

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

Директор

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

ева»

К.В. Гоголинский

15 мая 2017 г.



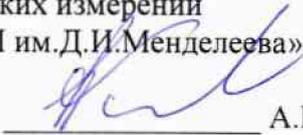
Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы жидкостные
моделей

1220 Infinity II LC и 1260 Infinity II LC

Методика поверки
МП-242-2116 -2017

Зам.руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


А.В. Колобова

Ст.научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


М.А. Мешалкин

С. Петербург
2017 г.

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные моделей 1220 Infinity II LC и 1260 Infinity II LC, изготавливаемые фирмой «Agilent Technologies», Германия и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической (в процессе эксплуатации) поверок. Интервал между поверками - 1 год.

1. Операции поверки

Таблица 1- Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в эксплуатации	после ремонта
1.	Внешний осмотр. Проверка комплектности.	6.1	да	да
2.	Подготовка к поверке.	6.2	да	да
3.	Опробование.	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да

Первичная поверка проводится с теми детекторами, которые входят в состав комплектации хроматографа в соответствии с заказом. Проведение периодической поверки допускается только с теми детекторами, с которыми хроматограф эксплуатируется в течение межповерочного интервала. При дополнении хроматографа дополнительным детектором (из состава детекторов, указанных в описании типа) проводится первичная поверка.

При отрицательных результатах поверки по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка хроматографа прекращается, и он признается не прошедшим поверку.

2. Средства поверки

1. Стандартный образец состава раствора антрацена в ацетонитриле ГСО 8749-2006.
2. Кофеин безводный (ФС 42-0249-07)
3. Стандартный образец состава раствора глюкозы МСО 0389:2002
4. Сахароза по ГОСТ 5833-75
5. Вода 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005
6. Ацетонитрил для жидкостной хроматографии ос.ч. по ТУ 6-09-5449-89.
7. Колба К_n 01-100-14/23-ТСХ, ГОСТ 25336-82.
8. Колба мерная 2(4)-50-2 ГОСТ 1770-74.
9. Пипетка вместимостью 0,5 см³ по ГОСТ 29227-91.
10. Термогигрометр электронный утвержденного типа, зарегистрированный в Федеральном информационном фонде по ОЕИ (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С).
11. Барометр-анероид М-110 или аналогичный.

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

Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы – действующие паспорта установленного образца.

Поверочные растворы готовятся согласно Приложению А к настоящей методике.

3. Условия поверки

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 30;
- допустимое изменение температуры в помещении за время, проведения поверки, °С/ч не более 1,0

- атмосферное давление, кПа	от 84 до 107;
- относительная влажность воздуха, %	не более 80;
- напряжение питания переменного тока, В	220 ⁺²² ₋₃₃ ;
- частота переменного тока, Гц	50±1

3.2. Перед проведением поверки прибор следует подготовить в соответствии с требованиями производителя, описанными в руководстве по эксплуатации.

4. Требования безопасности

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации

5. Подготовка к поверке и требования к квалификации поверителей

5.1. Приготовить поверочные растворы, указанные в таблице 2. Методика приготовления растворов приведена в приложении А к настоящей методике поверки.

Таблица 2 – Поверочные растворы

Наименование детектора	Поверочный раствор, массовая концентрация определяемого компонента
Детектор с изменяемой длиной волны - 1220 VWD и 1260 VWD	Антрацен/ацетонитрил 5 мкг/см ³ или кофеин/ацетонитрил, 12,5 мкг/см ³
Детектор с диодной матрицей и многоволновой детектор - 1220 DAD, 1260 DAD WR, 1260 DAD HR, 1260 MWD	Антрацен/ацетонитрил 5 мкг/см ³ или кофеин/ацетонитрил, 12,5 мкг/см ³
Детектор рефрактометрический -1260 Infinity II RID и 1290 RID	Сахароза/дистиллированная вода, 200 мкг/см ³
Детектор флуориметрический - 1260 FLD и 1260 FLD Spectra	Антрацен/ацетонитрил, 5 мкг/дм ³
Детектор по светорассеянию испарительный – 1260 ELSD и 1260 HT ELSD	Сахароза или глюкоза / вода, 200 мкг/см ³ или кофеин/ацетонитрил, 12,5 мкг/см ³

Поверка детектора проводится по одному поверочному раствору (по выбору владельца хроматографа)

К проведению измерений по поверке допускаются лица, изучившие методику поверки хроматографа и имеющие удостоверение поверителя.

