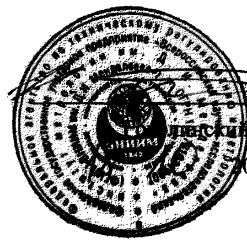
УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУП

«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



_____

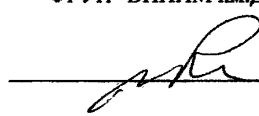
[illegible]линский К.В.

[illegible] 2016 г.

СИСТЕМЫ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА «КАПЕЛЬ»

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП-242-2055-2016



Руководитель отдела

ФГУП "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

_____Л.А.Конопелько

Старший научный сотрудник

ФГУП "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

_____М.А.Мешалкин



Санкт - Петербург

2016

gost.e-ecolog.ru

Содержание

1 Операции поверки ... 3
2 Средства поверки ... 3
3 Требования безопасности ... 4
4 Условия поверки ... 4
5 Подготовка к проведению поверки ... 4
6 Проведение поверки ... 4
6.1 Внешний осмотр и опробование ... 4
6.2 Проверка соответствия программного обеспечения ... 5
6.3 Определение предела детектирования контрольных веществ ... 5
6.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика) ... 8
7 Оформление результатов поверки ... 9
Приложение А (обязательное) Приготовление вспомогательных и поверочных растворов ... 10
Приложение Б (рекомендуемое) Подготовка капилляра ... 15
Приложение В (рекомендуемое) Пример программ измерений ... 17
Приложение Г (обязательное) Форма протокола поверки ... 19

Настоящая методика поверки распространяется на системы капиллярного электрофореза «Капель-205» (далее – системы), предназначенные для количественного и качественного определения состава проб веществ и материалов методом капиллярного электрофореза после перевода их в водные и водно-органические растворы.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций	
		Первичная поверка	Периодическая поверка
Внешний осмотр и опробование	6.1	Да	Да
Проверка соответствия программного обеспечения	6.2	Да	Да
Определение предела детектирования	6.3	Да	Да
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика)	6.4	Да	Да

При периодической поверке систем допускается проводить операции по 6.3 и 6.4 с высоким напряжением одной полярности, при этом право выбора полярности принадлежит потребителю.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки должны применяют средства поверки со следующими характеристиками:

- стандартный образец утвержденного типа удельной энергии сгорания ГСО 5504-90 (бензойная кислота молярной доли не менее 99,99 %) или бензойная кислота квалификации ч.д.а. по ГОСТ 10521-78;
- стандартный образец утвержденного типа состава раствора хлорид-ионов ГСО 6687-93 (1 г/дм^3, ПГ ±1 %).

2.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и химические реактивы, применяемые при приготовлении вспомогательных и поверочных растворов, приведены в Приложении А (раздел А.1).

2.3 При проведении поверки допускается использовать другие аналогичные ГСО, растворители, вспомогательные средства поверки и средства измерений с метро-

логическими характеристиками не хуже вышеприведенных, допущенные к применению в РФ в установленном порядке.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки систем следует соблюдать требования «Межотраслевых правил по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок» ПОТ Р М-016-2001, правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76, а также требования, изложенные в Руководстве по эксплуатации систем.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды (20±5)°С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа;
- напряжение сети питания (220±22) В.

Допускается участие в поверке операторов, обслуживающих систему.

Перед проведением поверки необходимо изучить Руководство по эксплуатации систем, Руководство пользователя программного обеспечения (далее – ПО) «Эльфоран» и настоящую методику и обеспечить выполнение условий поверки и требований техники безопасности.

5 ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ ПОВЕРКИ

При подготовке к проведению поверки проделывают следующие операции:

- подготавливают систему к работе согласно Руководству по эксплуатации;
- устанавливают в систему кассету с капилляром **(общая длина 60 см, внутренний диаметр 75 мкм);**
- подготавливают средства поверки, указанные в разделе 2;
- приготавливают вспомогательные и поверочные растворы согласно Приложению А.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр и опробование

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают отсутствие повреждений, влияющих на нормальную работу системы.

6.1.2 Включают систему и выдерживают ее во включенном состоянии до начала поверки в течение 30 минут. Результаты опробования считают положительными, если при выходе системы на режим не появляются информационные сообщения программного обеспечения, указывающие на возникновение фатальных ошибок.

