

ФБУ «УРАЛТЕСТ»
СПРАВОЧНЫЙ МАТЕРИАЛ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП ВНИИМС,
Руководитель ГЦИ СИ



В.Н.Яншин

2002 г.

ИНСТРУКЦИЯ

Системы капиллярного электрофореза G1600A

фирмы "Agilent Technologies", США "

Методика поверки

Москва 2002 г.

Настоящая инструкция распространяется на системы капиллярного электрофореза G1600A фирмы "Agilent Technologies", США, и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Межповерочный интервал 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта инструкции
Внешний осмотр	4.1
Опробование	4.2
– определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	4.2.1.-4.2.2.
– определение дрейфа нулевого сигнала	4.2.1-4.2.2.
– определение соотношения сигнал/шум	4.2.3
Определение метрологических характеристик:	4.3
– определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов	4.3.1.-4.3.3.
– определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы	4.3.4-4.3.5

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

ГСО 7815-2000 состава ацетона;

Боратный буфер, молярная концентрация 20 мМ, рН=9,3. Допускается применять любой другой прозрачный буфер с молярной концентрацией соли не более 20 мМ.

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным выше.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
– атмосферное давление, кПа	84 ± 106,7
– относительная влажность воздуха, %	30 ± 90

– напряжение переменного тока, В	220 ± 22
– частота сети, Гц	50 ± 1

3.2. Режимные параметры:

Способ дозирования пробы	гидростатический
Произведение давления на время введения образца, мБар·с	50
Высоковольтное питание:	
– напряжение постоянного тока, кВ	25
Капилляр*:	
– длина, см	64
– внутренний диаметр, мкм	50
Длина волны детектора, нм (без контрольной длины волны)	400
Ширина полосы, нм	20
*) Можно использовать капилляр с другой длиной, но не покрытый изнутри.	

3.3. Подготовительные работы должны проводиться в соответствии с инструкцией по эксплуатации системы капиллярного электрофореза G1600A с системой обработки данных ChemStation.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности системы капиллярного электрофореза G1600 технической документации фирмы "Agilent Technologies";
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

4.2. Опробование

При опробовании проводят определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала и соотношения сигнал/шум.

4.2.1. Уровень флуктуационных шумов, дрейф нулевого сигнала определяют с капилляром, заполненным боратным буфером. Устанавливают длину волны 400 нм.

4.2.2. После выхода анализатора на режим нулевой сигнал регистрируют в течение 30 мин и обрабатывают при помощи системы обработки данных "ChemStation"

4.2.3. Значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала должны соответствовать следующим условиям:

$$\Delta x < 1 \cdot 10^{-4} \text{ е.о.п.}; D < 1 \cdot 10^{-3} \text{ е.о.п. /час}$$

4.2.4. Определение отношения сигнал/шум выполняют при дозировании 1,2 нл ацетона (вводимый объем соответствует условиям, указанным в п.3.2).

С помощью системы обработки данных "ChemStation" определяют высоту хроматографического пика (h) и уровень шума нулевого сигнала (Δx).

Отношение сигнал/шум определяют по формуле

$$N = \frac{h}{\Delta x},$$

Полученное значение N должно быть не менее 500.

4.3. Определение метрологических характеристик

4.3.1. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов.

Измерения проводят после выхода анализатора на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать п.п.3.1., 3.2.

4.3.2. Контрольное вещество (ГСО состава ацетона) вводят в анализатор не менее 10 раз, измеряют значения выходных сигналов x_i (времени миграции и площади пика) вычисляют среднее арифметическое значение выходных сигналов (\bar{x}).

4.3.3. Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов рассчитывают по формуле

$$\tilde{\sigma} = \frac{100}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{x} - x_i)^2}{n - 1}}$$

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов не должны превышать норм, приведенных в таблице 2.

4.3.4. Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы.

Условия измерений аналогичны, указанным в п.п.3.1. и 3.2. Проводят операции, описанные в п.4.3.2. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.4.3.2.

Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы анализатора рассчитывают по формуле

$$\delta_t = \frac{|\bar{x}_t - \bar{x}|}{\bar{x}} \cdot 100$$

4.3.5. Значения относительного изменения выходных сигналов (площади пика и времени миграции) не должны превышать норм, приведенных в таблице 2.

Таблица 2.

Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов, %		Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы, %	
время миграции	площадь пика	время миграции	площадь пика
1	4	2	5

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки систем капиллярного электрофореза G1600A фирмы "Agilent Technologies" заносят в протокол.

5.2. Положительные результаты поверки систем капиллярного электрофореза G1600A фирмы "Agilent Technologies" оформляют выдачей свидетельства установленной формы.

5.3. Системы капиллярного электрофореза G1600A фирмы "Agilent Technologies", не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Системы капиллярного электрофореза G1600A изымаются из обращения и после ремонта подвергаются повторной поверке.

Начальник сектора, к.х.н.



О.Л.Рутенберг



УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ "ВНИИМС"

В.Н.Яншин

2005 г.

**Изменение № 1 к инструкции
"Системы капиллярного электрофореза G1600A. Методика поверки"
фирмы "Agilent Technologies", США.**

1. Пункт 3.2. читать в следующей редакции.

3.2. Режимные параметры системы капиллярного электрофореза:

Способ дозирования пробы	гидростатический
Давление при введении образца/время, мБар·с	50
Время заполнения капилляра, с	
Высоковольтное питание:	
– напряжение постоянного тока, кВ	25
Капилляр:	
– длина, см	64
– внутренний диаметр, мкм	50
Длина волны детектора, нм (без контрольной длины волны)	254
Ширина полосы, нм	20

2. Добавит пункт 3.4.

3.4. Приготовление контрольного раствора ацетона в воде.

Контрольный раствор ацетона в воде готовят разбавлением деионизованной водой ГСО состава ацетона в соотношении 1:1. Объем приготовленного раствора должен быть не менее 5 мл. Приготовленным раствором заполняют до верхнего края флакон(ы) для капиллярного электрофореза (входят в комплект поставки) и закрывают их стандартной крышкой.

3. Пункт 4.2.1. читать в следующей редакции.

4.2.1. Уровень флуктуационных шумов, дрейф нулевого сигнала определяют с капилляром, заполненным боратным буфером на длине волны 254 нм.

4. Пункт 4.2.4. читать в следующей редакции.

4.2.4. Определение отношения сигнал/шум выполняют при дозировании 5,2 нл контрольного раствора ацетона (вводимый объем соответствует условиям, указанным в п.3.2).

5. Пункт 4.3.2. читать в следующей редакции.

4.3.2. Контрольный раствор ацетона (п.3.4.) вводят в анализатор не менее 10 раз, измеряют значения выходных сигналов x_i (времени миграции и площади пика) вычисляют среднее арифметическое значение выходных сигналов (\bar{x}).

Начальник сектора, к.х.н.

О.Л.Рутенберг