

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

по производственной метрологии

ФГУП "ВНИИМС"



Н.В. Иванникова **Н.В. Иванникова**

12 декабря 2016 г.

**Хроматографы жидкостные микроколоночные
«ОРЛАНТ»**

Методика поверки

2.841.001 И

**Москва
2016 г.**

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные микроколоночные «ОРЛАНТ» исполнения «ОРЛАНТ-122», «ОРЛАНТ-222», «ОРЛАНТ-322», «ОРЛАНТ-112», «ОРЛАНТ-212», «ОРЛАНТ-312» (далее – хроматографы), изготавливаемые Обществом с ограниченной ответственностью «Медикант», г. Орел, и устанавливает методику его первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Обязательность проведения операции	
		при выпуске из производства и из ремонта	при периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование – определение дрейфа нулевого сигнала	6.2		
– определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	6.2.1	Да	Да ¹⁾
– определение предела детектирования	6.2.2	Да	Да ¹⁾
– определение предела детектирования	6.2.3	Да	Да ¹⁾
- проверка идентификационных данных программного обеспечения	6.2.4	Да	Да ¹⁾
3 Определение метрологических характеристик – определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала (площади пика, времени удерживания)	6.3		
– определение относительного изменения выходного сигнала за 16 ч непрерывной работы	6.3.1	Да	Да ¹⁾
	6.3.2	Да	Да ²⁾

Примечание:

¹⁾При отсутствии НД на методику измерений, утвержденного в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563 -2009.

²⁾При наличии НД на методику измерений.

1.2 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, поверку прекращают.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование и обозначение средств поверки	Метрологические характеристики
Контрольные растворы, приготовленные по приложению А к Методике поверке	Погрешность приготовления растворов не более $\pm 3\%$.

2.2 Допускается применение других средств измерений, обеспечивающих определение метрологических характеристик с требуемой точностью.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы – действующие паспорта.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки соблюдают требования безопасности, приведенные в эксплуатационной документации.

3.2 Конструкция и электрический монтаж хроматографа обеспечивают безопасность обслуживающего персонала в соответствии с:

- ГОСТ 12.2.007.0-75 по классу 1;
- «Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей»;
- «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей»;
- «Правилами устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением», разд. 10 «Дополнительные требования к баллонам».

3.3 Все токоведущие части хроматографа защищены от случайного прикосновения. Степень защиты - IP20В по ГОСТ 14254-96.

3.4 Блоки СФД-УФ, СФД-ВИД, ФМД, БН, имеют отдельные зажимы для заземления корпусов.

3.5 Металлические нетоковедущие части, которые могут вследствие повреждения изоляции оказаться под электрическим напряжением опасной величины, заземлены по ГОСТ 12.2.007.0-75. Значение сопротивления заземления не более 0,1 Ом.

3.6 Блоки хроматографа подключаются к сети трехжильным шнуром с трехконтактной вилкой. При нажатии клавиши «СЕТЬ» загорается индикатор. Возле зажимов заземления СФД-УФ, СФД-ВИД, ФМД, БН нанесены нестираемые при эксплуатации знаки заземления. Размеры знака соответствуют ГОСТ 21130-75.

3.7 Электрическое сопротивление изоляции электрических цепей сетевого питания относительно корпуса составляет 20 МОм при нормальных климатических условиях применения по п.1.2.2.1. 2.841.001 РЭ.

3.8 Электрические цепи, питающие блоки хроматографа, защищены плавкими предохранителями.

3.9 Дейтериевая лампа в рабочем положении закрыта кожухом, исключаяющим воздействие излучения на человека.

3.10 Стеклоплавные трубки насосных модулей закрыты прозрачной трубкой из ПВХ.

3.11 Эксплуатация и техническое обслуживание хроматографа производится лицами, прошедшими инструктаж, имеющими четвертую квалификационную группу допуска к работе на электроустановках напряжением выше 1000 В, изучившими специальные правила техники безопасности по выполняемым видам работ, имеющим необходимую квалификацию при работе с кислотами, щелочами и органическими растворителями.

4 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|------------------------------------|--------------|
| – температура окружающей среды, °С | 20 ± 5 |
| – относительная влажность, % | от 30 до 90 |
| – атмосферное давление, кПа | от 91 до 107 |
| – напряжение переменного тока, В | 220 ± 10 |
| – частота питающей сети, Гц | 50 ± 1 |

5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы. Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с Руководством по его эксплуатации.

Готовят контрольные растворы по приложению А к Методике поверке.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

– отсутствие внешних повреждений, влияющих на работоспособность газосигнализаторов;

– исправность устройств управления;

– четкость надписей на лицевой панели.

