

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель
генерального директора -
заместитель по научной работе
ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов

« 31 » 10 2016 г.



ИНСТРУКЦИЯ
ХРОМАТОГРАФЫ ЖИДКОСТНЫЕ «МАЭСТРО»
Методика поверки
ФАУН.414538.001 ДЛ

р.п. Менделеево
2016 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Операции поверки	3
2	Средства поверки	3
3	Требования безопасности	4
4	Условия поверки	5
5	Подготовка к поверке	5
6	Требования к квалификации поверителей	5
7	Проведение поверки	5
8	Оформление результатов поверки	11
	Приложение А Методика приготовления контрольных растворов для поверки хроматографов жидкостных «МАЭСТРО»	12
	Приложение Б Протокол поверки хроматографа жидкостного «МАЭСТРО»	14

Введение

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы жидкостные «МАЭСТРО» (далее по тексту хроматографы «МАЭСТРО»), изготавливаемые ООО «ИНТЕРЛАБ», г. Москва, и устанавливает процедуру их первичной и периодических поверок. Поверке подлежат все вновь выпускаемые, выходящие из ремонта и находящиеся в эксплуатации хроматографы «МАЭСТРО».

Интервал между поверками – один год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении первичной и периодической поверок, выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	7.1	да	да
Опробование	7.2	да	да
Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала ΔX и дрейфа нулевого сигнала	7.3	да	да
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов хроматографа	7.4	да	да
Определение пределов детектирования C_{min}	7.5	да	да
Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы δ_t	7.6	да	да

1.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается и хроматограф «МАЭСТРО» бракуется.

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны применяться средства измерений, реактивы и оборудование, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование	Номер нормативного документа, стандартного образца
7.3.1-7.3.5; 7.3.6; 7.3.8; 7.4-7.6	Вода 1-й степени чистоты	ГОСТ Р 52501-2005
7.3.1-7.3.4; 7.3.6-7.3.7	Ацетонитрил для жидкостной хроматографии о.с.ч.	ТУ 6-09-5449-89
7.4-7.6	Раствор антрацена в ацетонитриле, массовая концентрация 200 мкг/см ³	ГСО 8749-2006
7.3-7.6	Колбы мерные 2-250-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770-74

Продолжение таблицы 2

Номер пункта методики поверки	Наименование	Номер нормативного документа, стандартного образца
7.3-7.6	Пипетка градуированная 2-2-5, 2-1-25	ГОСТ 29169-91
7.3.1-7.3.5; 7.3.6; 7.3.8; 7.4-7.6	Бидистиллятор стеклянный	ТУ 25-11.1592-81
7.4-7.6	Стандартный образец состава раствора глюкозы, массовая концентрация 1 г/дм ³	ГСО 9280-2008
7.4-7.6	Сахароза	ГОСТ 5833-75
7.4-7.6	о-ксилол ХЧ	ТУ 2631-088-44493179-03
7.3.5.1	н-гептан для хроматографии ХЧ	ТУ 2631-062-44493179-01
7.4-7.6	ГСО фенола в этаноле	ГСО 9915-2011
7.3.7	Ортофосфорная кислота, чда	ГОСТ 6552-80
7.3-7.6	Весы лабораторные типа ВЛР-200 г класса точности 2	ГОСТ 24104-2001
7.3-7.6	Термометр лабораторный ТЛ-Б2, диапазон измерений (0 – 50) °С, цена деления 0,1 °С	ГОСТ 28498-90
7.3-7.6	Психрометр аспирационный МВ-4-2М, диапазон измерений относительной влажности (10 - 100) %	ТУ 25-1607.054-85
7.3-7.6	Барометр-анероид контрольный М-110, диапазон измерений давления от 610 до 790 мм.рт.ст.	ТУ 25.04-1799-75

Примечания - Допускается применение других средств поверки, допущенных к применению в РФ, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых хроматографов «МАЭСТРО» с требуемой точностью. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы – действующие паспорта.

2.2 Контрольные растворы для поверки готовятся согласно Приложению А настоящей методики.

