удерживания будет не менее 2.</p>					

11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

11.1 Определение метрологических характеристик выполняют на хроматографе, укомплектованном аналитической колонкой с использованием контрольных растворов для определения метрологических характеристик и при условиях, указанных в Таблице 6. Измерения проводят после выхода хроматографа на режим или через 20 минут после подачи элюента.

11.2 Определение относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала.

Контрольный раствор вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (времени удерживания, высоты и площади пика), вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала по формуле:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

где \bar{X} – среднее значение выходного сигнала;
 n – число измерений.

11.3 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

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

где σ – относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, %;

X_i – i -ое значение выходного сигнала (площади, высоты, пика или времени удерживания);

\bar{X} – среднее значение выходного сигнала;

n – число измерений.

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади и высоты пика, времени удерживания) не должны превышать данных, приведенных в Таблице 7.

Таблица 7

Наименование характеристики	Значение	
	по площади и высоте пика*	по времени удерживания**
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа «Стайер М» с детекторами, %:		
- спектрофотометрический UVV-105	1	0,5
- флуориметрический DFL-203	2	0,5
- рефрактометрический REF-105	2	0,5
- кондуктометрический CD-520	0,5	0,1
- амперметрический (электрохимический) AD-410	2	0,5

Наименование характеристики	Значение	
	по площади и высоте пика*	по времени удерживания**
- низкотемпературный испарительный по светорассеянию SEDEX-LC	3	0,5
- на диодной матрице DAD-101	2	0,5

Примечания.
 *С полным заполнением петли, вне зависимости от способа ввода.
 **При условии изократического режима элюирования и тестовой аналитической колонкой размером не менее 150x4,6 мм.

11.4 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы.

Выполняют операции по 11.2, измерения повторяют через 8 часов непрерывной работы хроматографа.

Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы δ рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{|\bar{X}_i - \bar{X}|}{\bar{X}_i} \cdot 100,$$

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

\bar{X} – среднее значение выходного сигнала (площади пика) через 8 часов непрерывной работы;

δ – относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы, %.

Полученные результаты не должны превышать значений относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы, приведенных в таблице 8.

Таблица 8

Наименование характеристики	Значение
Пределы допускаемого относительного изменения площади пика за 8 часов непрерывной работы хроматографа «Стайер М» с детекторами, %:	
- спектрофотометрический UVV-105	±1
- флуориметрический DFL-203	±2
- рефрактометрический REF-105	±4
- кондуктометрический CD-520	±0,8
- амперометрический (электрохимический) AD-410	±2
- низкотемпературный испарительный по светорассеянию SEDEX-LC	±3
- на диодной матрице DAD-101	±2

11.5 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ 8.563-09, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

12 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

В результате анализа характеристик, полученных в результате поверки, делается вывод о пригодности дальнейшего использования средства измерений. Критериями пригодности являются соответствие полученных значений уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования хроматографа с детекторами, для которых нормируются эти показатели, относительного СКО выходного сигнала и относительного изменения выходного сигнала хроматографа установленным нормам (таблицы 4, 5, 7, 8) настоящей методики поверки).

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

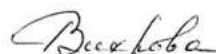
13.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол (Приложение Б).

13.2 Результаты поверки передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При положительных результатах поверки оформляют свидетельство о поверке в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений по письменному заявлению владельца или лица, представившего средство измерений на поверку.

13.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, в соответствии с действующим законодательством в области обеспечения единства измерений оформляется извещение о непригодности с указанием причин.

13.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

Начальник отдела ФГБУ "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГБУ "ВНИИМС", к.х.н.



О.Л. Рутенберг

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ**1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ**

ГСО 7478-98 - СО состава водного раствора хлорид - ионов с установленным значением массовой концентрации $10,0 \text{ мг/см}^3$, интервалом допускаемых аттестованных значений от $9,50$ до $10,5$ вкл. мг/см^3 и относительной погрешностью не более 1% (при $P=0,95$).

ГСО 7775-2000 - СО состава водного раствора натрий - ионов с установленным значением массовой концентрации $1,0 \text{ мг/см}^3$, интервалом допускаемых аттестованных значений от $0,95$ до $1,05$ вкл. мг/см^3 и относительной погрешностью не более 1% (при $P=0,95$).

ГСО 7346-96 - СО состава раствора фенола в этаноле с установленным значением массовой концентрации $1,0 \text{ мг/см}^3$, интервалом допускаемых аттестованных значений от $0,95$ до $1,05$ вкл. мг/см^3 и относительной погрешностью не более 1% (при $P=0,95$).