Хроматографы считаются выдержавшими внешний осмотр, если выполнены перечисленные выше требования.

6.2 Опробование

При опробовании проводят определение дрейфа нулевого сигнала, уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, предела детектирования и проверку идентификационных данных программного обеспечения.

6.2.1 Определение дрейфа нулевого сигнала

Определение дрейфа нулевого сигнала для исполнений «ОРЛАНТ-112», «ОРЛАНТ-212», «ОРЛАНТ-122», «ОРЛАНТ-222» производится с использованием имитатора кюветы, при этом из входящих в комплект оборудования устройств включается только детектор. Оно заключается в измерении дрейфа нулевого сигнала в течение 1 ч с предшествующей работой оборудования также в течение 1 ч для выхода на режим. Загружают и запускают файл "*дрейф112.mtw*", "*дрейф212.mtw*", "*дрейф122.mtw*", "*дрейф222.mtw*".

Определение дрейфа нулевого сигнала для исполнений «ОРЛАНТ-312», «ОРЛАНТ-322» производится по записи сигнала при пропуске чистого элюента, прошедшего колонку, через рабочую кювету. Загружают и запускают файл "*дрейф312.mtw*", "*дрейф322.mtw*".

Условия измерений приведены в таблице 3.

По окончании программы на экран выдается отчет со значением дрейфа нулевого сигнала, измеренного в течение 60 мин. Полученное значение дрейфа нулевого сигнала не должно превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 3

Исполнение хроматографов	Контрольный раствор, массовая концентрация контрольного вещества, г/см ³	Объем вводимой пробы, мкл	Элюент, объемное соотношение	Скорость потока элюента, мкл/мин	Режимные параметры
Дрейф нулевого сигнала					
«ОРЛАНТ-112», «ОРЛАНТ-122»	-	-	-	-	Длина волны 260 нм. Постоянная времени 20 с.
«ОРЛАНТ-212», «ОРЛАНТ-222»	-	-	-	-	Длина волны 520 нм. Постоянная времени 20 с.
«ОРЛАНТ-312», «ОРЛАНТ-322»	-	-	ацетонитрил : вода 85:15	60	Длина волны возбуждения 248 нм. Светофильтр 420 - 600 нм. Постоянная времени 5 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала					
«ОРЛАНТ-112», «ОРЛАНТ-122»	-	-	ацетонитрил : вода 85:15	100	Длина волны 260 нм. Постоянная времени 1 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.
«ОРЛАНТ-212», «ОРЛАНТ-222»	-	-	ацетонитрил : вода 85:15	100	Длина волны 520 нм. Постоянная времени 1 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.
«ОРЛАНТ-312», «ОРЛАНТ-322»	-	-	ацетонитрил : вода 85:15	100	Длина волны возбуждения 248 нм Светофильтр 420 - 600 нм. Постоянная времени 5 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.

Исполнение хроматографов	Контрольный раствор, массовая концентрация контрольного вещества, г/см ³	Объем вводимой пробы, мкл	Элюент, объемное соотношение	Скорость потока элюента, мкл/мин	Режимные параметры
Предел детектирования					
«ОРЛАНТ-112», «ОРЛАНТ-122»	антрацен в ацетонитриле, $1 \cdot 10^{-8}$ (раствор № 2)	20	ацетонитрил : вода 85:15	150	Длина волны 254 нм. Постоянная времени 1 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130-С16Т, 5 мкм.
«ОРЛАНТ-212», «ОРЛАНТ-222»	индигокармин в ацетонитриле, $1 \cdot 10^{-6}$ (раствор № 5)	20	ацетонитрил : вода 85:15	150	Длина волны 400 нм. Постоянная времени 0,4 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130-С16Т, 5 мкм.
«ОРЛАНТ-312», «ОРЛАНТ-322»	антрацен в ацетонитриле, $5 \cdot 10^{-9}$ (раствор № 3)	20	ацетонитрил : вода 85:15	150	Длина волны возбуждения 248 нм. Светофильтр 420 - 600 нм. Постоянная времени 1 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130-С16Т, 5 мкм.

Таблица 4


Исполнение хроматографов	Дрейф нулевого сигнала, не более	Уровень флуктуационных шумов, не более	Предел детектирования, не более, г/см ³
«ОРЛАНТ-112», «ОРЛАНТ-122»	$5 \cdot 10^{-5}$ е.о.п./ч	$1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.	$1 \cdot 10^{-8}$ по антрацену
«ОРЛАНТ-212», «ОРЛАНТ-222»	$1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п./ч	$1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.	$1 \cdot 10^{-6}$ по индигокармину
«ОРЛАНТ-312», «ОРЛАНТ-322»	5 % шкалы/ч	3 % шкалы	$5 \cdot 10^{-9}$ по антрацену

6.2.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала выполняют на хроматографе, укомплектованном колонкой, после выхода хроматографа на режим при условиях, указанных в таблице 3.

