

# ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46

E-mail: analyt-vm@vniims.ru

Тел. (495) 437 9419 Факс: (495) 437 5666

# **СВИДЕТЕЛЬСТВО № <u>67-06</u>**

## ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ УФ-ПОГЛОЩАЮЩИХ ВЕЩЕСТВ МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Методика выполнения измерений массовой концентрации УФпоглощающих веществ методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, разработанная ЗАО Институт хроматографии "ЭкоНова", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости.

Дата выдачи 3 августа 2006 года

Заместитель директора



В. Н. Яншин

## РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

<b>№</b> π/π	Наименование параметра X	Диапазон измерений	Границы погрешности измерений		Предел повторяе- мости, r, (n=2, P=0,95)		Предел воспроизводимости, R (m=2, P=0,95)	
		относит %, δ	абсолютн $\%, \Delta$	относит %, r	абсолютн %, r <sub>абс</sub>	относит %, R	абсолютн %, R <sub>абс</sub>	
1	Массовая кон- центрация, мг/мл	0,2	±10		4		10	
2	Удельная площадь пика S <sub>a210</sub> , <u>e.o.n. • мкл</u> мг/мл	125-1250	+5		3		7	
3	Объем удер- живания $V_R$ , мкл	150-4300	±10		4		11	
4	Угол между векторами, представляющими УФ-спектры, градус	0-90		±0,4		0,2		0,6
5	Площадь пика S <sub>210</sub> , е.о.п.·мкл	25 - 250	±5		3		7	

Начальник сектора

О.Л.Рутенберг

#### ЗАО ИНСТИТУТ ХРОМАТОГРАФИИ "ЭКОНОВА"

"СОГЛАСОВАНО"

Заместитель директора

ФГУП ВНИИМС

В.Н. Яншин

2006 г.

"УТВЕРЖДАЮ"

Генеральный директор

ЗАО Институт хроматографии

"ЭкоНова"

М.П. Перельройзен

Т " августо 2006 г.

## МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ УФ-ПОГЛОЩАЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Заместитель генерального директора, д.х.н.

Г.И. Барам

" 01 " августа 2006 г.

Химик-эксперт, к.х.н.

И.Н. Азарова

" 01 " августа 2006 г.

НОВОСИБИРСК 2006

#### 1. РАЗРАБОТАНА

ЗАО Институт хроматографии "ЭкоНова" Генеральный директор Зам. генерального директора по научной работе Химик-эксперт

М.П.Перельройзен Г.И.Барам И.Н.Азарова

#### 2. ATTECTOBAHA

Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологической службы Госстандарта РФ. Свидетельство об аттестации № 67-06 от 03 августа 2006 года

#### 3. УТВЕРЖДЕНА

ЗАО Институт хроматографии "ЭкоНова"

#### 4. ЗАРЕГИСТРИРОВАНА

в Федеральном реестре методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора, под  $N \Phi P$ . 1.31.2006.02966

Настоящая методика регламентирует процедуру выполнения измерений массовой концентрации УФ-поглощающих веществ методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в обращенно-фазовом режиме с детектированием на 8 длинах волн.

Методика предназначена для идентификации индивидуальных УФ-поглощающих веществ с целью подтверждения их подлинности и для количественного определения их содержания. Высота пика определяемого вещества при переводе его в раствор с массовой концентрацией 0,2 мг/мл должна находиться в диапазоне (1-10) е.о.п. при регистрации на длине волны 210 нм и не превышать 10 е.о.п. на любой из длин волн детектирования.

Идентификацию и определение содержания веществ проводят сравнением их хроматографических и спектральных параметров с аттестованными параметрами УФ-поглощающих веществ, приведенными в базе данных "БД-2003".

База данных на бумажном или электронном носителе; хроматографическая колонка, заполненная обращенно-фазовым сорбентом, тип "БД-2003"; аттестованная смесь "БД-2003" для градуировки хроматографа поставляются разработчиком методики.