3 Требования безопасности

3.1 При работе с хроматографом «МАЭСТРО» следует руководствоваться «Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории», а также соблюдать ГОСТ 12.2.091-2012 «Безопасность электрического оборудования для измерения, управления и лабораторного применения».

3.2 При работе с хроматографом «МАЭСТРО» необходимо соблюдать «Противопожарные нормы» согласно СНИП 2.01.02.

3.3 Лица, допускаемые к работе, должны иметь соответствующую техническую квалификацию и подготовку, ежегодно проходить проверку знаний техники безопасности.

4 Условия поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- | | |
|--|-------------------|
| - температура окружающей среды | от 15 до 25 °С; |
| - относительная влажность воздуха, при 20 °С | от 30 до 80 %; |
| - атмосферное давление | от 84 до 106 кПа. |

5 Подготовка к поверке

5.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

1) при отсутствии нормативной документации (НД) на методику выполнения измерений, занесенной в Государственный реестр:

- подготовка колонок,
- приготовление контрольных растворов по приложению А.

2) при наличии НД на методику выполнения измерений, занесенной в Государственный реестр:

- подготовка колонок,
- приготовление элюента,
- приготовление контрольных растворов.

5.2 Подключение блоков хроматографа, их включение осуществлять в соответствии с руководством по эксплуатации на хроматограф «МАЭСТРО» ФАУН.414538.001 РЭ.

5.3 Подготовительные операции, включение хроматографа «МАЭСТРО» следует проводить в соответствии с руководством по эксплуатации на хроматограф «МАЭСТРО» ФАУН.414538.001 РЭ «Хроматографы жидкостные «МАЭСТРО. Руководство по эксплуатации».

Элюент следует фильтровать и тщательно дегазировать, чтобы избежать образования пузырьков газов, растворённых в жидкости.

6 Требования к квалификации поверителя

6.1 К проведению поверки допускаются лица, изучившие настоящую методику поверки и руководство по эксплуатации на хроматограф «МАЭСТРО» и средства поверки, а также аттестованные в качестве поверителя.

6.2 Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих хроматограф (под контролем поверителя).

7 Проведение поверки

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При проведении внешнего осмотра проверить:

- отсутствие механических повреждений и ослабленных элементов конструкции, сохранность пломб, чистоту разъемов, состояние соединительных кабелей.
- целостность корпуса, внешних элементов, отсутствие повреждений органов управления.

7.1.2 Хроматограф «МАЭСТРО», имеющий дефекты, бракуется и дальнейшей поверке не подлежит.

7.2 Опробование

Опробование хроматографа «МАЭСТРО» осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации ФАУН.414538.001 РЭ. При опробовании проверяется общее функционирование хроматографа «МАЭСТРО»: выход на режим, соответствие ПО, соответствие окон на дисплее, отсутствие сообщений об ошибке.

7.2.1 Идентификация программного обеспечения (ПО).

Идентификация ПО осуществляется следующим образом:

В главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help». В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About», в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии.

Результаты опробования положительные, если сообщений об обнаруженных ошибках не возникает, а номер версии ПО - 5.0.4.152 или выше. В противном случае хроматографа «МАЭСТРО» к дальнейшей проверке не допускается.

7.3 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала

Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала проводить через 60 минут после включения хроматографа «МАЭСТРО».

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают за значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульсов) не более 10 с.

За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение средней линии нулевого сигнала в течение 1 часа. Продолжительность измерения дрейфа нулевого сигнала составляет 10 минут. Полученные значения дрейфа нулевого сигнала экстраполируют на период в 1 час.

7.3.1 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе с фотометрическим детектором с фиксированными длинами волн проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента 1 см³/мин;
- длина волны – 254 нм.