Устанавливают кювету. Заполняют резервуар насоса элюентом.

Выбирают файл "шум112. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-112»), "шум212. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-212»), "шум312. Mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-312»), "шум122. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-122»), "шум222. Mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-222»), "шум322. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-322») запускают метод выбрав команду «Управление/Запустить анализ», после чего откроется окно, в котором будет регистрироваться нулевая линия.

По окончании промывки колонки начинают регистрацию хроматограммы, нажав кнопку , при этом окно изменит цвет и начнется сбор данных.

Через 2 минуты хроматограмма будет завершена, при этом откроется окно отчета с полученным значением уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала.

Полученное значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала не должно превышать значений, приведенных в таблице 4. Полученное значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала Δx используют при определении предела детектирования.

6.2.3 Определение предела детектирования

Предел детектирования определяют на хроматографе, укомплектованном хроматографической колонкой, с использованием контрольных растворов и условий, указанных в таблице 3.

Выбирают файл "предел112. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-112»), "предел212. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-212»), "предел312. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-312»), "предел122. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-122»), "предел222. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-222»), "предел322. mtw" (исполнение «ОРЛАНТ-322»), запускают метод.

В хроматограф вводят пробу контрольного раствора и определяют высоту или площадь пика (S).

Предел детектирования в г/см³ рассчитывают по формуле

$$C_{\text{мин}} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G \cdot 60}{S \cdot V},$$

где G – масса вещества, г; $G = C \cdot v$ (C – массовая концентрация контрольного вещества, г/дм³, v – объем пробы, дм³);

V – скорость потока элюента, см³/мин;

Δx – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, определенный по п.4.1.2, е.о.п. или % шкалы;

S – значение площади пика контрольного вещества, е.о.п. · с или % шкалы · с.

При использовании программного обеспечения «МультиХром» предел детектирования $S_{мин}$ рассчитывают в граммах по формуле

$$C_{мин} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot \Phi O \cdot H \cdot 60}{S \cdot V},$$

где ΦO – фактор отклика, автоматически вычисляемый ПО «МультиХром» по данным хроматограммы контрольного вещества, г/е.о.п. или г/% шкалы;

Δx – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, определенный по п.4.1.2, е.о.п. или % шкалы;

H – высота пика, е.о.п. или % шкалы;

V – скорость потока элюента, см³/мин;

S – значение площади пика контрольного вещества, е.о.п.·с или % шкалы·с.

Полученное значение предела детектирования не должно превышать значений, приведенных в таблице 4.

6.2.4 Проверка идентификационных данных программного обеспечения

При включении хроматографов отображается информация о его программном обеспечении.

Результат проверки считается положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют указанным значениям:

- идентификационное наименование ПО: МультиХром.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала хроматографа (площади пика, времени удерживания)

Относительное СКО выходного сигнала определяют на хроматографе, укомплектованном колонкой с использованием контрольных веществ и при условиях, приведенных в таблице 5.

Заполняют флакон для проб контрольным раствором.

Выбирают файл "*СКО112. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-112»), "*СКО212. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-212»), "*СКО312. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-312»), "*СКО122. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-122»), "*СКО222. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-222»), "*СКО322. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-322»). Выбирают в окне команду "Управление/Запустить анализ". После запуска системы откроется окно, в котором будет регистрироваться нулевая линия.

Вводят с помощью устройства ввода пробы соответствующий объём контрольного раствора приведенный в таблице 5. В момент ввода пробы окно изменит цвет, и начнется прием данных. По окончании регистрации хроматограммы производится автоматическая разметка и идентификация контрольного вещества, пик которого получает метку с названием используемого соединения. Аналогичным образом получают ещё 11 хроматограмм.

Заполняют флакон для проб контрольным раствором.

Выбирают файл "*СКО112. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-112»), "*СКО212. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-212»), "*СКО312. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-312»), "*СКО122. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-122»), "*СКО222. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-222»), "*СКО322. mtw*" (исполнение «ОРЛАНТ-322»). Выбирают в окне команду "Управление/Запустить анализ". После запуска системы откроется окно, в котором будет регистрироваться нулевая линия.

