

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по
производственной метрологии
ФГУП "ВНИИМС"



Н.В. Иванникова
Н.В. Иванникова

19 сентября 2017 г.

Хроматографы ионные СМАРТХРОМ®

Методика поверки

26.51.53.140-001-18160827-2016 МП

г. Москва
2017 г.

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы ионные СМАРТХРОМ[®], (далее по тексту – хроматографы), изготовленные ООО «Смартхром», г. Мытищи, Московская обл., и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование операции | Номер пункта инструкции | Обязательное проведение операции при проведении поверки | |
|--|-------------------------|---|------------------|
| | | первичной | периодической |
| Внешний осмотр | 7.1 | Да | Да |
| Опробование: | 7.2 | Да | Да |
| – определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала | 7.2.1 | Да | Да ¹⁾ |
| – определение дрейфа нулевого сигнала | 7.2.1 | Да | Да ¹⁾ |
| – определение предела детектирования | 7.2.2 | Да | Да ¹⁾ |
| Определение метрологических характеристик: | 7.3 | Да | Да |
| – определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала | 7.3.1 | Да | Да ¹⁾ |
| – определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы | 7.3.2 | Да | Да ¹⁾ |
| - определение показателей точности | 7.3.3 | Нет | 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 Поверку выполняют с применением одной из колонок (катионообменной или анионообменной), входящей в комплект поставки хроматографа, и соответствующих установленной колонке контрольных растворов, элюентов и режимов хроматографирования.

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

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы:

- ГСО 7813-2000 состава водного раствора хлорид - ионов с аттестованным значением массовой концентрации $10,0 \text{ мг/см}^3$ и относительной погрешностью не более $\pm 1 \%$ (при $P=0,95$);
- ГСО 7775-2000 состава водного раствора натрий - ионов с аттестованным значением массовой концентрации $1,0 \text{ мг/см}^3$ и относительной погрешностью не более $\pm 1 \%$ (при $P=0,95$);
- стандарт-титр $0,1 \text{ Н}$ азотной кислоты, ТУ 2642-001-33813273-97;
- психрометр аспирационный МВ-4М, ТУ 25.1607.054-85;
- барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79;
- термометр лабораторный ТЛ-4, диапазон от 0 до $55 \text{ }^\circ\text{C}$, цена деления $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$;
- весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г , ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- цилиндры мерные 2-50-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10, ГОСТ 29227-91;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84;
- спирт этиловый ректифицированный, технический, ГОСТ 18300-72;
- натрий углекислый кислый, х.ч., ГОСТ 4201-79;
- натрий углекислый, х.ч., ГОСТ 83-75;
- кислота азотная, х.ч., ГОСТ 4461-77;
- кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77;
- вода для лабораторного анализа, деионизованная вода с удельным сопротивлением не менее 18 мОм/см , ТОС менее 50 мкг/дм^3 , ГОСТ Р 52501-2005;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- катионообменная колонка, входящая в комплект поставки хроматографа;
- анионообменная колонка, входящая в комплект поставки хроматографа.

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

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проведении поверки требования к обеспечению безопасности труда должны соответствовать нормативно-технической документации на хроматограф.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

| | |
|---|---------------|
| – температура окружающего воздуха, $^\circ\text{C}$ | 20 ± 5 |
| – атмосферное давление, кПа | $101,3 \pm 4$ |
| – относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80 |
| – напряжение питающей сети переменного тока, В | $220 \pm 4,4$ |
| – частота питающей сети, Гц | $50 \pm 0,5$ |

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

5.1 Проведение поверочных работ, включая обработку результатов, проводит специалист, имеющий высшее образование, прошедший специальное обучение, инструктаж по технике безопасности и имеющий квалификацию поверителя.

6 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

6.1 Перед проведением поверки проводят подготовительные работы в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа и технической документации на хроматографические колонки.

Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют при условиях, указанных в таблице 3. В прибор устанавливают катионообменную колонку (входящую в комплект поставки прибора) или анионообменную колонку (входящую в комплект поставки прибора), температура колонки плюс 30 °С, температура термостата ячейки плюс 35 °С. Подавитель в систему НЕ УСТАНОВЛИВАЮТ (!). Измерения проводятся через 45 минут после включения прибора и установки указанных параметров. Колонку перед измерениями тщательно отдельно отмывают деионизованной водой с расходом 1,5-2 см³/мин в течение не менее 3 часов. Измерения проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект поставки прибора с использованием стандартного файла отчёта Rus-k.rtt или Eng-k.rtt (см. Приложение В).