ГСО 8749-2006 - СО состава антрацена в ацетонитриле с установленным значением массовой концентрации $0,2 \text{ мг/см}^3$, интервалом допускаемых аттестованных значений от $0,19$ до $0,21$ вкл. мг/см^3 и относительной погрешностью не более 2% (при $P=0,95$).

ГСО 11683-2021 - СО молярной концентрации глюкозы в растворе (комплект РГ), аттестованное значение молярной концентрации глюкозы $5,00 \text{ ммоль/дм}^3$, границы относительной погрешности аттестованного значения $\pm 3 \%$ при $P=0,95$.

Весы специального (I) или высокого класса точности (II) по ГОСТ 53228-2008 и ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 20 г или 200 г .

Пипетки мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 29227-91 и ГОСТ 29169-91, 2 класса точности, вместимостью $0,1$; $0,2$; $0,5$; $1,0$; $5,0$; $10,0$; $25,0 \text{ мл}$.

Дозатор механический одноканальный вместимостью 100 , 200 , 500 или 1000 мкл , относительная погрешность дозирования не более 1% .

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74, 2 класса точности: колбы мерные наливные вместимостью 50 см^3 ; 100 см^3 ; 250 см^3 ; 1000 см^3 .

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74, пробирки вместимостью 5 см^3 ; 10 см^3 .

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74, 2 класса точности: цилиндры мерные вместимостью 250 см^3 ; 500 см^3 ; 1000 см^3 .

Ацетонитрил марки УФ-210 нм с УФ поглощением на 200 нм против деионизованной воды не более $0,050 \text{ е.о.п./см}^3$.

Резерпин ФС № 423267-96 фармакопейный или резерпин CAS 50-55-5, содержание основного вещества не менее 98% .

Вода деионизованная с удельным сопротивлением не менее $16,0 \text{ МОм/см}$ (с учетом термокомпенсации, приведенной к температуре 25°C).

Натрий углекислый кислый, ГОСТ 4201-79, х.ч.

Натрий углекислый, ГОСТ 83-79, х.ч.

Кислота муравьиная, ГОСТ 5848-73, ч.д.а.

Кислота ортофосфорная, ГОСТ 6552-80, ч.д.а.

Допускается использование иных средств измерений и стандартов (в т.ч. СО) с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

Действительное значение массовой концентрации контрольного вещества в растворе (C_1 , мг/см³) вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_k}$$

где C_0 - массовая концентрация контрольного вещества в аликвоте, мг/см³;

V_0 - объём аликвоты, использованный для приготовления контрольного раствора, см³;

V_k - общий объём приготовленного контрольного раствора (емкость мерной колбы), см³.

2.1 Приготовление контрольных растворов из СО

Пипеткой или дозатором механическим одноканальным (далее дозатором) наиболее подходящей емкостью V_0 переносят отобранный объем СО в мерную колбу емкостью V_k и доводят содержимое колбы до метки необходимым растворителем.

2.1.1 Приготовление раствора фенола в ацетонитриле с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см³.

Пипеткой или дозатором емкостью 0,1 см³ переносят аликвоту, объемом 0,1 см³ СО состава фенола в этаноле с массовой концентрацией 1,0 мг/см³, в мерную колбу емкостью 100 см³. Далее доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

2.1.2 Приготовление раствора фенола в ацетонитриле с установленной массовой концентрацией $5 \cdot 10^{-3}$ мг/см³.

Пипеткой или дозатором емкостью 0,5 см³ переносят аликвоту, объемом 0,5 см³ СО состава фенола в этаноле с установленной массовой концентрацией 1,0 мг/см³, в мерную колбу объемом 100 см³. Далее доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

2.1.3 Приготовление раствора фенола в ацетонитриле с массовой концентрацией $5 \cdot 10^{-1}$ мг/см³.

Пипеткой или дозатором емкостью 1 см³ переносят аликвоту, объемом 1 см³ СО состава фенола в этаноле с массовой концентрацией 1,0 мг/см³ в пробирку емкостью 5 см³. Далее, в эту же пробирку, добавляют пипеткой или дозатором емкостью 1 см³, ацетонитрил объемом 1 см³ и перемешивают.

2.1.4 Приготовление раствора антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией $2 \cdot 10^{-4}$ мг/см³.

Пипеткой или дозатором емкостью 0,1 см³ переносят аликвоту, объемом 0,1 см³ СО состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией 0,2 мг/см³, в мерную колбу емкостью 100 см³. Далее доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

2.1.5 Приготовление раствора антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-5}$ мг/см³.