Таблица 5

Исполнение хроматографа	Контрольный раствор, массовая концентрация контрольного вещества, г/см ³	Объем вводимой пробы, мкл	Элюент, объемное соотношение	Скорость потока элюента, мкл/мин	Режимные параметры
СКО выходного сигнала					
«ОРЛАНТ-112» «ОРЛАНТ-122»	антрацен в ацетонитриле, $2 \cdot 10^{-5}$ (раствор № 1)	10	ацетонитрил : вода 85:15	150	Длина волны 254 нм. Постоянная времени 0,4 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.
«ОРЛАНТ-212» «ОРЛАНТ-222»	индигокармин в ацетонитриле, $3 \cdot 10^{-5}$ (раствор № 4)	10	ацетонитрил : вода 85:15	150	Длина волны 400 нм. Постоянная времени 0,4 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.
«ОРЛАНТ-312» «ОРЛАНТ-322	антрацен в ацетонитриле, $2 \cdot 10^{-5}$ (раствор № 1)	10	ацетонитрил-вода 85:15	150	Длина волны возбуждения 248 нм. Светофильтр 420 - 600 нм. Постоянная времени 1 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.
Относительное изменение выходного сигнала за 16 часов непрерывной работы					
«ОРЛАНТ-112» «ОРЛАНТ-122»	антрацен в ацетонитриле, $2 \cdot 10^{-5}$ (раствор № 1)	10	ацетонитрил : вода 85:15	150	Длина волны 254 нм. Постоянная времени 0,4 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.
«ОРЛАНТ-212» «ОРЛАНТ-222»	индигокармин в ацетонитриле, $3 \cdot 10^{-5}$ (раствор № 4)	10	ацетонитрил : вода 85:15	150	Длина волны 400 нм. Постоянная времени 0,4 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.
«ОРЛАНТ-312» «ОРЛАНТ-322	антрацен в ацетонитриле, $2 \cdot 10^{-5}$ (раствор № 1)	10	ацетонитрил : вода 85:15	150	Длина волны возбуждения 248 нм. Светофильтр 420 - 600 нм. Постоянная времени 1 с. Хроматографическая колонка 2x50 мм. Диасорб 130- С16Т, 5 мкм.

Вводят с помощью устройства ввода пробы соответствующий объём контрольного раствора приведенный в таблице 5. В момент ввода пробы окно изменит цвет, и начнется прием данных. По окончании регистрации хроматограммы производится автоматическая разметка и идентификация контрольного вещества, пик которого получает метку с названием используемого соединения. Аналогичным образом получают ещё 12 хроматограмм.

По окончании анализов производят статистическую обработку хроматограмм из окна "Открытие хроматограммы". Для этого хроматограммы выделяют и нажимают кнопку "Статистика", после чего откроется окно "Опции статистики". Выбирают нужные параметры и пики и нажимают кнопку "Сделать отчет". Первые два дозирования не учитываются, так как в этот момент происходит стабилизация химических процессов в колонке. После выполнения пересчета откроется окно статистического отчета.

Относительное СКО выходного сигнала хроматографа рассчитывают по формуле

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

где \bar{X} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

X – значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания);

n – число наблюдений.

Полученное значение относительного СКО выходного сигнала не должно превышать значений, приведенных в таблице 6.

Таблица 6

Исполнение хроматографов	Относительное СКО выходного сигнала, %		Относительное изменение выходного сигнала за 16 часов непрерывной работы, %
	площадь пика	время удерживания	
«ОРЛАНТ-112», «ОРЛАНТ-122»	1	1	±5
«ОРЛАНТ-212», «ОРЛАНТ-222»	1	1	±5
«ОРЛАНТ-312», «ОРЛАНТ-322»	1,5	1	±10

6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 16 ч непрерывной работы

Условия измерений аналогичны, приведенным в разделе 6.3.1

Через 16 часов непрерывной работы повторяют измерения по 6.3.1. Прибор все это время должен работать.

Получают статистический отчет для вновь полученных хроматограмм. Используют рассчитанное среднее арифметическое значение выходного сигнала по 10 хроматограммам по п. 6.3.1.

Относительное изменение выходного сигнала за 16 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{|\bar{X}_t - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100.$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика);
 \bar{X}_t – среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (площади пика), полученное через 16 часов непрерывной работы.

Полученное значение относительного изменения выходного сигнала за 16 часов непрерывной работы не должно превышать значений, приведенных в таблице 6.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол в произвольной форме.

7.2 Положительные результаты поверки хроматографов оформляют выдачей Свидетельства о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

7.3 На хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящие методики поверки, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП «ВНИИМС», к.х.н.



О.Л. Рутенберг

ПРИЛОЖЕНИЕ А

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления элюента и контрольных растворов.

А.1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 8749-2006 состава антрацена в ацетонитриле с массовой концентрацией $2 \cdot 10^{-4}$ г/см³.