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

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие Руководства по эксплуатации хроматографа;
- отсутствие механических повреждений корпуса, влияющих на работу хроматографа

6.2. Опробование.

6.2.1 Перед опробованием хроматографа необходимо проделать следующие операции:

- включить питание прибора;
- осуществить прогрев прибора в соответствии с техническим описанием на прибор;
- установить поток 1 мл/мин (0,4 мл/мин для флуориметрического детектора и 0,6 мл/мин для испарительного детектора по светорассеянию) и проверить отсутствие течей подвижной фазы в местах соединений;
- удостовериться в стабильности давления подвижной фазы на входе в колонку при скорости потока 1 мл/мин (0,4 мл/мин для флуориметрического детектора и 0,6 мл/мин для испарительного детектора по светорассеянию).

6.2.2 Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.2.1 Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения.

Определение осуществляется следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Помощь» или «?» (Help). В открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «О программе» (About), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копии экранов (примеры) приведены на рисунках 1,2 и 3. Для вывода окон метрологически значимых частей ПО OpenLab CDS - OpenLab CDS Acquisition (рис.4) и OpenLab CDS Data Analysis (рис. 5) нужно выполнить следующие действия: В окне «Панель Управления» выбрать в списке «Приборы», в списке приборов выбрать поверяемый прибор (его условное обозначение) и нажать функцию «Запуск». В открывшемся окне прибора выбрать функции «Сбор данных» (Acquisition) или соответственно «Обработка данных» (Data Analysis).

В открывшихся окнах выбранных функций выбрать закладку «Файл» и из списка выбрать строку «Информация» для вывода окон указанных на Рис.4 или 5.

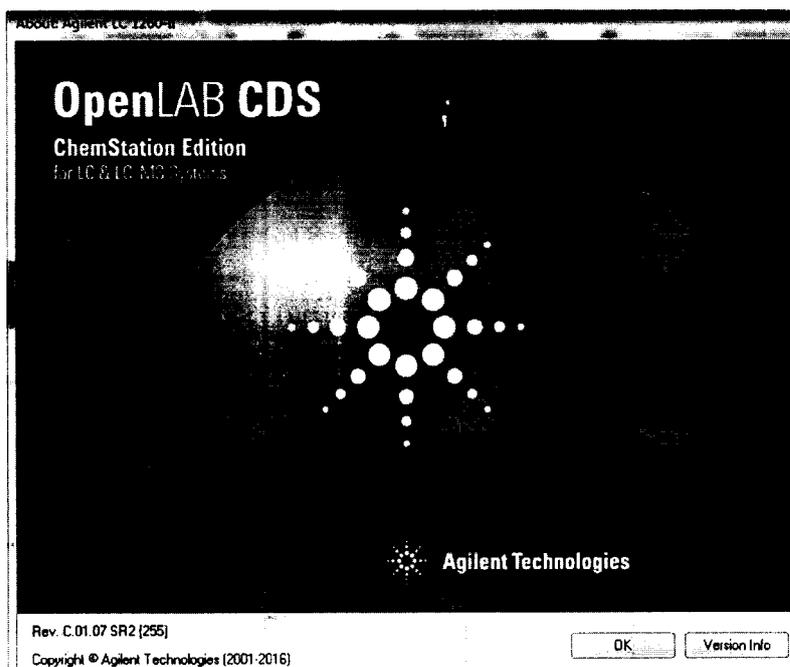


Рисунок1- Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS Chemstation Edition