6.2 Поверку хроматографов выполняют с применением контрольных растворов и элюентов, приведенных в таблице 2.

Контрольные растворы веществ, элюенты и регенерирующий раствор для проведения поверочных работ готовят в соответствии с методикой, приведенной в Приложении А.

Таблица 2

| Обозначение раствора | Состав раствора | Содержание компонентов в растворе | Назначение раствора |
|-------------------------|---|---|---|
| Контрольный раствор № 1 | Хлорид калия в деионизованной воде | $1 \cdot 10^{-2}$ мг/см ³ (по хлорид-иону) | Определение метрологических характеристик |
| Контрольный раствор № 2 | Хлорид калия в деионизованной воде | $2 \cdot 10^{-4}$ мг/см ³ (по хлорид-иону) | Определение предела детектирования |
| Контрольный раствор № 3 | Хлорид натрия в деионизованной воде | $2 \cdot 10^{-2}$ мг/см ³ (по натрий-иону) | Определение метрологических характеристик |
| Контрольный раствор № 4 | Хлорид калия в деионизованной воде | $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см ³ (по натрий-иону) | Определение предела детектирования |
| Элюент № 1 | NaHCO ₃ /Na ₂ CO ₃ в деионизованной воде | 1 ммоль/дм ³ NaHCO ₃ 3,5 ммоль/дм ³ Na ₂ CO ₃ | Определение предела детектирования (по хлорид-иону) |
| Элюент № 2 | Азотная кислота/ацетонитрил в деионизованной воде | 4 ммоль/дм ³ (HNO ₃) 4 % (об. доля) ацетонитрила | Определение предела детектирования (по натрий-иону) |

7 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

7.1 Внешний осмотр

Внешний осмотр производят в соответствии с нормативной документацией на хроматограф.

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- соответствие исполнения, комплектации и маркировки поверяемого хроматографа требованиям технической документации;
- отсутствие механических повреждений корпуса прибора, дефектов его окраски, нечеткости надписи на лицевой панели, неисправностей соединительных элементов, влияющих на работоспособность хроматографа.

7.2 Опробование

Хроматограф подготавливают к работе в соответствии с руководством по эксплуатации, и учетом дополнительной информации по настройке детектора для проведения поверки (Приложение В)

7.2.1 Определение дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

После выхода хроматографа на режим фиксируют в течение 30 мин нулевой сигнал детектора на шкале с максимальной чувствительностью в координатах сигнал (проводимость – время).

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

Значение дрейфа нулевого сигнала принимают равным смещению нулевого сигнала в течение 1 часа. Полученные значения не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 3

| Элюент | Скорость потока, см ³ /мин | Детектор |
|---------------------|---------------------------------------|------------------------------------|
| Деионизованная вода | 1,5 | Кондуктометрический без подавителя |

Таблица 4

| Установленная колонка | Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала | Дрейф нулевого сигнала |
|------------------------------------|---|--------------------------|
| Катионообменная или анионообменная | $1 \cdot 10^{-3}$ мкСм | $2 \cdot 10^{-2}$ мкСм/ч |

7.2.2 Определение предела детектирования

7.2.2.1 Предел детектирования определяют при условиях, указанных в таблице 5. В прибор устанавливают катионообменную колонку (входящую в комплект поставки прибора) или анионообменную колонку (входящую в комплект поставки прибора). При установке анионообменной колонки в систему устанавливают подавитель, согласно руководству по эксплуатации прибора.

Таблица 5

| Установленная колонка | Контрольный раствор | Массовая концентрация компонента, мг/см ³ | Объем пробы, мм ³ | Элюент | Скорость потока, см ³ /мин | Детектор |
|-----------------------|-------------------------|--|------------------------------|------------------------|---------------------------------------|------------------------------------|
| Анионообменная | Контрольный раствор № 2 | $2 \cdot 10^{-4}$ мг/см ³ (хлорид-ионов) | 20 | Элюент № 1 (таблица 2) | 1,5 | Кондуктометрический с подавителем |
| Катионообменная | Контрольный раствор № 4 | $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см ³ (ионов натрия) | 20 | Элюент № 2 (таблица 2) | 1,2 | Кондуктометрический без подавителя |

7.2.2.2 В хроматограф вводят пробу контрольного раствора, измеряют высоту и ширину пика на половине его высоты ($\mu_{0,5}$).