Определить уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Таблица 3 - Метрологические характеристики различных детекторов

Детекторы	Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, ΔX , не более	Дрейф нулевого сигнала, не более	Предел детектирования, C_{min} , г/см ³	Контрольное вещество, концентрация, г/см ³
Фотометрический	0,05 мВ	5 мВ/ч	$1 \cdot 10^{-8}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-6}$
Флуориметрический	0,01 мВ	0,5 мВ/ч	$1 \cdot 10^{-9}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-7}$
Флуориметрический с фиксированной длиной волны возбуждения	0,05 мВ	0,5 мВ/ч	$5 \cdot 10^{-9}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-7}$
Детектор на диодной матрице	0,1 мВ	10 мВ/ч	$1 \cdot 10^{-9}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-6}$

Спектрофотометрический (на длине волны 254 нм)	0,1 мВ	5 мВ/ч	$1 \cdot 10^{-8}$	Антрацен, $1 \cdot 10^{-6}$
Рефрактометрический	$2 \cdot 10^{-6}$ ед. рефр.	$0,25 \cdot 10^{-6}$ ед.рефр /час	$1 \cdot 10^{-8}$	Глюкоза, $1 \cdot 10^{-5}$ или сахароза $1 \cdot 10^{-5}$ или о- ксилол $1 \cdot 10^{-5}$
Амперометрический	0,25 нА	20 нА/ч	$1 \cdot 10^{-8}$	Фенол в этанол, $1 \cdot 10^{-6}$
Низкотемпературный испарительный детектор светорассеяния	1 мВ	5 мВ/ч	$5 \cdot 10^{-6}$	Глюкоза, $1 \cdot 10^{-4}$ или сахароза $1 \cdot 10^{-4}$

7.3.2 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе с флуориметрическим детектором проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом С18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента $1 \text{ см}^3/\text{мин}$;
- длина волны возбуждения – 350 нм;
- длина волны излучения – 375 нм.

Определить уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.3 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе с детектором на диодной матрице проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом С18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента $1 \text{ см}^3/\text{мин}$;
- длина волны – 254 нм.

Определить уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.4 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе со спектрофотометрическим детектором проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом С18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента $1 \text{ см}^3/\text{мин}$;
- длина волны – 254 нм.

Определить уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.5 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе с рефрактометрическим детектором (при использовании детектора для анализа водных растворов) проводить при следующих условиях:

- колонка Hi-Plex Ca длиной 300 мм и внутренним диаметром 7,7 мм, заполненная сорбентом фракции 8 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- температура колонки – 80 °С;
- температура ячейки – 35 °С;
- элюент – вода;
- расход элюента 1 см³/мин.

7.3.5.1 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе с рефрактометрическим детектором (при использовании детектора для анализа растворов на основе органических веществ) проводить при следующих условиях:

- колонка ZORBAX NH2 длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- температура колонки – 30 °С;
- температура ячейки – 35 °С;
- элюент – н-гептан;
- расход элюента 1 см³/мин.

Определить уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.6 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе с флуориметрическим детектором с фиксированной длиной волны возбуждения проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- элюент – 80 % раствор ацетонитрила в воде;
- расход элюента 1 см³/мин;
- длина волны возбуждения – 365 нм;
- длина волны излучения – 405 нм.

Определить уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.7 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе с амперометрическим детектором проводить при следующих условиях:

- колонка Zorbax длиной 150 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная сорбентом C18, фракции 5 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- потенциал электрода + 1,3 В;
- элюент – 10 % раствор ацетонитрила в ортофосфорной кислоте (рН = 3);
- расход элюента 1 см³/мин.

Определить уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

7.3.8 Определение уровня флуктуационных шумов ΔX и дрейфа нулевого сигнала при работе с низкотемпературным испарительным детектором светорассеяния проводить при следующих условиях:

- колонка Hi-Plex Са длиной 300 мм и внутренним диаметром 7,7 мм, заполненная сорбентом фракции 8 мкм (устанавливается по направлению потока элюента в соответствии со стрелкой на колонке);
- температура колонки – 80 °С;
- температура испарения – 80 °С;
- элюент – вода;
- расход элюента 1 см³/мин.

Определить уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity». Уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 3.