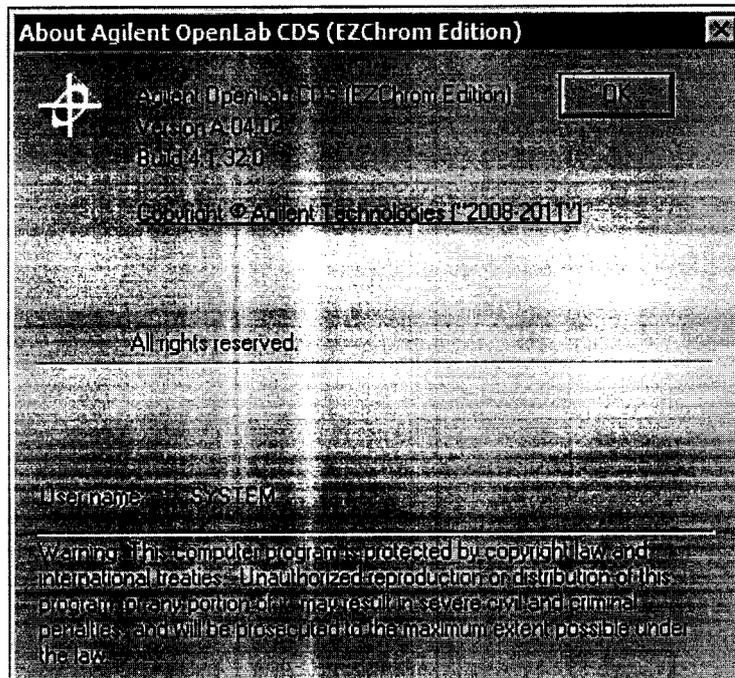


Рисунок 2 - Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS EZChrom Edition