Определение предела детектирования хроматографа с кондуктометрическим детектором, выполняют после установления динамического равновесия в системе (выхода на режим).

Предел детектирования C_{\min} (г/см³) рассчитывают по формуле (1)

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta x \cdot G}{h \cdot \mu_{0,5} \cdot V}, \quad (1)$$

где G – масса вещества, г, определяемая по формуле (2)

$$G = C \cdot v \quad (2)$$

где C – массовая концентрация контрольного вещества, г/дм³,

v – объем пробы, дм³;

V – скорость потока элюента, см³/мин;

$\mu_{0,5}$ – ширина пика на половине высоты, мин;

h – высота пика контрольного вещества, полученного при соблюдении условий по 7.2.2.1, мкСм;

Δx – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, мкСм, рассчитанный по 7.2.1 в условиях разделения и детектирования по 7.2.2.1.

Полученные значения пределов детектирования не должны превышать значений, указанных в таблице 6.

Таблица 6

| Наименование контрольного вещества | Предел детектирования, г/см ³ |
|------------------------------------|--|
| по хлорид-иону | $1 \cdot 10^{-9}$ |
| по натрий-иону | $1 \cdot 10^{-8}$ |

7.3 Определение метрологических характеристик

7.3.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения выходных сигналов.

7.3.1.1 Измерения проводят после выхода хроматографа на режим.

7.3.1.2 Контрольную смесь вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходных сигналов (времен удерживания и площадей пиков), вычисляют среднее арифметическое значение выходных сигналов (\bar{X}).

7.3.1.3 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала (ОСКО) S , %, рассчитывают по формуле (3)

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

где X_i – i -тое значение выходного сигнала (высоты, площади пика или времени удерживания);

\bar{X} – среднее значение выходного сигнала;

n – число измерений.

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади, высоты пика и времени удерживания) не должны превышать данных, приведенных в таблице 7.

Таблица 7

| Предел допускаемого относительного СКО, % | | |
|---|----------------|------------------------|
| по площади пика | по высоте пика | по времени удерживания |
| 3 | 3 | 0,5 |

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

Проводят операции по 7.3.1.2. Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по 7.3.1.2.

Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа δ_i (%) рассчитывают по формуле (4)

$$\delta_i = \frac{|\bar{X}_i - \bar{X}|}{\bar{X}_i} \cdot 100, \quad (4)$$

где \bar{X}_i – среднее значение площади пика в серии экспериментов в начале работы хроматографа, мкСм·с.

\bar{X} – среднее значение площади пика в серии экспериментов через 8 часов работы хроматографа, мкСм·с.

Значения относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы не должны превышать значений, приведенных в таблице 8.

Таблица 8

| Наименование характеристики | Значение |
|--|----------|
| Предел допускаемого относительного изменения выходного сигнала (площади пика) за 8 часов непрерывной работы, % | ±3 |

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

8 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

8.1 Результаты поверки хроматографов заносят в протокол (Приложение Б).

8.2 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).

8.3 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"



О.Л. Рутенберг

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ, ЭЛЮЕНТОВ И РЕГЕНЕРИРУЮЩЕГО РАСТВОРА

Методика предназначена для приготовления контрольных растворов, элюентов и регенерирующего раствора, применяемых при поверке хроматографов ионных СМАРТХРОМ®.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

- ГСО 7813-2000 состава водного раствора хлорид - ионов с аттестованным значением массовой концентрации 10,0 мг/см³ и относительной погрешностью не более ±1 % (при P=0,95);
- ГСО 7775-2000 состава водного раствора натрий - ионов с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 мг/см³ и относительной погрешностью не более ±1 % (при P=0,95);
- стандарт-титр 0,1 Н азотной кислоты, ТУ 2642-001-33813273-97;
- психрометр аспирационный МВ-4М, ТУ25.1607.054-85;
- барометр-анероид БАММ-1, ТУ 25-11.1513-79;
- термометр лабораторный ТЛ-4, диапазон от 0 до 55 °С, цена деления 0,1 °С;
- весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ГОСТ OIML R 76-1-2011;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770-74;
- цилиндры мерные 2-50-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10, ГОСТ 29227-91;
- ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2167-84;
- спирт этиловый ректифицированный, технический, ГОСТ 18300-72;
- натрий углекислый кислый, х.ч., ГОСТ 4201-79;
- натрий углекислый, х.ч., ГОСТ 83-75;
- кислота азотная, х.ч., ГОСТ 4461-77;
- кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77;
- вода для лабораторного анализа, деионизованная вода с удельным сопротивлением не менее 18 мОм/см, ТОС менее 50 мкг/дм³, ГОСТ Р 52501-2005;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