6.2 Проверка соответствия программного обеспечения

В главном окне ПО «Эльфоран» входят в окно «Информация о приборе» и нажимают кнопку «О программе...».

Результат проверки считают положительным, если в открывшемся окне «О программе...» номер версии соответствует значениям, указанным в разделе «Программное обеспечение» описания типа средства измерений, или выше.

6.3 Определение предела детектирования контрольных веществ

6.3.1 Определение предела детектирования при положительной полярности высокого напряжения

6.3.1.1 Контрольным веществом при определении предела детектирования при положительной полярности высокого напряжения является бензойная кислота.

6.3.1.2 Приготавливают раствор бензойной кислоты массовой концентрации 4 мкг/см^3, растворы для промывки капилляра и фоновый электролит в соответствии разделами А.2 и А.3 Приложения А.

6.3.1.3 Перед использованием все вспомогательные и поверочные растворы центрифугируют в течение 5 минут при 5000 об/мин.

6.3.1.4 Перед началом измерений и после каждого измерения проводят промывку капилляра в соответствии с Приложением Б.

6.3.1.5 Устанавливают условия измерений в соответствии с таблицей 2.

6.3.1.6 Регистрируют пять электрофореграмм раствора бензойной кислоты по 6.3.1.2 в условиях, указанных в таблице 2. Пример программы измерений приведен в Приложении В.

Таблица 2 – Условия измерений поверочного раствора бензойной кислоты

Параметр	Значение
Капилляр	Общая длина 60 см, внутренний диаметр 75 мкм
Температура системы охлаждения капилляра, °С	20
Длина волны, нм	220
Ввод пробы	30 мбар,10 с
Напряжение, кВ	20
Время измерений, мин	Не более 10
Фоновый электролит	Раствор по А.3.2

Примечание – Рекомендуется перед началом измерений зарегистрировать пробную электрофореграмму. Время миграции пика бензойной кислоты не долж-

но превышать 10 мин. При невыполнении этого условия капилляр промывают согласно Приложению Б.

6.3.1.7 Используя программное обеспечение, для каждой электрофореграммы находят:

- высоту пика H_i рабочего вещества;
- уровень флуктуации шумов нулевого сигнала (ширину шумовой дорожки W_i при доверительной вероятности P=0,99). Участок, на котором регистрируют уровень флуктуации нулевого сигнала, должен быть не менее 30 с для хлорид-ионов и не менее 60 с для бензойной кислоты.

Примечания

1. Инструмент для расчёта шума находится на вкладке «Поиск» окна сохранённой ЭФГ, пользование им описано в пункте «Расчёт шума на произвольном участке» Руководства пользователя ПО «Эльфоран».

2. Кратковременные изменения выходного сигнала, имеющие характер одиночных импульсов, при оценке уровня флуктуации шумов нулевого сигнала не учитывают.

6.3.1.8 Для каждой электрофореграммы вычисляют предел детектирования бензойной кислоты ($C_{min,i}$, мкг/см^3) по формуле:

$$C_{min,i} = \frac{2 \cdot W_i \cdot C}{H_i}, \qquad (1)$$

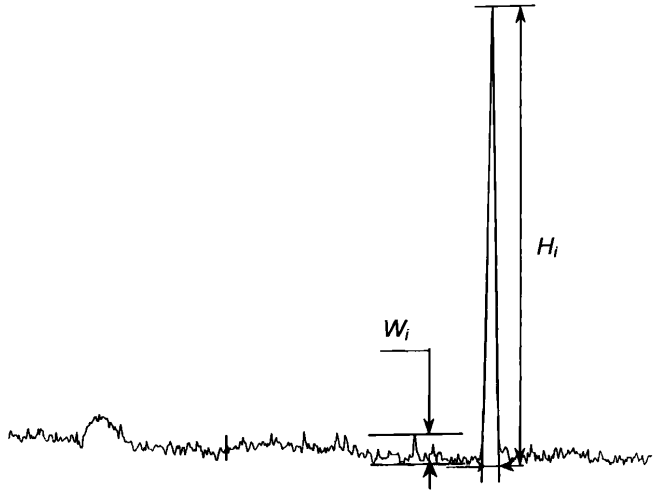
где W – уровень флуктуации шумов нулевого сигнала на i-ой электрофореграмме (i = 1, ..., 5), приборные единицы;

H_i – высота пика бензойной кислоты, отсчитываемая от линии нулевого сигнала на i-ой электрофореграмме (i = 1, ..., 5), приборные единицы;

C – массовая концентрация раствора бензойной кислоты, мкг/см^3.

