

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по производственной  
метрологии ФГУП «ВНИИМС»

Н. В. Иванникова

« 18 » мая 2017 г.



**Хроматографы жидкостные АДЕРТ  
с рефрактометрическим детектором СЕ 4700**

**Методика поверки**

МП 205-16-2017

Настоящая инструкция распространяется на хроматографы жидкостные ADEPT с рефрактометрическим детектором CE 4700 фирмы «CECIL INSTRUMENTS LIMITED», Великобритания (далее хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Интервал между поверками – 1 год.

## 1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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	периодической поверке
1 Внешний осмотр	6.1	Да	Да
2 Опробование – определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала; – определение предела детектирования.	6.2	Да	Да <sup>1)</sup>
3 Определение метрологических характеристик: – определение относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала (по площади пика и времени удерживания); – определение относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа.	6.3	Да	Да <sup>1)</sup>
	6.3.1	Да	Да <sup>1)</sup>
	6.3.2	Да	Да <sup>1)</sup>
– определение показателей точности результатов измерений	6.3.3	нет	Да <sup>2)</sup>

Примечания:

<sup>1)</sup> При отсутствии НД на МИ, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563 2009.

<sup>2)</sup> При наличии НД на МИ.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

При проведении поверки применяют следующие средства поверки.

2.1 МСО 0389:2002 состава водного раствора глюкозы, молярная концентрация 10,00 ммоль/дм<sup>3</sup>, границы относительной погрешности  $\pm 1\%$  ( $P = 0,95$ ).

2.2 Пипетки градуированные 1–1–2–1, 1–1–2–10 по ГОСТ 29227-91.

2.3 Колбы 2-10-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

2.4 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

### 3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в руководстве по эксплуатации на хроматограф.

3.2 При выполнении поверки соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.019-79 и пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91.

### 4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающей среды, °С	от +15 до +25
– относительная влажность, %	до 80
– давление окружающей среды, кПа	от 84 до 106
– напряжение сети переменного тока, В	от 100 до 250
– частота сети, Гц	от 50 до 60

### 5 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Хроматографы готовят к работе в соответствии с его руководством по эксплуатации.

5.2 Перед проведением поверки готовят контрольный раствор глюкозы в воде с массовой концентрацией основного компонента 9 мг/дм<sup>3</sup>. Методика приготовления контрольного раствора приведена в приложении 1 настоящего документа.

Погрешность приготовления контрольного раствора не более  $\pm 5\%$ .

### 6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

#### 6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа технической документации;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- отсутствие дефектов, которые могут повлиять на работоспособность хроматографа.

#### 6.2 Опробование

При опробовании проводят определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования.

6.2.1 Уровень флуктуационных шумов, дрейф нулевого сигнала определяют при условиях, указанных в таблице 2.

После выхода хроматографа на режим фиксируют в течение 1 часа нулевой сигнал детектора на шкале с максимальной чувствительностью в координатах сигнал (выраженный в единицах детекции)-время. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ( $\Delta x$ ) принимают равным максимальному значению амплитуды ( $h$ ) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с.

Значение дрейфа нулевого сигнала принимают равным максимальному одностороннему смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.



Таблица 2

Детектор	Элюент	Скорость потока, см <sup>3</sup> /мин	Постоянная времени, с
Рефрактометрический CE 4700	Дистиллированная вода	1	1

6.2.2. Полученные значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и дрейфа нулевого сигнала не должны превышать значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3

Детектор	Уровень флуктуационных шумов	Дрейф нулевого сигнала	Предел детектирования
Рефрактометрический CE 4700	$1 \cdot 10^{-7}$ ед.рефр.	$1 \cdot 10^{-5}$ ед.рефр./ч	$1 \cdot 10^{-6}$ г/см <sup>3</sup> глюкозы

### 6.2.3 Определение предела детектирования

Предел детектирования определяют с использованием контрольного раствора и условий, указанных в таблице 4.

