

УТВЕРЖДАЮ

**Заместитель директора по
производственной метрологии
ФГУП «ВНИИМС»**



Н.В. Иванникова

2018 г.

Хроматографы жидкостные YL9100 plus/YL9300

Методика поверки

МП 205- 18 -2018

Москва 2018 г.

Настоящая методика распространяется на хроматографы жидкостные YL9100 plus/YL9300 (далее – хроматографы), изготовленные «YL Instruments Co., Ltd», Республика Корея, и устанавливает методику их 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 – Операции при поверке

Наименование операции	Номер пункта инструкции
Внешний осмотр	4.1
Опробование	
- определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	4.2.1
- проверка идентификационных признаков ПО	4.2.2
Определение метрологических характеристик:	4.3
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	4.3.1
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	4.3.2

1.2 Поверку хроматографа модели YL9100 plus выполняют для детектора (детекторов), входящих в комплект поставки хроматографа. При наличии в комплекте хроматографа нескольких детекторов допускается проведение поверки для части из них (на основании заявления владельца СИ или другого лица, представляющего СИ на поверку) в соответствии с п. 16 «Порядок 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).

1.3 Если при проведении той или иной операции поверки получен отрицательный результат, дальнейшее выполнение поверки прекращают.

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

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО № 7141-95М – стандартный образец состава бензола в метаноле с массовой концентрацией 0,1 г/дм³;
- Весы электронные лабораторные неавтоматического действия Х (рег. № 60903-15), НПВ не более 220 г, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- D-глюкоза квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 6038-79;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Примечание - Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

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

3.1 Хроматограф подготавливают к работе в соответствии с Руководством по эксплуатации.

3.2 Перед проведением поверки подготавливают контрольные растворы и элюенты, устанавливают параметры хроматографирования в соответствии с таблицей 2. Методика приготовления контрольного раствора глюкозы приведена в приложении 1.

Таблица 2 – Условия хроматографирования

Детектор	Контрольный раствор	Массовая концентрация, мг/дм ³	Объем пробы, мкл	Условия хроматографирования
Спектрофотометрические YL9120 (модель YL9100 plus), YL 9320 (модель YL9300)	Бензол в метаноле	100	40	Элюент: ацетонитрил : вода 80:20, колонка C18 (4,6×150 мм), температура колонки (40,0±0,1) °С; скорость потока элюента 1 см ³ /мин; длина волны 254 нм
Детектор на диодной матрице YL9160	Бензол в метаноле	100	40	Элюент: ацетонитрил : вода 80:20, колонка C18 (4,6×150 мм), температура колонки (40,0±0,1) °С; скорость потока элюента 1 см ³ /мин; длина волны 254 нм
Рефрактометрический YL9170	Глюкоза в воде	100	20	Элюент: ацетонитрил : вода 80:20, колонка NH2 (4,6×250 мм), температура колонки (30,0±0,1) °С; скорость потока элюента 1 см ³ /мин
Детектор испарительного лазерного светорассеивания YL9180 ELSD	Глюкоза в воде	100	20	Элюент: ацетонитрил : вода 80:20, колонка NH2 (4,6×250 мм), температура колонки (30,0±0,1) °С; скорость потока элюента 1 см ³ /мин

3.3 Поверку выполняют после выхода хроматографа на режим и установления заданных параметров.

4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

4.2 Опробование

4.2.1 При опробовании проводят определение амплитуды флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.

После выхода хроматографа на режим записывают в течение не менее 60 минут нулевой сигнал каждого детектора на наиболее чувствительной шкале.

Амплитуду флуктуационных шумов нулевого сигнала (Δx) принимают равным максимальному значению амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с.

Значение дрейфа нулевого сигнала принимают равным смещению нулевого сигнала в течение 60 минут.

Значения амплитуды флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не должны превышать значений, приведенных в НД на хроматограф (Приложение 2).

4.2.2 Проверка идентификационных признаков ПО

Проверку идентификационных данных выполняют, проверяя соответствие идентификационного наименования и версии ПО хроматографа (выбирая пункт меню «Help» - «About» или «Помощь» - «О программе») наименованию и версии ПО, указанной в описании типа (таблица 3).

Таблица 3 – Идентификационные данные

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	YL-Clarity
Номер версии (идентификационный номер ПО)	Не ниже Ver. 7.4.0

4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Контрольный раствор, объем дозирования и условия выполнения измерений должны соответствовать таблице 2.

При наличии в комплекте хроматографа автосамплера измерения проводят с применением автоматического дозирования, при отсутствии – с применением ручного дозирования.

Контрольный раствор (таблица 2) вводят в хроматограф не менее 6 раз, измеряют значения выходного сигнала (времени удерживания и площади пика), вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала (\bar{X}) по результатам не менее 5 последовательных измерений.

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле (1).

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

где X_i – i -тое значение параметра выходного сигнала (высоты, площади пика, времени удерживания), мВ, мВ·с, с;

\bar{X} - среднее арифметическое значение параметра выходного сигнала (высоты, площади пика, времени удерживания), мВ, мВ·с, с;

n – число анализов.

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать значений, приведенных в НД на хроматограф, для автоматического или ручного дозирования, (Приложение 2), соответственно проведенной процедуре дозирования при проверке.

4.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы.