6.3.1.9 За предел детектирования бензойной кислоты (C_{min}, мкг/см^3) принимают наибольшее из значений, полученных по 6.3.1.8.

6.3.1.10 Результаты проверки предела детектирования в части высокого напряжения положительной полярности считают положительными, если предел детектирования бензойной кислоты не превышает 0,25 мкг/см^3.



H_i – высота пика, отсчитываемая от линии нулевого сигнала;

W_i – уровень флуктуации шумов нулевого сигнала.

Рисунок 1 – Пример электрофореграммы

6.3.2 Определение предела детектирования при отрицательной полярности высокого напряжения

6.3.2.1 Контрольным веществом при определении предела детектирования при отрицательной полярности высокого напряжения являются хлорид-ионы.

6.3.2.2 Приготавливают раствор хлорид-ионов массовой концентрации 4 мкг/см^3, растворы для промывки капилляра и фоновый электролит в соответствии с разделами А.2 и А.4 Приложения А.

6.3.2.3 Перед использованием все вспомогательные и поверочные растворы центрифугируют в течение 5 минут при 5000 об/мин.

6.3.2.4 Устанавливают условия измерений в соответствии с таблицей 3.

6.3.2.5 Перед началом измерений и после каждого измерения проводят промывку капилляра в соответствии с Приложением Б.

6.3.2.6 Регистрируют пять электрофореграмм раствора хлорид ионов по 6.3.2.2 в условиях, указанных в таблице 3. Пример программы измерений приведен в Приложении В.

П р и м е ч а н и е – Рекомендуется перед началом измерений зарегистрировать пробную электрофореграмму. Время миграции пика хлорид-ионов не должно превышать 5 мин. При невыполнении этого условия капилляр промывают согласно Приложению Б.

Таблица 3 – Условия измерений поверочного раствора хлорид-ионов

Параметр	Значение
Капилляр	Общая длина 60 см, внутренний диаметр 75 мкм
Температура системы охлаждения капилляра, °С	20
Длина волны, нм	370
Ввод пробы	30 мбар, 10 с
Напряжение, кВ	Минус 17
Время измерений, мин	Не более 5
Фоновый электролит	Раствор по А.4.4

6.3.2.7 Обрабатывают результаты аналогично 0–6.3.1.9 и находят предел детектирования хлорид-ионов.

6.3.2.8 Результаты проверки предела детектирования в части высокого напряжения отрицательной полярности считают положительными, если предел детектирования хлорид-ионов не превышает 0,5 мкг/см^3.

6.4 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (по площади пика)

6.4.1 Для проверки относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала по площади пика при положительной полярности высокого напряжения используют электрофореграммы раствора бензойной кислоты, зарегистрированные по 6.3.1.6.

6.4.2 Для проверки относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала по площади пика при отрицательной полярности высокого напряжения используют электрофореграммы раствора хлорид-ионов, зарегистрированные по 6.3.2.6.

6.4.3 При помощи программного обеспечения определяют площадь пика контрольного вещества на всех электрофореграммах раствора этого контрольного вещества.

6.4.4 Вычисляют среднее арифметическое $A_{ср}$ полученных значений и относительное среднее квадратическое отклонение $S_{отн}$ выходного сигнала по формулам:

$$A_{ср} = \sum_{i=1}^{K} A_i \Big/ K, \qquad (2)$$

$$S_{отн} = 100 \cdot \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^{K} (A_i - A_{ср})^2 / (K-1)}}{A_{ср}}, \% \qquad (3)$$

где K – число результатов измерений;

A_i – значение площади пика рабочего вещества при i-ом измерении (i = 1,...,K), приборные единицы.

6.4.5 Результаты проверки считаются положительными, если как для бензойной кислоты, так и для хлорид-ионов относительное стандартное отклонение выходного сигнала не превышает 3%.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки системы заносят в протокол по форме Приложения Г.

7.2 Система, прошедшая поверку с положительными результатами, признается годной и допускается к дальнейшему использованию. На нее оформляют свидетельство о поверке установленного образца. Знак поверки наносится на правую боковую панель системы.