А.1.2 Весы с наибольшим пределом взвешивания 210 г, с пределами абсолютной погрешности взвешивания $\pm 0,2$ мг.

А.1.3 Колбы мерные наливные 2-10-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, ГОСТ 1770-74.

А.1.4 Пипетки с одной отметкой 1-2-1, 1-2-10, ГОСТ 29169-91.

А.1.5 Цилиндры мерные 2-100-2, ГОСТ 1770-74.

А.1.6 Индигокармин, квалификации «ч.», ТУ 6-09-714-71.

А.1.7 Ацетонитрил для хроматографии, квалификации «ос.ч», ТУ 2634-002-54260861-2013.

А.1.8 Дистиллированная вода, ГОСТ 6709-72.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Приготовление элюента (раствор ацетонитрила с объемной долей 85 %)

В цилиндр вместимостью 100 см³ наливают 85 см³ ацетонитрила и 15 см³ дистиллированной воды. Смесь встряхивают до полного перемешивания.

Примечание. Перед работой элюент рекомендуется профильтровать с помощью «Набора для фильтрации растворов и образцов» любого типа с микропористыми мембранами с размерами пор 0,45 мкм, а затем дегазировать.

А.2.2 Приготовление растворов антрацена

А.2.2.1 Приготовление контрольного раствора № 1 антрацена с массовой концентрацией $2 \cdot 10^{-5}$ г/см³ в ацетонитриле.

1 см³ раствора ГСО антрацена с массовой концентрацией $2 \cdot 10^{-4}$ г/см³ пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 10 см³ и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом, тщательно перемешивают.

Погрешность приготовления раствора $\pm 1,9$ %.

А.2.2.2 Приготовление раствора антрацена с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-6}$ г/см³ в ацетонитриле

1 см³ раствора ГСО антрацена с массовой концентрацией $2 \cdot 10^{-4}$ г/см³ пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом, тщательно перемешивают.

Погрешность приготовления раствора $\pm 1,8$ %.

А.2.2.3 Приготовление контрольного раствора № 2 антрацена с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-8}$ г/см³ в ацетонитриле.

Пипеткой отбирают 1 см³ раствора антрацена с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-6}$ г/см³ в ацетонитриле и переносят в колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки ацетонитрилом и тщательно перемешивают.

Погрешность приготовления раствора $\pm 2,4$ %.

А.2.2.4 Приготовление контрольного раствора № 3 антрацена с массовой концентрацией $5 \cdot 10^{-9}$ г/см³ в ацетонитриле.

Пипеткой отбирают 1 см³ раствора антрацена с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-6}$ г/см³ в ацетонитриле, переносят в колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

Погрешность приготовления раствора $\pm 2,3$ %.

А.2.3 Приготовление растворов индигокармина

А.2.3.1 Приготовление раствора индигокармина с массовой концентрацией $3 \cdot 10^{-4}$ г/см³ в ацетонитриле

В стаканчике взвешивают 75 мг индигокармина. Навеску переносят в колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки ацетонитрилом, встряхивают до полного растворения осадка.

Погрешность приготовления раствора ± 2 %.

А.2.3.2 Приготовление контрольного раствора № 4 индигокармина с массовой концентрацией $3 \cdot 10^{-5}$ г/см³ в ацетонитриле

Пипеткой отбирают 10 см³ раствора индигокармина с массовой концентрацией $3 \cdot 10^{-4}$ г/см³ в ацетонитриле, переносят в колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки ацетонитрилом, встряхивают до полного перемешивания.

Погрешность приготовления раствора ± 2 %.

А.2.3.3 Приготовление раствора индигокармина с массовой концентрацией $2,5 \cdot 10^{-4}$ г/см³ в ацетонитриле

В стаканчике взвешивают 62,5 мг индигокармина. Навеску переносят в колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки ацетонитрилом, встряхивают до полного растворения осадка.

Погрешность приготовления раствора ± 2 %.

А.2.3.4 Приготовление контрольного раствора № 5 индигокармина с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-6}$ г/см³ в ацетонитриле

Пипеткой отбирают 1 см³ раствора индигокармина с массовой концентрацией $2,5 \cdot 10^{-4}$ г/см³ в ацетонитриле, переносят в колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки ацетонитрилом, встряхивают до полного перемешивания.

Погрешность приготовления раствора $\pm 2,8$ %.

А.2.4 Срок хранения растворов в холодильнике не более 1 месяца.

Растворы извлекаются из холодильника за 1 час до начала работы.

Приготовление растворов должно сопровождаться обязательной записью в “Журнале приготовления растворов”.