Таблица 4

Контрольный раствор	Массовая концентрация глюкозы, мг/дм <sup>3</sup>	Объем пробы, мм <sup>3</sup>	Элюент	Скорость потока, см <sup>3</sup> /мин	Детектор
Глюкоза в воде	9	20	Дистиллированная вода	1	Рефрактометрический CE 4700

В хроматограф вводят пробу контрольного раствора, определяют высоту (h) и ширину пика на половине его высоты или площадь пика (S).

Предел детектирования рассчитывают по формулам

$$C_{\text{мин}} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G}{H \cdot \mu_{0,5} \cdot V} \quad \text{или} \quad C_{\text{мин}} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G \cdot 60}{S \cdot V}, \quad (1)$$

- где  $V$  – скорость элюента, см<sup>3</sup>/мин;  
 $\mu_{0,5}$  – ширина пика на половине высоты, мин;  
 $\Delta x$  – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, определенный до ввода контрольного раствора;  
 $H$  – высота пика контрольного вещества (глюкоза);  
 $\Delta x$  и  $H$  – измеряют в мм, условных единицах либо в единицах детекции;  
 $S$  – площадь пика, мм·с, условных единиц·с или единиц детекции·с;  
 $G$  – количество контрольного вещества, г;

$$G = 10^{-9} C \cdot V_{\text{доз}}, \quad (2)$$

где  $C$  – массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{ввз}}$  – объем введенной пробы контрольного раствора, мм<sup>3</sup>;  
 $10^{-9}$  –пересчетный множитель.

Полученные результаты не должны превышать значений пределов детектирования, приведенных в таблице 3.

### 6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала (по площади пика и времени удерживания).

После выхода прибора на режим в хроматограф вводят 10 раз контрольный раствор и измеряют значения выходного сигнала (по площади пика и времени удерживания) при условиях, указанных в таблице 4.

Относительное среднее квадратичное отклонение выходного сигнала  $\sigma_x$ , %, рассчитывают по формуле (3)

$$\sigma_x = \frac{100}{\bar{X}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где  $X_i$  –  $i$ -ое значение выходного сигнала (по площади пика, времени удерживания);

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

$n$  – количество инъекций.

Полученные значения относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала не должны превышать значений, указанных в таблице 5.

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

Через 8 часов непрерывной работы хроматографа измерения по п. 6.3.1 повторяют. Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы прибора  $\delta_t$ , %, рассчитывают по формуле (4)

$$\delta_t = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (4)$$

где  $\bar{X}$  – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика).

$\bar{X}_t$  - среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика) через 8 часов непрерывной работы хроматографа.

Полученные значения относительного изменения выходного сигнала хроматографа не должны превышать значений, приведенных в таблице 5.

Таблица 5

Детектор	Предел допускаемого относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала, %		Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала, %
	по площади пика	по времени удерживания	площади пика
Рефрактометрический СЕ 4700	3	2	±3

6.3.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в методике измерений.

## 7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол произвольной формы.

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 настоящей методики, 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

Инженер 3-й кат. ФГУП «ВНИИМС»

 С. З. Карданов

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

### МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА

Методика предназначена для приготовления контрольного раствора глюкозы в воде.

#### 1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

1.1 МСО 0389:2002 состава водного раствора глюкозы, молярная концентрация  $10,00 \text{ ммоль/дм}^3$ , границы относительной погрешности  $\pm 1 \%$  ( $P = 0,95$ ).

1.2 Пипетки градуированные 1–1–2–1, 1–1–2–10 по ГОСТ 29227-91.

1.3 Колбы 2-10-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

1.4 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

#### 2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление контрольного раствора глюкозы с массовой концентрацией  $9 \text{ мг/дм}^3$ .

2.1.1 В колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают  $1 \text{ см}^3$  МСО 0389:2002 состава водного раствора глюкозы (молярная концентрация  $10,00 \text{ ммоль/дм}^3$  ( $1800 \text{ мг/дм}^3$ )), доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

2.1.2 В колбу вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают  $5 \text{ см}^3$  раствора, приготовленного по 2.1.1, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Погрешность приготовления контрольного раствора не более  $\pm 5 \%$ .