7.3 Система, прошедшая поверку с отрицательным результатом, к дальнейшей эксплуатации не допускается, и на нее оформляют извещение о непригодности.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)
Приготовление вспомогательных и поверочных растворов

А.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы для приготовления растворов

А.1.1 Для приготовления поверочных и вспомогательных растворов применяют следующие средства измерений и вспомогательное оборудование:

Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770-74

Пипетки градуированные, 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227-91

или дозаторы переменного объема 10–100 $мм^3$, 100–1000 $мм^3$, 1000–5000 $мм^3$ с метрологическими характеристиками, соответствующими ГОСТ 28311-89

Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 220 г по ГОСТ Р 53228-2008

Стаканы химические вместимостью 50, 200 $см^3$ по ГОСТ 25336-82

Холодильник бытовой любого типа по ГОСТ 16317-87

Дистиллятор, бидистиллятор по ТУ 25.11-1592-81 или аппарат для перегонки воды (кварцевый или стеклянный

Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 5000 оборотов в минуту

Пробирки одноразовые (типа Эппендорф) вместимостью 1,5 $см^3$ по ТУ 62-2-300-80

Шприц медицинский одноразовый типа «Луер» вместимостью 10 $см^3$ по ГОСТ Р ИСО 7886-1-2009

Фильтры целлюлозно-ацетатные, размер пор 0,2 мкм, диаметр 25 мм по ТУ 6-55-221-879-88

А.1.2 Для приготовления поверочных и вспомогательных растворов используют следующие реактивы:

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

Натрия гидроксид, по ГОСТ 4328-77, ч.д.а.

Соляная кислота, по ГОСТ 3118-77, х.ч.

Натрий тетраборнокислый, стандарт-титр по ТУ2642-001-56278322-2008

или тетраборат натрия десятиводный по ГОСТ 4199-76, х.ч.

Хрома (VI) оксид, по ГОСТ 3776-78, ч.д.а.

Диэтаноламин (бис(2-оксиэтил)амин, далее – ДЭА) с массовой долей основного вещества не менее 99%, например, производства фирмы «Acros Organics», кат. номер 11392

Цетилтриметиламмония гидроксид (гексадецилтриметиламмония гидроксид, далее – ЦТА-ОН), 10%-ный раствор, например, производства фирмы «Aldrich», кат. номер

439231

или цетилтриметиламмония бромид (далее – ЦТАБ) с массовой долей основного вещества не менее 99%, например, производства фирмы «Acros Organics», кат. номер 22716

А.1.3 Все применяемые средства измерений должны быть поверены в установленном порядке. Допускается использование других средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками и химических реактивов аналогичной или более высокой квалификации, выпущенных по другой документации.

А.2 Приготовление растворов для промывки капилляра

Все растворы готовят на свежей дистиллированной воде, соответствующей ГОСТ 6709.

А.2.1 Раствор гидроксида натрия для промывки капилляра

В стакан из термостойкого стекла помещают 2 г гидроксида натрия и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды. Молярная концентрация раствора приблизительно 0,5 моль/дм^3.

Срок хранения в посуде из полиэтилена 6 месяцев.

А.2.2 Раствор соляной кислоты для промывки капилляра

В стакан из термостойкого стекла помещают 100 см^3 дистиллированной воды, затем приливают 8 см^3 концентрированной соляной кислоты и перемешивают. Молярная концентрация раствора приблизительно 1 моль/дм^3.

Срок хранения не ограничен.

А.3 Приготовление растворов для проведения поверки при положительной полярности высокого напряжения

А.3.1 Раствор натрия тетраборнокислого молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра по прилагаемой к нему инструкции.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой посуде в условиях, исключающих поглощение диоксида углерода – 6 месяцев.

Примечание – Допускается приготовление раствора из 10-водного тетрабората натрия, для чего в мерной вместимостью 100 см^3 растворяют (1,91±0,01) г указанного реактива в свежепрокипяченной и охлажденной без доступа воздуха дистиллированной воде. Значение pH приготовленного раствора при 20 °С должно быть (9,22±0,10).

А.3.2 Фоновый электролит

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 10 см^3 раствора натрия тетраборнокислого, приготовленного по А.3.1, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой посуде в условиях, исключающих поглощение диоксида углерода – 2 месяца.

А.3.3 Запасной раствор бензойной кислоты №1 (массовая концентрация 1000 мкг/см^3)

(100±1) мг бензойной кислоты растворяют в дистиллированной воде при нагревании на водяной бане, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2°С до 8°С – 1 месяц.