Пипеткой емкостью 5 см³ переносят аликвоту, объемом 5 см³ раствора антрацена в ацетонитриле, приготовленного в соответствии с методикой, представленной в 2.1.4 Приложения А, в мерную колбу емкостью 100 см³. Далее доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

2.1.6 Приготовление раствора хлорид-ионов в деионизованной воде с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-2}$ мг/см³.

Пипеткой или дозатором емкостью 0,1 см³ переносят аликвоту, объемом 0,1 см³ СО состава хлорид-ионов в воде с массовой концентрацией 10 мг/см³, в мерную колбу емкостью 100 см³. Далее доводят до метки деионизованной водой и перемешивают.

2.1.7 Приготовление водного раствора хлорид-ионов в деионизованной воде с массовой концентрацией $2 \cdot 10^{-4}$ мг/см³.

Пипеткой вместимостью 5 см³ переносят аликвоту, объемом 2 см³ раствора хлорид-ионов в деионизованной воде, приготовленного в соответствии с методикой, представленной в 2.1.6 Приложения А, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее доводят до метки деионизованной водой и перемешивают.

2.1.8 Приготовление раствора натрий-ионов в деионизованной воде с массовой концентрацией $2 \cdot 10^{-2}$ мг/см³.

Пипеткой вместимостью 5 см³ переносят аликвоту, объемом 2 см³ СО состава натрий-ионов в воде с массовой концентрацией 1 мг/см³, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее доводят до метки деионизованной водой и перемешивают.

2.1.9 Приготовление раствора натрий-ионов в деионизованной воде с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см³.

Пипеткой вместимостью 5 см³ переносят аликвоту, объемом 5 см³ раствора натрий-ионов в деионизованной воде, приготовленного в соответствии с методикой, представленной в 2.1.8 Приложения А, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее доводят до метки деионизованной водой и перемешивают.

2.1.10 Приготовление раствора фенола в элюенте (методика приготовления элюента представлена в 2.2.1 Приложения А) с массовой концентрацией $5 \cdot 10^{-3}$ мг/см³.

Пипеткой или дозатором вместимостью 0,5 см³ переносят аликвоту, объемом 0,5 см³ СО состава фенола в этаноле с массовой концентрацией 1,0 мг/см³, в мерную колбу объемом 100 см³. Далее доводят до метки элюентом и перемешивают.

2.1.11 Приготовление раствора фенола в элюенте (методика приготовления элюента представлена в 2.2.1 Приложения А) с массовой концентрацией $5 \cdot 10^{-5}$ мг/см³.

Пипеткой или дозатором вместимостью 1 см³ переносят аликвоту, объемом 1 см³ раствора фенола в элюенте, приготовленного в соответствии с методикой, представленной в 2.1.10 Приложения А, в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее доводят до метки элюентом и перемешивают.

2.1.12 Приготовление контрольного раствора глюкозы с массовой концентрацией 90 мг/дм³

1 см³ ГСО раствора глюкозы пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 10 см³ и доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой.

2.2 Приготовление контрольных растворов без СО и растворов элюентов

2.2.1 Приготовление элюента с массовой долей ортофосфорной кислоты 0,3% в бинарном растворителе ацетонитрил: вода с объемным соотношением 65:35.

В колбу мерную наливную вместимостью 1000 см³ переносят пипеткой вместимостью 5 см³, аликвоту, объемом 1,72 см³ ортофосфорной кислоты. Далее в эту мерную колбу добавляют 350 см³ деионизованной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра, вместимостью 500 см³ и 650 см³ ацетонитрила, отмеренного с помощью мерного цилиндра, вместимостью 1000 см³. Далее раствор перемешивают.

2.2.6 Приготовление элюента, представляющего собой бинарный раствор ацетонитрил - деионизованная вода с объемным соотношением 80 :20.

В колбу мерную наливную вместимостью 1000 см³ добавляют 200 см³ деионизованной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 250 см³ и 800 см³ ацетонитрила, отмеренного с помощью мерного цилиндра, вместимостью 1000 см³. Далее раствор перемешивают.

2.2.7 Приготовление раствора элюента, представляющего собой раствор ацетонитрила в деионизованной воде с объемным соотношением 1:99.

В колбу мерную наливную вместимостью 1000 см³ добавляют 10 см³ ацетонитрила, отмеренного пипеткой вместимостью 10 см³. Далее доводят до метки деионизованной водой и перемешивают.

2.2.8 Приготовление раствора содержащего $0,17 \text{ моль/дм}^3$ гидрокарбоната (бикарбонат) натрия (NaHCO_3) в деионизованной воде.

Навеску $14,282 \text{ г}$ безводного бикарбоната натрия вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в деионизированной воде. Далее доводят до метки деионизированной водой и перемешивают.