Хроматографы «МАЭСТРО» признаются прошедшими поверку в соответствии с п. 7.3, если уровень шумов ΔX и дрейф нулевого сигнала не превышают значений, указанных в таблице 3.

Примечание - Допускается использовать аналогичные колонки других изготовителей, типоразмеров и маркировок, не ухудшающих измеряемые величины по сравнению с приведенными колонками.

7.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения (далее по тексту – ОСКО, σ_t) выходного сигнала хроматографа «МАЭСТРО»

С помощью ПО Clarity установить рабочие параметры хроматографа «Маэстро» по п.п. 7.3.1 – 7.3.8.

Для определения значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматограф «МАЭСТРО» всех исполнений должен быть подвергнут технологической наработке. Ввести не менее трех раз контрольное вещество (таблица 3) для насыщения колонки, а затем провести шесть вводов контрольного вещества (объем каждой вводимой пробы от 5 до 50 мкл) с регистрацией времени удерживания (далее — t_i), высоты (далее - h_i) и площади пика контрольного вещества (далее — S_i) (согласно «Руководство пользователя» ПО «Clarity»).

С помощью ПО определить ОСКО выходного сигнала по высоте, площади пика и времени удерживания.

Возможно провести расчет ОСКО вручную по формулам (1), (3) и (5) соответственно:

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

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

$$ОСКО_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$\bar{h} = \sum_{i=1}^n h_i, \quad (4)$$

$$OSKO_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

$$\bar{S} = \sum_{i=1}^n S_i, \quad (6)$$

где h_i , t_i , S_i – i -ое значение результатов измерений по высоте пика, времени удерживания и площади пика соответственно; \bar{h} , \bar{t} , \bar{S} – среднее арифметическое результатов измерений по высоте пика, времени удерживания и площади пика соответственно, \bar{X}_{0j} ; n – количество измерений. Значения относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 – Допускаемые значения ОСКО выходного сигнала хроматографа при различном способе ввода пробы

Характеристика отклонения выходного сигнала	при ручном вводе, %	при вводе пробы автосамплером, %	для низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния, %
По времени удерживания	2,0	0,5	2,0
По высоте пиков	3,5	1,0	3,5
По площади пиков	5,0	1,5	5,0

Хроматографы «МАЭСТРО» признаются прошедшими поверку в соответствии с подразделом 7.4 если значения ОСКО выходных сигналов не превышают значений, приведенных в таблице 4.

7.5 Определение предела детектирования C_{min} .

7.5.1 При определении предела детектирования C_{min} использовать средние значения площадей пиков контрольных веществ, полученные при определении значений относительного среднего квадратического отклонения площадей пиков σ_t в п.7.4.

Предел детектирования C_{min} , г/см³, рассчитать по формуле (7):

$$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot m}{S \cdot U}, \quad (7)$$

где: ΔX – измеренная по пп. 7.3.1 – 7.3.8 величина уровня флуктуационных шумов для фотометрического, спектрофотометрического или диодно-матричного детекторов, мБ; для флуориметрических детекторов и низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния, мВ; для рефрактометрического детектора, ед. рефр, для амперометрического детектора нА; m – масса введенного контрольного вещества, г; S – площадь пика для фотометрического, спектрофотометрического или диодно-матричного детекторов, мБ·с; для флуориметрических детекторов и низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния мВ·с; для рефрактометрического детектора, ед.рефр·с, для амперометрического детектора нА·с; U – расход элюента, см³/с.

Массу введенного контрольного вещества m рассчитать по формуле (8):

$$m = C_0 \cdot V_g, \quad (8)$$

где C_0 – концентрация контрольного вещества в растворе, г/см³ (таблица 3); V_g – объем вводимого контрольного вещества, см³.

Хроматографы «МАЭСТРО» признаются прошедшими поверку в соответствии с п. 7.5 если пределы детектирования S_{\min} для каждого детектора не превышают значений указанных в таблице 3.

7.6 Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы δ_t .

Для определения относительного изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы, δ_{tj} , хроматограф «МАЭСТРО» всех исполнений должен быть подвергнут технологической наработке. С помощью ПО «Clarity» установить рабочие параметры хроматографа «МАЭСТРО» по п.п. 7.3.1 – 7.3.8.