Массовую концентрацию бензойной кислоты в приготовленном растворе (C_o, мкг/см^3) вычисляют по формуле:

$$C_o = \frac{m}{V} \cdot 1000 \qquad (А.1)$$

где m – масса навески бензойной кислоты, мг;

V – объем мерной колбы, использованной для приготовления раствора, см^3;

1000 – коэффициент согласования размерности единиц массы.

А.3.4 Запасной раствор бензойной кислоты №2 (массовая концентрация 100 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5,0 см^3 запасного раствора №1 по А.3.3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2°С до 8°С – 1 месяц.

Массовую концентрацию бензойной кислоты в запасном растворе №2 вычисляют по формуле:

$$C_к = C_и \cdot \frac{V_и}{V_к}, \qquad (А.2)$$

где $C_к$ – массовая концентрация бензойной кислоты в приготовленном растворе, мкг/см^3;

$C_и$ – массовая концентрация бензойной кислоты в исходном растворе, мкг/см^3;

$V_к$ – объем приготовленного раствора, см^3;

$V_и$ – объем исходного раствора, взятый для приготовления разбавленного, см^3.

А.3.5 Поверочный раствор бензойной кислоты (массовая концентрация 4 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 2,5 см^3 фонового электролита по А.3.2, 1,0 см^3 запасного раствора №2 по А.3.4, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор используют в день приготовления.

Значение массовой концентрации раствора вычисляют по формуле (А.2). Доверительные границы относительной погрешности массовой концентрации бензойной кислоты в растворе для доверительной вероятности P = 0,95 составляют ±1,5 %.

А.4 Приготовление растворов для проведения поверки при отрицательной полярности высокого напряжения

А.4.1 Раствор оксида хрома (VI) молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают(0,50±0,01) г оксида хрома (VI), растворяют в 50–60 см^3 дистиллированной воды, затем доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в стеклянной емкости с притертой пробкой или плотно закрытом полиэтиленом сосуде не более года.

А.4.2 Раствор диэтаноламина (ДЭА) молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают (0,263±0,001)г диэтаноламина, предварительно замороженного до кристаллического состояния, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в условиях, исключающих поглощение диоксида углерода из воздуха – 2 недели.

Примечание – Емкость с исходным реактивом следует хранить в холодильнике в морозильной камере.

А.4.3 Раствор цетилтриметиламмония гидроксида (ЦТА-ОН) молярной концентрации 0,01 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 25 см^3, в которую предварительно внесено 4–5 см^3 дистиллированной воды, помещают 0,75 см^3 раствора ЦТА-ОН с массовой долей 10%. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2°С до 8°С – 6 месяцев.

Примечание – Допускается при отсутствии ЦТА-ОН использовать раствор ЦТАБ. Для его приготовления в мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают (0,091±0,001) г ЦТАБ, добавляют 15 см^3 дистиллированной воды, выдерживают на водяной бане при 30°С до полного растворения, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Молярная концентрация ЦТАБ составляет 0,01 моль/дм^3. Срок хранения раствора – 6 месяцев.

А.4.4 Фоновый электролит

В чистый сухой стакан вместимостью 50 см^3 помещают 2,0 см^3 раствора оксида хрома (VI) по А.4.1, 3,0 см^3 раствора ДЭА по А.4.2 и 3,0 см^3 дистиллированной воды. Тщательно перемешивают, затем добавляют 2,0 см^3 раствора ЦТА-ОН по А.4.3. Полученный раствор фильтруют через мембранный фильтр в пластиковую посуду с закрывающейся крышкой.

Примечание – При замене ЦТА-ОН на ЦТАБ при приготовлении фонового электролита вносится 2,0 см^3 раствора ЦТАБ.

Приготовленный раствор содержит 10 ммоль/дм^3 оксида хрома (VI), 30 ммоль/дм^3 ДЭА и 2,0 ммоль/дм^3 ЦТА-ОН.

Срок хранения раствора – 1 неделя.

А.4.5 Запасной раствор хлорид-ионов (массовая концентрация 100 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5,0 см^3 стандартного образца состава раствора хлорид-ионов, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2°С до 8°С – 1 месяц.