#### 1. Метрологические характеристики методики

При соблюдении регламентированных методикой условий гарантированы метрологические характеристики, приведенные в таблице 1.

Таблица 1.

<b>№</b> п/п	Наименование параметра $X$	Диапазон измерений	The state of		Предел повторяе- мости, ( <i>n</i> =2, <i>P</i> =0,95)		Предел воспроизводимости, ( <i>m</i> =2, <i>P</i> =0,95)	
			относит., %, δ	абсолют., $\Delta$	относит., %, <i>r</i>	абсолют., $r_{abc}$	относит., %, <i>R</i>	абсолют., $R_{a\delta c}$
1	Массовая кон- центрация $C$ , мг/мл	0,2	±10		4		10	
2	Удельная площадь пика $S_{a210}$ , e.o.п.:мкл мг/мл	125-1250	±5		3		7	
3	Объем удер- живания $V_R$ , мкл	150-4300	±10		4		11	
4	Угол между векторами, представляющими УФ-спектры $\varphi$ , градус	0-90		±0,4		0,2		0,6
5	Площадь пика $S_{210}$ , е.о.п. мкл	25-250	±5		3		7	

#### 2. Средства измерений, реактивы и материалы

#### 2.1. Средства измерений

Хроматограф жидкостный "Милихром A-02" с колонкой хроматографической из нержавеющей стали, заполненной обращеннофазовым сорбентом C18, тип "БД-2003"

Лабораторные весы "Сарториус BP221S", класс точности 1
Пипетки градуированные 5-1-1; 5-1-5; 5-2-10; 5-2-25

Колбы мерные 2-25-2; 2-50-2; 2-100-2; 2-200-2; 2-250-2; 2-500-2

Стакан вместимостью 1 дм $^3$ Аттестованная смесь "БД-2003"

ТУ 25-7405.0040-95
ГОСТ 24104-01
ГОСТ 29227-91
ГОСТ 1770-74
ГОСТ 10394-63
Приложение

#### 2.2. Вспомогательные устройства

Шкаф сушильный "СНОЛ"

Дистиллятор, тип "ДЗ-4-2М"

Мембраны фильтровальные пористостью 0,45 мкм,
тип *НА*, производства "Millipore Corporation", США

#### 2.3. Реактивы и материалы

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная Ацетонитрил для ВЭЖХ, "сорт 0" или "сорт 1" НПК "Криохром", С.-Петербург Метанол, "х.ч." ГОСТ 6995-77 Кислота соляная, стандарт-титр ТУ 6-09-2540-72 Натрия гидроокись, "х.ч." ГОСТ 4328-77 Реактивы производства "ALDRICH", США: Номер по каталогу "ALDRICH" Перхлорат лития, тригидрат 20.530-3 Кислота хлорная, 70% 32,043-9

#### 2.4. Программное обеспечение

Программа обработки результатов измерений "МультиХром-СПЕКТР" (ЗАО "Амперсенд", г. Москва), содержащая базу данных "БД-2003" аттестованных хроматографических и спектральных параметров УФ-поглощающих веществ.

**Примечание:** Допускается использование средств измерений, оборудования и материалов, отличающихся от указанных в перечне, но не уступающих им по характеристикам.

#### 3. Метод измерений

Измерения выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на колонке с обращенной фазой С18, тип "БД-2003", и с УФ-детектированием на 8 длинах волн: 210, 220, 230, 240, 250, 260, 280 и 300 нм. Режимные параметры хроматографа устанавливают по аттестованной смеси "БД-2003".