Определить среднее значение для каждого j-го выходного сигнала \bar{X}_{0j} , полученные в п. 7.4. Через 8 ч непрерывной работы хроматографа «МАЭСТРО» всех исполнений, измерения, проводимые в п. 7.4, повторить и вновь определить средние значения выходных сигналов \bar{X}_{1j} .

Относительное изменение выходных сигналов δ_{tj} , %, хроматографа «МАЭСТРО» всех исполнений за цикл измерений 8 ч определить по формуле (9):

$$\delta_{tj} = \frac{\bar{X}_{0j} - \bar{X}_{1j}}{\bar{X}_{0j}} \cdot 100\%, \quad (9)$$

где \bar{X}_{0j} и \bar{X}_{1j} - средние арифметические значения десяти измерений j-го выходного сигнала, полученные в начале и конце 8 ч непрерывной работы хроматографа «МАЭСТРО» всех исполнений.

В течение 8 ч не допускается корректировка рабочих условий (расходов элюента, температуры термостата).

Хроматографы «МАЭСТРО» признаются прошедшими поверку в соответствии с п. 7.6 если значение относительного изменения δ_{tj} j-го выходного сигнала за время измерений 8 ч находится в пределах $\pm 10\%$.

8 Оформление результатов поверки

8.1 При положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке установленного образца в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015. При этом знак поверки в виде наклейки наносится на свидетельство о поверке.

8.2 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности с указанием причины непригодности в соответствии с Приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015.

Начальник лаборатории № 671
ФГУП «ВНИИФТРИ»



А.А. Стахеев

ПРИЛОЖЕНИЕ А

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

А.1 Для приготовления контрольных растворов применяют следующее оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29169-91.
- Раствор антрацена в ацетонитриле (200 мкг/см³) ГСО 8749-2006.
- Стандартный образец состава раствора глюкозы, массовая концентрация 1 г/дм³ ГСО 9280-2008.
- Вода 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.
- Ацетонитрил для жидкостной хроматографии о.с.ч. по ТУ 6-09-5449-89.

А.2 Приготовление поверочных растворов с использованием жидких стандартных образцов.

А.2.1 Используя формулу (А. 1) проводят расчет объема стандартного образца и объема растворителя, необходимых для получения раствора с массовой концентрацией контрольно вещества, требуемой для поверяемого детектора (см. таблицу 3 настоящей методики поверки).

А.2.2 При помощи градуированной пипетки переносят необходимый объем стандартного образца в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³ (или 1000 см³), разбавляют до метки растворителем и перемешивают.

А.2.3 Действительное значение массовой концентрации контрольного вещества в растворе (C_1 , см³) вычисляют по формуле (А.1):

$$C_1 = C_0 \frac{V_0}{V_K} \quad (A.1)$$

где C_0 - действительное (паспортное) значение массовой концентрации контрольного вещества в стандартном образце, мкг/см³; V_0 - объем стандартного образца, использованный для приготовления данного раствора; V_K - общий объем приготовленного раствора (100 см³ или 1000 см³).

А.2.4 При необходимости проводят повторное разбавление полученного поверочного раствора.

А.3 Погрешность действительного значения концентрации поверочного раствора рассчитывают с учётом процедуры их приготовления по формуле (А.2):

$$\Delta c = 1,1c \sqrt{\left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\delta}{c}\right)^2 + \left(\frac{\Delta c_A}{c_A}\right)^2}, \quad (\text{А.2})$$

где c - концентрация контрольного раствора, мкг/см^3 ; V_1 - объём раствора, отмеряемый пипеткой, см^3 ; ΔV_1 - предел погрешности используемой пипетки, см^3 ; V_2 - объём мерной колбы, см^3 ; ΔV_2 - предел погрешности используемой колбы, см^3 ; δ - предел обнаружения примеси при контроле чистоты растворителя, мкг/см^3 ; c_A - аттестованное значение концентрации компонента в ГСО, мкг/см^3 ; Δc_A - абсолютная погрешность аттестованного значения ГСО или массовая концентрация примесей в реактиве (чистом веществе), мкг/см^3 .