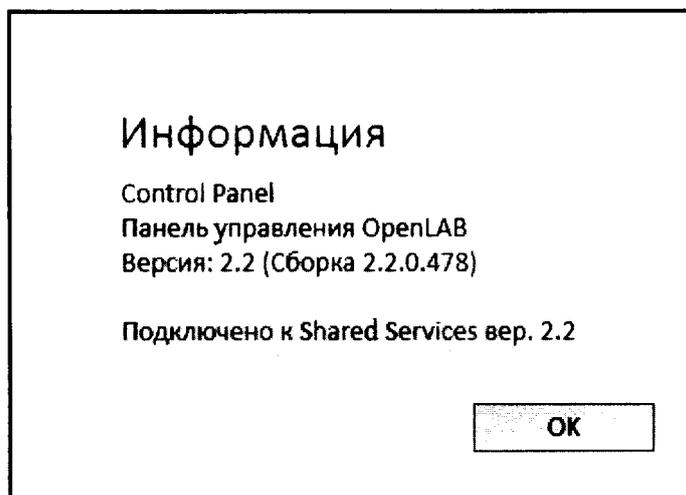


Рисунок 3- Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS

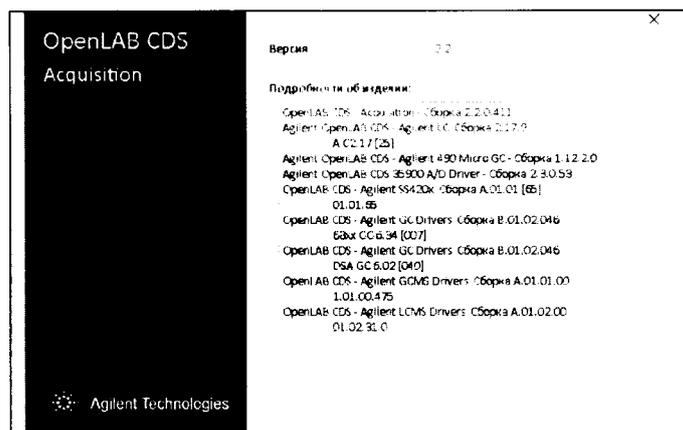


Рисунок 4- Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS Acquisition

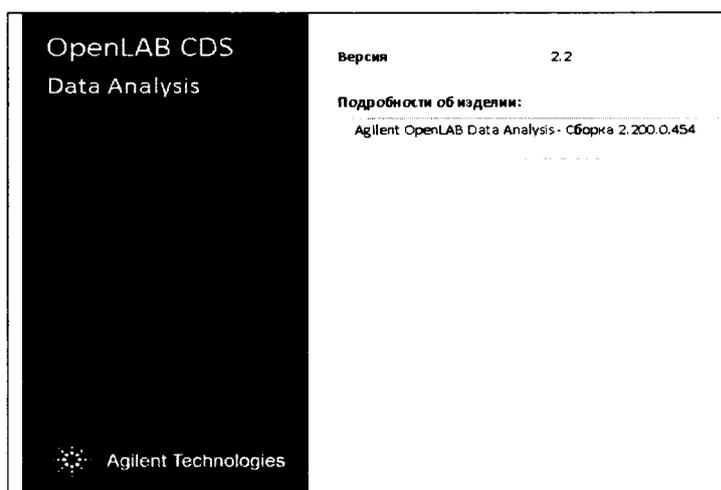


Рисунок 5- Окно с идентификационными данными ПО OpenLab CDS Data Analysis

Хроматограф считается выдержавшим поверку по п.6.2.3.1, если номер версии ПО не ниже номера, указанного в таблицах 3 и 4. В названии ПО могут присутствовать значения VL, что указывает на бюджетный вариант данной версии.

Таблица 3 -Идентификационные данные ПО OpenLab CDS Chemstation Edition и OpenLab CDS EZchrom Edition

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	OpenLab CDS Chemstation Edition	OpenLab CDS EZchrom Edition
Идентификационное наименование ПО	OpenLab CDS Chemstation Edition	OpenLab CDS EZchrom Edition
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже C.01.06.	Не ниже A.04.06.
Цифровой идентификатор ПО	-	-

Таблица 4 -Идентификационные данные ПО OpenLab CDS

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	OpenLab CDS	OpenLab CDS Acquisition	OpenLab CDS Data Analysis
Идентификационное наименование ПО и его метрологически значимых частей	OpenLab CDS	OpenLab CDS Acquisition	OpenLab CDS Data Analysis
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 2.2.	Не ниже 2.2.	Не ниже 2.2.
Цифровой идентификатор ПО	-	-	-

6.3. Определение метрологических характеристик.

6.3.1. Установить параметры хроматографа (в зависимости от детектора), указанные в табл. 3, 4.

Таблица 3 - Параметры хроматографа для детекторов с изменяемой длиной волны – 1220 VWD, 1260 VWD, детекторов с диодной матрицей и детектора многоволнового -1220 DAD, 1260 DAD WR, 1260 DAD HR, 1260 MWD

Колонка ¹	ZORBAX SB-C18 (5 мкм, 4,6x150 мм)
Элюент (Mobile Phase)	80% ацетонитрил / 20% вода
Расход элюента (Flow Rate)	1 мл/мин
Объем дозирования пробы (Injection Volume)	20 мкл
Время отклика детектора (Response Time)	4 с
Температура колонки (Temperature Column)	комнатная при отсутствии термостата колонок и 40°C при наличии
Рабочая длина волны детекторов: - <i>определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов и определение дрейфа</i> - 1220 VWD, 1260 VWD - 1220 DAD, 1260 DAD WR, 1260 MWD - 1260 DAD HS - <i>определение предела детектирования</i> -- при использовании антрацена -- при использовании кофеина	230 нм, ширина полосы (bandwidth) = 4 нм 254 нм, ширина полосы (bandwidth) = 4 нм; контрольная (reference) длина волны $\lambda = 360$ нм с шириной полосы (reference bandwidth) = 100 нм; ширина щели (slit width) = 4 нм. 230 нм, ширина полосы (bandwidth) = 4 нм; контрольная (reference) длина волны $\lambda = 360$ нм с шириной полосы (reference bandwidth) = 100 нм; ширина щели (slit width) = 4 нм 250 нм, ширина полосы (bandwidth) = 4 нм 272 нм, ширина полосы (bandwidth) = 4 нм
Примечание: ¹ допускается использовать аналогичные колонки различных фирм-изготовителей, типов-размеров и маркировок, не ухудшающие их влияние на измеряемые величины по сравнению с приведенными колонками, при этом допускается изменение параметров проведения испытаний (подвижная фаза, расход элюента, температура колонок, время отклика детектора, ширина полосы). В испытаниях на уровень флуктуационных шумов и дрейфа рекомендуется, во избежание влияния фазы колонок, заменять их на рестрикторы (пустотелая колонка с диаметром 0,12 мм или просто отрезок капилляра определенной длины).	