Массовую концентрацию хлорид-ионов в приготовленном растворе №1 (C_o, мкг/см^3) вычисляют по формуле:

$$C_o = \frac{C_{CO} \cdot V_{CO}}{V_к} \cdot 1000, \qquad (А.3)$$

где C_{CO} – массовая концентрация хлорид-ионов в используемом стандартном образце состава раствора хлорид-ионов, мг/см^3;

V_{CO} – объем стандартного образца состава раствора хлорид-ионов, использованный для приготовления раствора, см^3;

$V_к$ – объем мерной колбы, использованной для приготовления раствора, см^3;

1000 – коэффициент согласования размерности единиц массы.

А.4.6 Поверочный раствор хлорид-ионов (массовая концентрация 4 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 1,0 см^3 запасного раствора хлорид-ионов по А.4.5, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор используют в день приготовления.

Значение массовой концентрации раствора вычисляют по формуле (А.2). Доверительные границы относительной погрешности массовой концентрации хлорид-ионов для доверительной вероятности P = 0,95 составляют ±1,8%.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)
Подготовка капилляра

Все промывки капилляра рекомендуется проводить при давлении 2000 мбар.

Б.1 Подготовка нового капилляра к работе

Новый капилляр последовательно промывают:

- 2 минуты дистиллированной водой;
- 10 минут раствором соляной кислоты по А.2.2;
- 5 минут дистиллированной водой;
- 10 минут раствором гидроксида натрия по А.2.1;
- 5 минут дистиллированной водой;
- 10 минут фоновым электролитом по А.3.2 или А.4.4 в зависимости от полярности высокого напряжения.

Все промывочные растворы собирают в сливную пробирку, не погружая в неё выходной конец капилляра.

Б.2 Промывка капилляра, ранее использованного в работе

Подготовка капилляра, ранее находившегося в работе, зависит от состава ранее использованного фонового электролита.

Если использовали фоновый электролит без модифицирующих добавок (например, фоновый электролит по А.3.2), то капилляр промывают по следующей схеме:

- 5 минут дистиллированной водой;
- 10 минут фоновым электролитом по А.3.2 или А.4.4 в зависимости от полярности высокого напряжения.

Если использовали фоновый электролит, содержащий ЦТА-ОН, ЦТАБ (например, фоновый электролит по А.4.4), то капилляр промывают по следующей схеме:

- 2 минуты дистиллированной водой;
- 5 минут раствором соляной кислоты по А.2.2;
- 5 минут дистиллированной водой;
- 5 минут раствором гидроксида натрия по А.2.1;
- 5 минут дистиллированной водой;
- 5 минут фоновым электролитом по А.3.2 или А.4.4 в зависимости от полярности высокого напряжения.

В случае отсутствия пиков компонентов на электрофореграмме необходимо промыть капилляр серной кислотой, разбавленной дистиллированной водой в объем-

ном соотношении 1:1 в течение 10–15 минут. После этого необходима тщательная промывка капилляра дистиллированной водой по времени большая, чем промывка кислотой. Далее капилляр промывают раствором гидроксидом натрия, водой и соответствующим фоновым электролитом, как указано выше.

Б.3 Промывка капилляра между измерениями

Непосредственно перед измерением капилляр промывают соответствующим фоновым электролитом в течение 3 минут.

После каждого измерения капилляр промывают соответствующим фоновым электролитом в течение 2 минут.

Примечание – Операции «Промывка перед анализом» и «Промывка после анализа» являются составной частью программы измерений.

Б.4 Промывка капилляра по окончании работы

По окончании работы капилляр промывают по схеме:

- 2 минуты дистиллированной водой;
- 5 минут раствором гидроксида натрия по А.2.1;
- 5 минут дистиллированной водой;
- 5 минут раствором соляной кислоты по А.2.2;
- 5 минут дистиллированной водой и оставляют в дистиллированной воде, подняв пробирки с водой на входе и выходе.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

(рекомендуемое)

Пример программ измерений

Перед составлением программы в первую очередь необходимо присвоить каждому используемому раствору номер, который будет совпадать с номером пробирки в автосемплере (пример см. в таблице В.1).

Таблица В.1 – Пример установки пробирок с растворами в автосемплер

Номер пробирки	Растворы
1	Поверочный раствор
6	Раствор соляной кислоты для промывки капилляра
7	Вода дистиллированная
8	Раствор гидроксида натрия для промывки капилляра
9	Фоновый электролит для промывки капилляра
10	Фоновый электролит для анализа
47	Вода дистиллированная
48	Сливная пробирка
50	Фоновый электролит для анализа

Примеры программ измерений, составленных с использованием ПО «Эльфоран», приведены на рисунках В.1 и В.2.