Суть метода заключается в том, что исследуемый образец, подготовленный в соответствии с требованиями п. 6 настоящей методики, хроматографируют в условиях п. 7. Полученную хроматограмму обрабатывают с помощью специализированной программы обработки данных (п. 2.4.). Программа вычисляет объем удерживания, площадь пика при длине волны 210 нм и величины углов между векторами, представляющими спектр исследуемого

вещества и спектры веществ, содержащихся в базе данных (п. 8.2.). Идентификация и количественный расчет осуществляются автоматически. Если идентификация неоднозначная, то программа генерирует список "веществ-кандидатов", и оператор принимает решение о возможности присутствия данных компонентов в исследуемом образце на основании дополнительных исследований.

#### 4. Требования безопасности

При выполнении измерений по настоящей методике соблюдают требования безопасности, регламентированные:

- руководством по эксплуатации хроматографа "Милихром А-02";
- правилами работы в химических лабораториях (работа с концентрированными кислотами, хромовой смесью, щелочами, органическими растворителями).

#### 5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-химика, навыки и опыт работы в химической лаборатории, прошедших обучение хроматографическим методам анализа, стажировку на хроматографе "Милихром А-02" и изучивших настоящую методику.

#### 6. Подготовка к выполнению измерений

6.1. Перед выполнением измерений по настоящей методике проводят следующие работы: подготовку (очистку) посуды, приготовление элюента "А" и раствора анализируемой пробы.

#### 6.2. Подготовка посуды

Используемую при анализе посуду тщательно моют хромовой смесью, последовательно ополаскивают водопроводной и дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу при температуре 120-150°C.

- 6.3. Приготовление элюента "А"
- 6.3.1. **Раствор №1** (4,1M водный раствор перхлората лития). В стакан вместимостью 1 дм<sup>3</sup> вносят 330 г  $LiClO_4$ · $3H_2O$ , растворяют в дистиллированной воде при перемешивании и нагревании до 50°C (конечный объем 450 см<sup>3</sup>), количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, охлаждают до комнатной температуры и доводят объем до метки дистиллированной водой. Раствор фильтруют через мембранный фильтр пористостью 0,45 мкм.
- 6.3.2. **Раствор №2** ( $4M \ LiClO_4$  в 0,1M водном растворе  $HClO_4$ ). 2,2 см<sup>3</sup> хлорной кислоты вносят стеклянной пипеткой вместимостью 5 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и доводят до метки раствором №1, приготовленным по п. 6.3.1.
- 6.3.3. **Раствор №3 (элюент "A").**  $10 \text{ см}^3$  раствора №2, приготовленного по п. 6.3.2., вносят стеклянной пипеткой в мерную колбу вместимостью  $200 \text{ см}^3$ , доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Состав полученного раствора:  $0.2M \, LiClO_4$  и  $0.005M \, HClO_4$  в воде.

#### 6.4. Подготовка анализируемых растворов

6.4.1. Готовят раствор исследуемого образца в воде, метаноле или их смеси, в зависимости от растворимости определяемого компонента. Допускается приготовление раствора в разбавленных HCl или NaOH с концентрацией кислоты или щелочи не более 0.01M.

- 6.4.2. Навеску образца, соответствующую массовой концентрации определяемого компонента в растворе 0,2 мг/мл, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки соответствующим растворителем из числа указанных в п. 6.4.1. При необходимости растворение проводят при нагревании. Перед выполнением измерений анализируемый раствор фильтруют через мембранный фильтр пористостью 0,45 мкм для удаления механических примесей.
- 6.4.3. Раствор № 1 используют сразу после приготовления. Растворы №№ 2, 3 и аттестованную смесь "БД-2003" хранят в герметично закрытых стеклянных емкостях при комнатной температуре не более 24 месяцев (раствор № 3 не более 12 месяцев). Допускается хранение раствора № 2 во флаконах из полиэтилена высокого давления с завинчивающейся крышкой ("Wheaton", США). Для анализируемых растворов условия и сроки хранения не нормируются.
  - 6.5. Подготовка хроматографа
  - 6.5.1. Хроматограф готовят к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации.
- 6.5.2. Перед проведением анализа для проверки наличия УФ-поглощающих примесей в элюенте записывают "холостую" хроматограмму (без введения образца) в условиях, указанных в п. 7. Элюент считается пригодным, если высота пиков примесей при любой из 8 длин волн детектирования не превышает 0,02 е.о.п. Такую хроматограмму рекомендуется записывать после проведения 50 анализов, а также после замены элюентов.