Лампы и кюветы рекомендуется использовать стандартные (Standard, см. руководство пользователя)

Таблица 4 - Рефрактометрический детектор - 1260 Infinity II RID, 1290 RID

Колонки ²	Hi-Plex Ca (8 мкм, 7,7 x 300 мм) – анализ сахарозы
Элюент (Mobile Phase)	дистиллированная вода
Расход элюента (Flow Rate)	1 мл/мин
Время отклика детектора (Flow Rate)	4 с
Объем дозирования пробы (Injection Volume)	20 мкл
Температура колонки (Temperature Column)	80°C для сахарозы
Температура ячейки детектора (Temperature Cell)	35 °C

Таблица 5 - Флуориметрический детектор - 1260 FLD, 1260 FLD Spectra

Колонка ¹	ZORBAX SB-C18 (5 мкм, 4,6x150 мм)
Элюент (Mobile Phase)	80% ацетонитрил / 20% вода
Расход элюента (Flow rate)	0,4 мл/мин
Объем дозирования пробы (Injection volume)	20 мкл
Температура колонки (Temperature Column)	комнатная при отсутствии термостата колонок и 40°C при наличии
Длина волны возбуждения (excitation)	248 нм
Длина волны регистрации (emission)	396 нм
Напряжение на ФЭУ	Medium
Примечание: ¹ допускается использовать аналогичные колонки различных фирм-изготовителей, типоразмеров и маркировок, не ухудшающие их влияние на измеряемые величины по сравнению с приведенными колонками, при этом допускается изменение параметров проведения испытаний (подвижная фаза, расход элюента, температура колонок, время отклика детектора, ширина полосы). В испытаниях на уровень флуктуационных шумов и дрейфа рекомендуется, во избежание влияния фазы колонок, заменять их на рестрикторы (пустотелая колонка с диаметром 0,12 мм или просто отрезок капилляра определенной длины).	

Таблица 6- Детектор по светорассеянию испарительный - 1260 ELSD, 1260 HT ELSD

Колонка	ZORBAX SB-C18 (5 мкм, 4,6x150 мм) – анализ кофеина Hi-Plex Ca (8 мкм, 7,7 x 300 мм) – анализ сахарозы или глюкозы
Элюенты (Mobile Phase)	80% ацетонитрил / 20% вода - анализ кофеина Вода – анализ сахарозы или глюкозы
Расход элюента (Flow rate)	1,0 мл/мин
Поток газа (Gas Flow)	1,6 л/мин
Сглаживание (Smoothing)	1 с
Частота сбора данных (Data Rate)	10 Гц
Объем дозирования пробы (Injection volume)	20 мкл
Температура колонки (Temperature Column)	Комнатная – для анализа кофеина 80 °C – для анализа сахарозы или глюкозы
Температура испарителя/ небулайзера (Temperature Evaporator/Nebulizer)	70 °C /70 °C – для анализа кофеина 90 °C /50 °C – для анализа сахарозы или глюкозы

6.3.2. Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов.

6.3.2.1 Перед проведением измерения система должна прокачивать поток элюента для стабилизации определяемых параметров не менее двух часов. Поток при этом допускается снизить до 0,3 – 0,6 мл/мин.

6.3.2.2. Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов проводится вручную или автоматически с помощью программного обеспечения хроматографа. Для этого следует снять базовую линию не менее 30 минут.

6.3.2.3. Автоматическое измерение уровня флуктуационных шумов проводится по алгоритму Peak-to-Peak и определяется за любой 1 минутный отрезок времени, начиная с 10 минуты испытаний. Дрейф, начиная с 10 минуты испытаний, определяется за 20 минутный отрезок времени и автоматически пересчитывается программой за один час.

6.3.2.4. Вручную уровень флуктуационных шумов определяется как максимальный размах повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд. Дрейф за 20 минут умножается на три, чтобы оценить его уровень за один час.