А.3.1 Характеристики СИ, используемых для приготовления поверочных растворов

Наименование СИ	Наименование НТД на СИ	Измеряемая величина	Значение измеряемой величины	Пределы допускаемой абсолютной погрешности
2 Колба мерная 1-1000-2	ГОСТ 1770-74	Объём, V_2	1000 см^3	$\Delta V_2 = \pm 0,80 \text{ см}^3$
2 Колба мерная 2-250-2	ГОСТ 1770-74		250 см^3	$\Delta V_2 = \pm 0,30 \text{ см}^3$
3 Колба мерная 2-100-1	ГОСТ 1770-74		100 см^3	$\Delta V_2 = \pm 0,20 \text{ см}^3$
4 Колба мерная 2-50-2	ГОСТ 1770-74		50 см^3	$\Delta V_2 = \pm 0,12 \text{ см}^3$
5 Пипетка 2-2-25	ГОСТ 29169-91	Объём, V_1	25 см^3	$\Delta V_1 = \pm 0,060 \text{ см}^3$
6 Пипетка 2-1-5	ГОСТ 29169-91		5 см^3	$\Delta V_1 = \pm 0,015 \text{ см}^3$

А.3.2 При использовании средств измерений и стандартных образцов и реактивов, указанных в п.1. настоящего приложения, относительная погрешность поверочного раствора, приготовленного по данной методике, находится в пределах $\pm 5 \%$.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(Обязательное)

ПРОТОКОЛ

поверки хроматографа жидкостного

«МАЭСТРО» _____ **ФАУН.414538.001** _____

исполнение _____ обозначение _____

Изготовитель _____ год изготовления _____

Заводской номер _____, Версия ПО Clarity _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____ °С;

Относительная влажность _____ %;

Атмосферное давление _____ кПа.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1 Результаты внешнего осмотра _____

2 Результаты определения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Значение уровня шумов	
по паспорту	действительное

3 Результаты определения дрейфа нулевого сигнала

Значение дрейфа нулевого сигнала	
по паспорту	действительное

4 Результаты определения значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала хроматографа

Значение выходного сигнала	Рассчитанное ОСКО выходного сигнала, %	Допустимое значение ОСКО выходного сигнала, %

5 Результаты определения изменения выходных сигналов за 8 ч непрерывной работы

Среднее арифметическое значение выходного сигнала, полученное в начале 8 ч непрерывной работы хроматографа			Среднее арифметическое значение выходного сигнала, полученное в конце 8 ч непрерывной работы хроматографа			Относительное изменение выходного сигнала, %			
						полученное		допускаемое	
$\bar{X}_0(t), c$	$\bar{X}_0(h)^*$	$\bar{X}_0(s)^{**}$	$\bar{X}_t(t), c$	$\bar{X}_t(h)^*$	$\bar{X}_t(s)^{**}$	$\delta_t(t), \%$	$\delta_t(h), \%$		$\delta_t(s), \%$

* - единицы измерения $\bar{X}_0(h)$ и $\bar{X}_t(h)$ – для фотометрического, спектрофотометрического или диодно-матричного детекторов, мВ; для флуориметрического, флуориметрического с фиксированной длиной волны возбуждения или низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния, мВ; для рефрактометрического детектора, ед.рефр; для амперометрического детектора нА.

** - единицы измерения $\bar{X}_0(s)$ и $\bar{X}_t(s)$ - для фотометрического, спектрофотометрического или диодно-матричного детекторов, мВ·с; для флуориметрического, флуориметрического с фиксированной длиной волны возбуждения или низкотемпературного испарительного детектора светорассеяния, мВ·с; для рефрактометрического детектора, ед.рефр с; для амперометрического детектора нА·с

Поверитель _____

" " _____ 201__ г.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докум.	Номер документа	Входящий номер сопроводительного документа и дата	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	изъятых					