Условия измерений аналогичны, описанным в п.3.1. Проводят операции, по п.4.3.1. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.4.3.1.

Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (2)

$$\delta_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (2)$$

где \bar{X}_i – среднее арифметическое значение выходного сигнала (площади пика, времени удерживания) через 8 часов непрерывной работы, мВ · с, с.

4.3.5 Значения относительного изменения выходного сигнала не должны превышать норм, приведенных в НД на хроматограф (Приложение 2)

5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол.

5.2 Положительные результаты поверки анализатора 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) с указанием поверенного детектора (детекторов).

В соответствии с п. 16 вышеуказанного Порядка при проведении поверки хроматографов жидкостных модели YL9100 plus в свидетельстве указывают объем поверки (перечень поверенных детекторов).

Знак поверки наносят в свидетельство о поверке.

5.3 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

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления контрольного водного раствора глюкозы с массовой концентрацией 100 мг/дм^3 .

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

1.1 Весы электронные лабораторные неавтоматического действия X (рег. № 60903-15), НПВ не более 220 г, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

1.2 Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74:

- колбы мерные 2-50-2, 2-1000-2.

1.3 Пипетка градуированная вместимостью 2-2-2-5 по ГОСТ 29227-91.

1.4 Стаканы или бюксы для взвешивания.

1.5 D-глюкоза квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 6038-79 (Чистый реактив D-глюкоза безводная, CAS № 50-99-7, массовая доля основного вещества не менее 99,5 %).

1.6 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Взвешивают в стакане (100 ± 1) мг глюкозы, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 , многократно оmyвая стакан дистиллированной водой, доводят раствор в колбе до метки дистиллированной водой, перемешивают.

2.2 Контрольные растворы используют сразу после приготовления, не хранят.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
(Обязательное)

Метрологические характеристики хроматографов жидкостных YL9100 plus/YL9300

Таблица 2-1 – Метрологические характеристики хроматографов YL9100 plus со спектрофотометрическим детектором YL9120

Наименование характеристики	Значение
Амплитуда флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	$0,7 \cdot 10^{-5}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более	$1,0 \cdot 10^{-4}$
Предел детектирования по бензолу, г/см ³	$1,0 \cdot 10^{-8}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %:	
при автоматическом вводе пробы	
– площади пика	1
– высоты пика	1
– времени удерживания	0,3
при ручном вводе пробы	
– площади пика	2
– высоты пика	2
– времени удерживания	1
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа, %:	
– площади пика	±3
– высоты пика	±3
– времени удерживания	±1

Таблица 2-2 – Метрологические характеристики хроматографов YL9100 plus с диодноматричным детектором YL9160

Наименование характеристики	Значение
Амплитуда флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	$2,5 \cdot 10^{-5}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более	$4 \cdot 10^{-4}$
Предел детектирования по бензолу, г/см ³	$5 \cdot 10^{-8}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %:	
при автоматическом вводе пробы	
– по площади пиков	1
– по высоте пиков	1
– по времени удерживания	0,3
при ручном вводе пробы	
– по площади пиков	2
– по высоте пиков	2
– по времени удерживания	1
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа, %:	
– площади пика	±3
– высоты пика	±3
– времени удерживания	±1

Таблица 2-3 – Метрологические характеристики хроматографов YL9100 plus с рефрактометрическим детектором YL9170

Наименование характеристики	Значение
Амплитуда флуктуационных шумов нулевого, В, не более	$1,0 \cdot 10^{-4}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более	$1,0 \cdot 10^{-3}$
Предел детектирования по глюкозе, г/см ³	$3 \cdot 10^{-7}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %:	
при автоматическом вводе пробы	
– площади пика	1
– высоты пика	1
– времени удерживания	0,3
при ручном вводе пробы	
– площади пика	2
– высоты пика	2
– времени удерживания	1
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа, %:	
– площади пика	±3
– высоты пика	±3
– времени удерживания	±1

Таблица 2-4 – Метрологические характеристики хроматографов YL9100 plus с детектором испарительного лазерного светорассеяния YL9180

Наименование характеристики	Значение
Амплитуда флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	$1,0 \cdot 10^{-4}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более	$1,0 \cdot 10^{-3}$
Предел детектирования по глюкозе, г/см ³	$3 \cdot 10^{-8}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %:	
при автоматическом вводе пробы	
– по площади пиков	1
– по высоте пиков	1
– по времени удерживания	0,3
при ручном вводе пробы	
– по площади пиков	2
– по высоте пиков	2
– по времени удерживания	1
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа, %:	
– площади пика	±3
– высоты пика	±3
– времени удерживания	±1

Таблица 2-5 – Метрологические характеристики хроматографов YL9300 (спектрофотометрический детектор YL9320)

Наименование характеристики	Значение
Амплитуда флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	$0,7 \cdot 10^{-5}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более	$1,0 \cdot 10^{-4}$
Предел детектирования по бензолу, г/см ³	$1,0 \cdot 10^{-7}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %:	
при автоматическом вводе пробы	
– площади пика	1
– высоты пика	1
– времени удерживания	0,3
при ручном вводе пробы	
– площади пика	2
– высоты пика	2
– времени удерживания	1
Пределы допускаемого относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа, %:	
– площади пика	±3
– высоты пика	±3
– времени удерживания	±1