6.3.2.5. Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала не должен превышать значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5- Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала

Наименование детектора	Уровень флуктуационных шумов, не более	Дрейф, не более
Детектор с изменяемой длиной волны - 1220 VWD и 1260 VWD	$2,0 \cdot 10^{-5}$ Б	$3,0 \cdot 10^{-4}$ Б/ч
Детектор с диодной матрицей и многоволновой детектор - 1220 DAD, 1260 DAD WR, 1260 MWD - 1260 DAD HR	$3,0 \cdot 10^{-5}$ Б $2,5 \cdot 10^{-5}$ Б	$1,5 \cdot 10^{-3}$ Б/ч $1,0 \cdot 10^{-3}$ Б/ч
Детекторы рефрактометрические - 1260 Infinity II RID, 1290 RID	$8,0 \cdot 10^{-9}$ ед.рефр.	$6,0 \cdot 10^{-7}$ ед.рефр./ч
Флуориметрический детектор - 1260 FLD, 1260 FLD Spectra	не нормируется	
Детектор по светорассеянию испарительный-1260 ELSD, 1260 HT ELSD	2,0 мВ	5,0 мВ/ч

6.3.3. Определение предела детектирования детекторов

6.3.3.1 В инжектор хроматографа вводится 20 мкл поверочной смеси и проводится регистрация хроматограммы. Состав и концентрация поверочной смеси, соответствующей поверяемому детектору, указаны в таблице 1.

6.3.3.2. После записи хроматограммы, рассчитать предел детектирования по формуле :

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S \cdot V} \quad (1)$$

Где: C_{\min} – предел детектирования, г/мл

ΔX - уровень флуктуационных шумов, Б, ед.рефр., мВ или у.е. (в зависимости от типа детектора), шум берется из рабочей хроматограммы на ровной части базовой линии в соответствии с требованиями п. 6.3.2.3. или 6.3.2.4.

G – масса контрольного вещества, г. (G = объем введенной пробы × концентрация введенного компонента).

S – площадь под пиком, Б, ед.рефр., мВ или у.е. (в зависимости от типа детектора) ×с.

V – скорость потока (расход) элюента, мл/с.

6.3.3.3. Предел детектирования поверяемого детектора должен быть не более, чем указано в таблице 6.

Таблица 6 - Предел детектирования

Наименование детектора	Предел детектирования, не более
Детектор с изменяемой длиной волны - 1220 VWD, 1260 VWD	$1,5 \cdot 10^{-9}$ г/мл (для антрацена) $2,0 \cdot 10^{-9}$ г/мл (для кофеина)
Детектор с диодной матрицей и многоволновой детектор - 1220 DAD, 1260 DAD WR, 1260 DAD HR, 1260 MWD	$2,0 \cdot 10^{-9}$ г/мл (для антрацена) $3,0 \cdot 10^{-9}$ г/мл (для кофеина)
Детекторы рефрактометрические - 1260 Infinity II RID, 1290 RID	$2,0 \cdot 10^{-7}$ г/мл
Детекторы флуориметрические - 1260 FLD, 1260 FLD Spectra	$2,0 \cdot 10^{-12}$ г/мл
Детектор по светорассеянию испарительный- 1260 ELSD, 1260 HT ELSD	$1,0 \cdot 10^{-7}$ г/мл (для сахарозы или глюкозы); $5,0 \cdot 10^{-8}$ г/мл (для кофеина)

6.4. Определение относительное СКО выходного сигнала хроматографа и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

6.4.1. Последовательно ввести в инжектор хроматографа поверочную смесь 6 раз, каждый раз проводя регистрацию хроматограммы.

6.4.2. Используя данные, полученные в п. 6.4.1. вычислить относительное СКО результата измерения площадей и времен удерживания, используя формулу (2).

$$S = \frac{100}{X} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X)^2}{n-1}} \quad (2),$$

Где: X_i – результат i -го измерения выходного сигнала (площадями пиков и времени удерживания);

X - среднее значение параметров выходного сигнала (площадями пиков и времени удерживания).

Вычисление можно производить с помощью электронных таблиц EXCEL или использовать автоматически определение с помощью программного обеспечения.

6.4.3. После выполнения пункта 6.4.1 хроматограф не выключать в течение 4-х часов. В спектрофотометрических детекторах на это время не допускается выключить источники излучения (лампы).

6.4.4. Через 4 часа непрерывной работы хроматографа провести повторную серию из двух измерений.

6.4.5. Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы, выраженное в процентах, вычисляют по формуле:

$$\delta = \frac{X_r - X}{X} \times 100, \% \quad (3)$$

где: X - среднее значение параметров выходного сигнала (площади пиков) в последних двух измерениях первой серии.