2.2.9 Приготовление раствора содержащего $0,18 \text{ моль/дм}^3$ карбоната натрия Na_2CO_3 в деионизированной воде.

Навеску $19,078 \text{ г}$ безводного карбоната натрия вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в деионизированной воде. Далее доводят раствор до метки деионизированной водой и перемешивают.

2.2.10 Приготовление раствора элюента, содержащего $1,7 \text{ ммоль}$ гидрокарбоната натрия (NaHCO_3) и $1,8 \text{ ммоль}$ карбоната натрия Na_2CO_3 в деионизованной воде.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 пипеткой вместимостью 10 см^3 вносят последовательно по 10 см^3 растворов, приготовленных по 2.2.9 ($0,18 \text{ моль/дм}^3 \text{ Na}_2\text{CO}_3$) и по 2.2.8 ($0,17 \text{ моль/дм}^3 \text{ NaHCO}_3$), доводят объем до метки деионизированной водой и перемешивают.

2.2.11 Приготовление раствора элюента, содержащего 4 ммоль/дм^3 азотной кислоты (HNO_3) в деионизированной воде.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят содержимое ампулы стандарт-титра $0,1 \text{ N}$ азотной кислоты и доводят содержимое до метки деионизированной водой.

40 см^3 полученного раствора азотной кислоты (HNO_3) с концентрацией $0,1 \text{ N}$ переносят мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят содержимое до метки деионизированной водой.

2.2.12 Приготовление раствора элюента с объемной долей муравьиной кислоты $0,1\%$ в бинарном растворителе ацетонитрил-вода с объемным соотношением $20:80$.

В колбу мерную наливную вместимостью 1000 см^3 пипеткой или дозатором, вместимостью 1 см^3 , переносят аликвоту, объемом 1 см^3 муравьиной кислоты. Далее в эту мерную колбу добавляют 800 см^3 деионизированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра, вместимостью 1000 см^3 и 200 см^3 ацетонитрила, отмеренного с помощью мерного цилиндра, вместимостью 250 см^3 . Далее раствор перемешивают.

2.2.13 Приготовление раствора циклогексана в гептане с массовой концентрацией 10 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 , ставят на весы и фиксируют (или обнуляют) вес тары. Далее по каплям добавляют циклогексан. Общая масса добавленного циклогексана $1 \pm 0,001 \text{ г}$.

Добавляют колбу примерно 40 см^3 гептана и тщательно перемешивают. Добавляют до метки 100 мл необходимый объем гептана.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Протокол первичной (периодической) поверки № _____ от «___» _____ 20__ г.

Хроматографа жидкостного «Стайер М»

Производства ООО «НПО Аквилон», Россия

Тип(ы) детектора: _____

Заводской номер: _____

Принадлежащего: _____

Регистрационный номер: _____

Методика поверки: _____

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С: _____

- относительная влажность воздуха, %: _____

- атмосферное давление, кПа _____

Средства поверки: _____

Внешний осмотр _____

Опробование и определение метрологических характеристик

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение	
	действительное	по паспорту
Уровень флуктуационных шумов, ед. шкалы		
Дрейф нулевого сигнала, ед. шкалы		
Предел детектирования, г/см ³		
Определение чувствительности масс-спектрометрического детектора		
Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, %		
-по высоте пиков		
-по площади пиков		
-по времени удерживания		
Относительное изменение выходного сигнала (площадей пиков) за 8 часов непрерывной работы, %		

Заключение по результатам поверки:

Хроматограф жидкостный "Стайер М" признан _____

(ненужное вычеркнуть)

пригодным (непригодным) к применению _____

(ненужное вычеркнуть)

(указать причину)

Выдано свидетельство № _____ от _____ 20__ г.

Проверку проводил _____

(подпись)

(расшифровка подписи)

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ТАБЛИЦА ПЕРЕСЧЁТА ИЗ мВ В ЕДИНИЦЫ ИЗМЕРЕНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН ИЗМЕРЯЕМЫХ ДЕТЕКТОРАМИ

Детектор	Коэффициент пересчёта	Размерность коэффициента пересчёта
Кондуктометрический CD-520(катионы)	0,00534	(мСм/см)/мВ
Кондуктометрический CD-520(анионы)	0,1482	(мСм/см)/мВ
Рефрактометрический REF-105	$1,34 \cdot 10^{-6}$	ед. рефр./мВ
Спектрометрический детектор UVV-105	0,0001	е.о.п./мВ
Флуориметрический детектор DFL-203	0,0002	о.е.ф./мВ
Диодно-матричный детектор DAD-101	0,0001	е.о.п./мВ