2 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | 20 ± 5 |
| – атмосферное давление, кПа | 101,3 ± 4 |
| – относительная влажность воздуха, % | от 30 до 80 |

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При выполнении измерений соблюдают правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

3.2 Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией и соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и ППБ-01-93 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-88. Организацию обучения работающих безопасности труда осуществляют по ГОСТ 12.0.004-90.

3.3 К приготовлению растворов допускают лиц не моложе 18 лет, имеющих высшее или среднетехническое образование, имеющих опыт проведения химико-лабораторных работ, прошедших инструктаж по технике безопасности. Операторы должны быть знакомы с оборудованием и устройствами, используемыми при выполнении измерений и обработке результатов.

4 ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

4.1 Приготовление контрольных растворов хлорид-ионов (при проведении поверки с применением анионообменной колонки)

4.1.1 Приготовление раствора хлорид-ионов с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-1}$ мг/см³ (раствор № 1)

Приготовление раствора проводят в соответствии с инструкцией по применению ГСО 7813-2000 состава водного раствора хлорид - ионов. В мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой переносят 1 см³ раствора ГСО. Объем колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Относительная погрешность значения массовой концентрации хлорид-ионов в приготовленном растворе не более $\pm 1,2$ %.

Срок хранения раствора № 1 – не более 1 недели.

4.1.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией хлорид-ионов $1 \cdot 10^{-2}$ мг/см³ (таблица 2, контрольный раствор № 1)

Пипеткой вместимостью 10 см³ отбирают 10 см³ раствора № 1 с массовой концентрацией хлорид-ионов $1 \cdot 10^{-1}$ мг/см³ (4.1.1), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают/

Относительная погрешность значения массовой концентрации хлорид-ионов в приготовленном растворе не более $\pm 1,4$ %.

4.1.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией хлорид-ионов $2 \cdot 10^{-4}$ мг/см³ (таблица 2, контрольный раствор № 2)

Пипеткой вместимостью 2 см³ отбирают 2 см³ раствора № 1 с массовой концентрацией хлорид-ионов $1 \cdot 10^{-1}$ мг/см³ (4.1.1), помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Относительная погрешность значения массовой концентрации хлорид-ионов в приготовленном контрольном растворе не более $\pm 1,4$ %.

4.1.4 Контрольные растворы готовят непосредственно перед проведением поверки. Хранению не подлежат

4.2 Приготовление контрольных растворов натрий-ионов (при проведении поверки с применением катионообменной колонки)

4.2.1 Приготовление раствора натрий-ионов с массовой концентрацией $1 \cdot 10^{-1}$ мг/см³ (раствор № 2)

Приготовление раствора проводят в соответствии с инструкцией по применению ГСО. В мерную колбу вместимостью 50 см³ пипеткой переносят 5 см³ раствора ГСО 7775-2000 состава водного раствора натрий - ионов. Объем колбы доводят до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Относительная погрешность значения массовой концентрации натрий-ионов в приготовленном растворе не более $\pm 1,2$ %.

Срок хранения раствора № 2 – не более 1 месяца.

4.2.2 Приготовление раствора с массовой концентрацией натрий-ионов $2 \cdot 10^{-2}$ мг/см³ (таблица 2, контрольный раствор № 3)

Пипеткой вместимостью 20 см³ отбирают 20 см³ раствора № 2 (4.2.1), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Относительная погрешность значения массовой концентрации натрий-иона в приготовленном растворе не более $\pm 1,4$ %.

4.2.3 Приготовление раствора с массовой концентрацией натрий-ионов $1 \cdot 10^{-3}$ мг/см³ (таблица 2, контрольный раствор № 4)

Пипеткой вместимостью 1 см³ отбирают 1 см³ раствора натрий-ионов (4.2.1), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем колбы до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают. Относительная погрешность значения массовой концентрации в приготовленном растворе не более $\pm 1,4$ %.