X_{τ} - среднее значение параметров выходного сигнала (площади пиков) во второй серии.

Хроматограф считается выдержавшим поверку по п. 6.4, если значения относительного СКО и δ не более указанных в таблице 7.

Таблица 7- Относительное СКО выходного сигнала и относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

Наименование детектора	Относительное СКО выходного сигнала, %, не более		Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы (δ), %, не более
	по площади пика	по времени удерживания	по площади пика
Детектор с изменяемой длиной волны - 1220 VWD, 1260 VWD	1,5	1,0	3,0
Детектор с диодной матрицей и многоволновой детектор - 1220 DAD, 1260 DAD WR, 1260 DAD HR, 1260 MWD	1,5	1,0	3,0
Детекторы рефрактометрические - 1260 Infinity II RID, 1290 RID	3,0	2,0	4,0
Детекторы флуориметрические - 1260 FLD, 1260 FLD Spectra	3,0	2,0	4,0
Детектор по светорассеянию испарительный - 1260 ELSD, 1260 HT ELSD	3,0	2,0	4,0

7. Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, регистрируются в форме протокола согласно приложению Б.

7.2. Хроматограф, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме. Обратная сторона свидетельства не заполняется.

7.3. Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускаются и на них выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель хроматографа и (или) на свидетельство о поверке.

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ

1. Для приготовления поверочных растворов применяют следующее оборудование и реактивы:

- 1 Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74.
- 2 Пипетки мерные 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91.
- 3 ГСО 8749-2006 состава раствора антрацена в ацетонитриле (200 мкг/см³).
- 4 Сахароза по ГОСТ 5833-75.
- 5 Стандартный образец состава раствора глюкозы МСО 0389:2002.
- 6 Вода 1-ой степени очистки по ГОСТ Р 52501-2005.
- 7 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии ос.ч. по ТУ 6-09-5449-89.

2. Приготовление поверочных растворов с использованием жидких стандартных образцов

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

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.

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

$$C_1 = C_o \cdot \frac{V_o}{V_k}, \quad (1)$$

Где: C_o - действительное (паспортное) значение массовой концентрации контрольного вещества в стандартном образце, мкг/см³;

V_o - объем стандартного образца, использованный для приготовления данного раствора.

V_k - общий объем приготовленного раствора (100 см³ или 1000 см³).

2.4. При необходимости проводят повторное разбавление полученного поверочного раствора.

Протокол поверки

Хроматограф жидкостной _____

Зав. № _____

Принадлежит _____

ИНН владельца _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

Документ, по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

Результаты внешнего осмотра и опробования _____

Результаты проверки соответствия ПО _____

Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Допускаемое значение дрейфа нулевого сигнала, не более	Результат определения значения дрейфа нулевого сигнала	Допускаемое значение уровня флуктуационных шумов, не более	Результат определения уровня флуктуационных шумов

Определение предела детектирования

Допускаемое значение предела детектирования, не менее-более	Результат определения предела детектирования

Исходные данные для расчета предела детектирования:

Значение шума (размах шумовой полосы): _____

Среднее значение площади пика (S): _____

Масса контрольного вещества (G) _____

V – скорость потока (расход) элюента, мл/с _____

Определение относительного СКО выходного сигнала (S_r) и относительного изменения выходного сигнала (δ) за 4 часа непрерывной работы.

Серия измерений №1

№ измерения	Время удерживания (t)	Площадь пика (S)
1.		
2.		
3.		
4.		
5.		
6.		

Серия измерений №2

№ измерения	Время удерживания (t)	Площадь пика (S)
1.		
2.		

Результаты определения относительного СКО выходного сигнала (по площади пика)

Допускаемое значение (S_r), %, не более	Результат определения значения (S_r), %

Результаты определения относительного СКО выходного сигнала (по времени удерживания)

Допускаемое значение (S_r), %, не более	Результат определения значения (S_r), %

Результаты определения относительного изменения выходного сигнала (δ) по площади пика

Допускаемое значение (δ), %, не более	Результат определения значения (δ), %

Поверитель: _____ (ФИО) _____ подпись _____ дата _____