Все пробирки с растворами устанавливаются в автосемплер в открытом виде (без крышек).

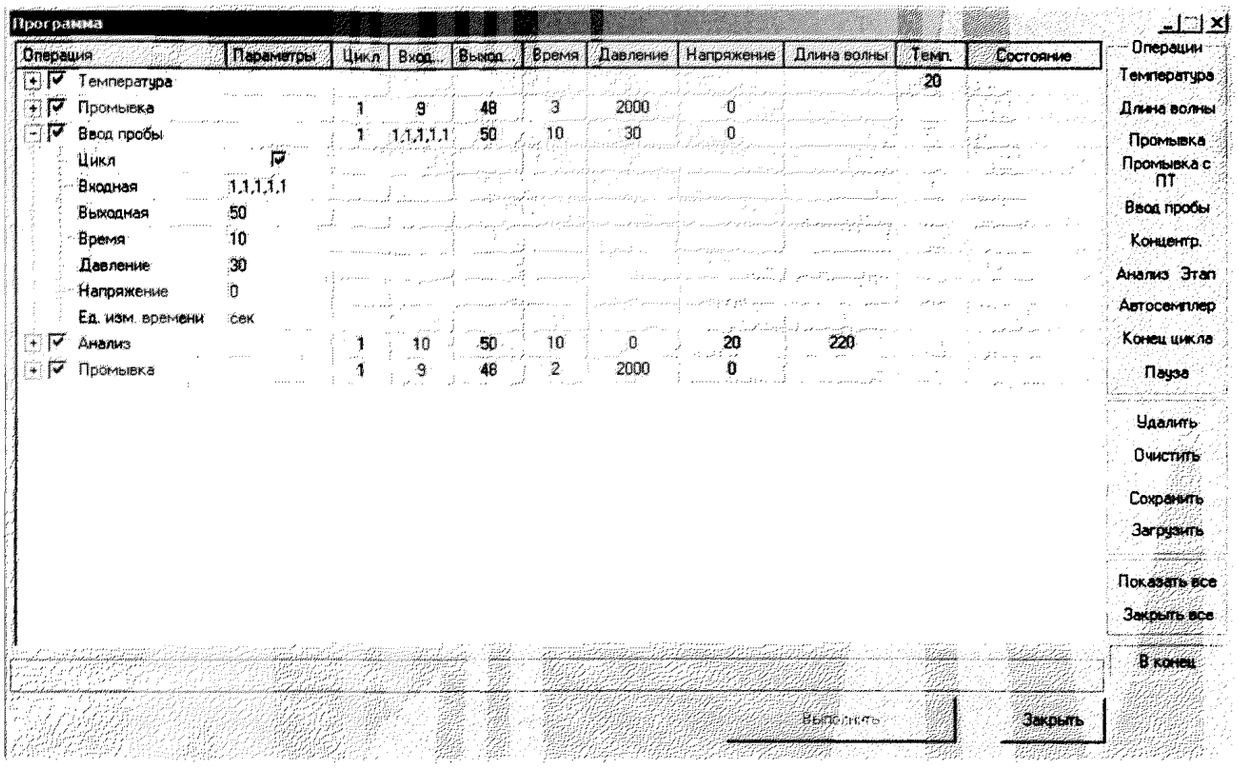


Рис.В.1 – Пример программы измерений для проведения поверки при положительной полярности высокого напряжения