4.2.4 Контрольные растворы готовят непосредственно перед проведением поверки. Хранению не подлежат/

5 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ЭЛЮЕНТОВ

5.1 Приготовление элюента № 1 (при проведении поверки с применением анионообменной колонки, таблица 2)

5.1.1 Приготовление раствора натрия углекислого с молярной концентрацией 0,35 моль/дм³ (раствор № 3)

Навеску ($37,097 \pm 0,001$) г безводного карбоната натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в деионизованной воде. Объем раствора доводят до метки деионизованной водой и перемешивают.

5.1.2 Приготовление раствора натрия углекислого кислого (бикарбоната натрия) с молярной концентрацией 0,10 моль/дм³ (раствор № 4)

Навеску ($8,401 \pm 0,001$) г безводного бикарбоната натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в деионизованной воде. Объем раствора доводят до метки деионизованной водой и перемешивают.

Растворы № 3 и № 4 хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более 1 месяца.

5.1.3 В мерную колбу вместимостью 1000 см³ пипетками вместимостью 10 см³ вносят последовательно по 10 см³ раствора натрия углекислого (раствор № 3 по 5.1.1) и раствора натрия углекислого кислого (раствор № 4 по 5.1.2), доводят объем раствора до метки деионизованной водой и перемешивают. Перед применением раствор элюента дегазируют, подключая емкость с элюентом к водоструйному насосу на 15 мин.

Раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более 1 недели.

5.2 Приготовление элюента № 2 (при проведении поверки с применением катионообменной колонки, таблица 2)

5.2.1 Приготовление раствора азотной кислоты (HNO₃) с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ (раствор № 5)

5.2.1 Для приготовления раствора используют стандарт-титр азотной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ (0,1 Н). В соответствии с инструкцией к стандарт-титрам, содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки деионизованной водой.

Срок хранения раствора – не более 2 дней.

5.2.2 С помощью цилиндров вместимостью 50 см³ отбирают по 40 см³ рабочего раствора № 5 (5.2.1) и 40 см³ ацетонитрила, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора – не более 2 дней.

6 ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕГЕНЕРИРУЮЩЕГО РАСТВОРА ДЛЯ ЗАПОЛНЕНИЯ АНИОННОГО МЕМБРАННОГО ПОДАВИТЕЛЯ

6.1 Приготовление концентрата регенерирующего раствора

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ пипеткой вместимостью 2 см³ вносят 2,0 см³ концентрированной серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и доводят объем раствора до метки деионизованной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора не более 6 месяцев.

ПРОТОКОЛ ПЕРВИЧНОЙ (ПЕРИОДИЧЕСКОЙ) ПОВЕРКИ

Протокол № _____ от « ____ » 20 ____ г.

Хроматограф ионный СМАРТХРОМ®

изготовитель ООО «СМАРТХРОМ», Россия

Тип(ы) детектора кондуктометрический

Заводской номер

Условия поверки

Средства поверки

Внешний осмотр

Опробование и определение метрологических характеристик

| Наименование характеристики | Значение | |
|---|----------------|-------|
| | Действительное | По НД |
| Уровень флуктуационных шумов, мкСм | | |
| Дрейф нулевого сигнала, (мкСм)/час | | |
| Предел детектирования, г/см ³ | | |
| Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, % - по высоте пиков - по площади пиков - по времени удерживания | | |
| | | |
| | | |
| Относительное изменение выходного сигнала (площадей пиков) за 8 часов непрерывной работы, % | | |

Заключение по результатам поверки:

Хроматограф ионный СМАРТХРОМ® признан

пригодным к применению

Выдано свидетельство № _____ от _____ 20 ____ г.

Поверитель _____

(подпись)

(расшифровка подписи)

Дополнительная информация по настройке детекторов для проведения поверки

Таблица В.1

| Детектор | Примечания |
|---------------------|---|
| кондуктометрический | При работе в любом режиме вставляется значение постоянной времени 500 мс. |

При расчёте шумовых характеристик в соответствии с методикой поверки (окно 20 секунд при 30- минутном измерении) следует использовать стандартный файл отчёта Rus-k.rtt или Eng-k.rtt.

Внимание! При измерении шума и дрейфа функция автоматического таймерного программного обнуления сигнала должна быть отключена.