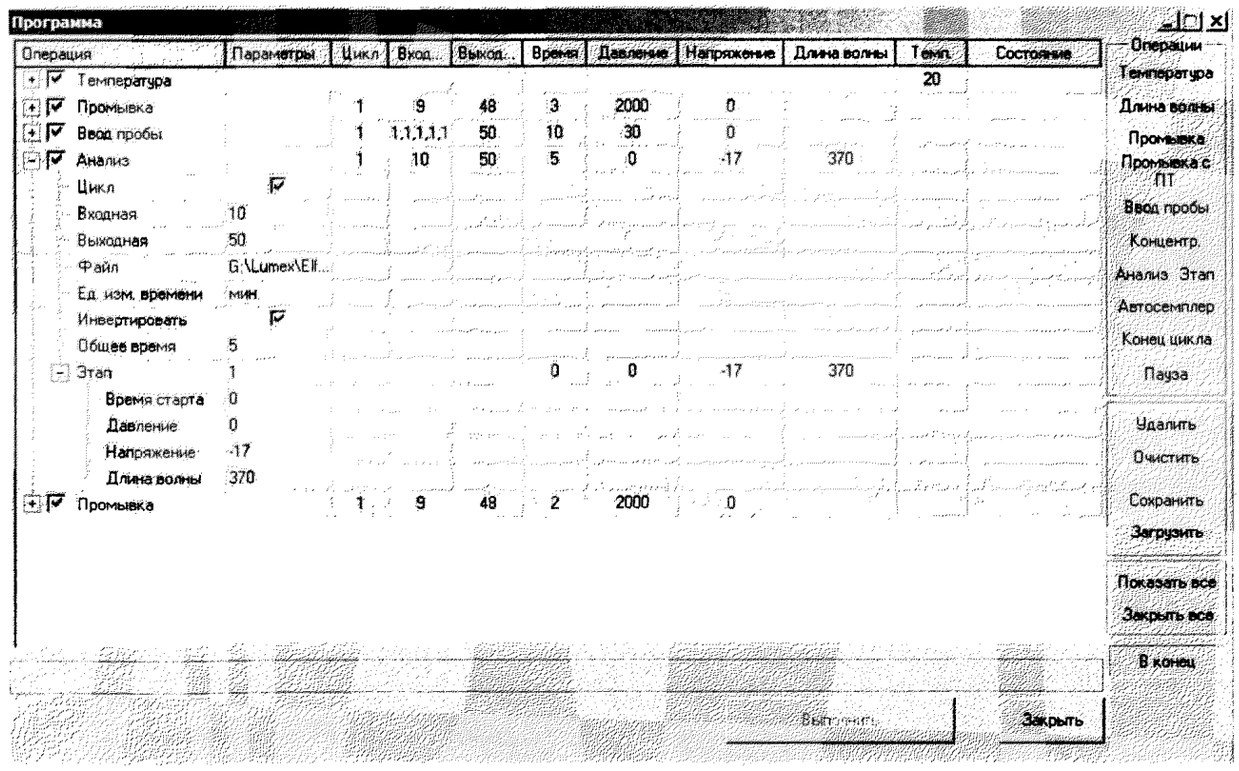


Рис.В.2 – Пример программы измерений для проведения поверки при отрицательной полярности высокого напряжения

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

(рекомендуемое)

Форма протокола поверки

Протокол № _____ от _____

поверки системы капиллярного электрофореза «Капель-205», заводской номер _____

Средства поверки: кислота бензойная (ч.д.а.) ГОСТ 10521-78, ГСО состава раствора хлорид-ионов ГСО 6687-93, срок годности, № партии.

Документ на поверку: методика поверки МП-242-2055-2016

Условия поверки: _____

Внешний осмотр: _____

Результаты опробования: _____

Проверка соответствия программного обеспечения_____

Определение предела детектирования бензойной кислоты:

№	Высота пика *Hi,*	Уровень флуктуации шумов нулевого сигнала *W*	Массовая концентрация бензойной кислоты, мкг/см^3	Предел детектирования *Cmin,i*, мкг/см^3
1				
2				
3				
4				
5				

Предел детектирования бензойной кислоты: _____ мкг/см^3

Определение предела детектирования хлорид-ионов:

№	Высота пика *Hi,*	Уровень флуктуации шумов нулевого сигнала *W*	Массовая концентрация хлорид-ионов, мкг/см^3	Предел детектирования *Cmin,i*, мкг/см^3
1				
2				
3				
4				
5				

Предел детектирования хлорид-ионов: _____ мкг/см^3

Определение СКО выходного сигнала (по площади пика) для бензойной кислоты

№	Площадь пика	Среднее значение площади пика	Относительное СКО выходного сигнала
1			
2			
3			
4			
5			

Определение СКО выходного сигнала (по площади пика) для хлорид-ионов

№	Площадь пика	Среднее значение площади пика	Относительное СКО выходного сигнала
1			
2			
3			
4			
5			

Заключение_____

Поверитель_____

Примечание – При проведении периодической поверки протокол заполняют только для использованного контрольного вещества.

gost.e-ecolog.ru