#### 7. Выполнение измерений

- 7.1. Измерения выполняют при следующих условиях:
- 7.1.1. Условия окружающей среды:
- температура воздуха: от 18 до 25°C;
- атмосферное давление: 84-107 кПа (630-800 мм.рт.ст.);
- относительная влажность воздуха: от 30 до 80%;
- отсутствие попадания прямого солнечного света на хроматограф.

#### 7.1.2. Режимные параметры хроматографа:

Элюент в насосе "А" хроматографа раствор № 3 Элюент в насосе "Б" хроматографа ацетонитрил Длина волны детектора, λ 210, 220, 230, 240, 250, 260, 280 и 300 нм Расход элюента 100 мкл/мин 40°C Температура термостата колонки Постоянная времени детектора 0.18 cКонфигурация анализа: "вкл." промывка иглы "вкл." промывка инжектора объем буфера "откл." Метод однолучевой Режим нормальный Кювета верхняя Напряжение переменного тока, питающего хроматограф 220±22 B Частота переменного тока 50±1 Гц

#### 7.2. Градуировка хроматографа

7.2.1. Процедура градуировки хроматографа заключается в воспроизведении на нем хроматографических и спектральных параметров компонентов аттестованной смеси "БД-2003" (Таблица 2 Приложения).

В пробирку автосамплера помещают 50 мкл аттестованной смеси "БД-2003"; 4 мкл этой смеси вводят при помощи автосамплера в хроматограф и хроматографируют при градиентном элюировании с параметрами, приведенными в таблице 2. Максимальное давление во время хроматографирования не должно превышать 5,0 МПа. Если давление больше указанного значения, производят замену входного фильтра в колонке.

Пример хроматограммы смеси "БД-2003" приведен в Приложении.

Таблица 2.

Ступень градиента (шаг)	Объем, мкл	Доля элюента "Б",%		
Регенерация	800	5		
0	0	5		
1	4000	100		
2	4300	100		

- 7.2.2. Полученную хроматограмму обрабатывают при помощи программы обработки данных.
- 7.2.3. Программа автоматически рассчитывает расхождения между полученными экспериментальными значениями хроматографических и спектральных параметров  $(X_i)$  и соответствующими параметрами, установленными для аттестованной смеси "БД-2003"  $(X_{i0})$  БД-2003.

Полученные расхождения не должны превышать значение предела воспроизводимости  $(R_i)$ , установленное для каждого параметра смеси "БД-2003" (Таблица 2 Приложения).

#### 7.2.4. Если условие

$$\frac{\left|X_{i_{15/1-2003}} - X_{i_{05/1-2003}}\right| \cdot 200}{X_{i_{15/1-2003}} + X_{i_{05/1-2003}} \le R_{i_{5/1-2003}}$$
 (1)

выполняется для всех параметров, то хроматографическая система считается пригодной для использования данной методики.

Если условие (1) не выполняется, то требуется настройка режимных параметров хроматографа в соответствии с руководством по эксплуатации и настоящей методикой (п. 7.).

- 7.3. Выполнение измерений хроматографических и спектральных параметров анализируемого вещества
- 7.3.1. В пробирку автосамплера помещают 100 мкл анализируемого раствора, подготовленного по п. 6.4., и 4 мкл этого раствора с помощью автосамплера вводят в хроматограф. Измерения выполняют в условиях п. 7. Пробу анализируют дважды, используя две закрытые пробирки для автосамплера.
  - 7.3.2. После проведения серии анализов повторяют анализ смеси "БД-2003". Если для смеси "БД-2003" выполняется условие

$$\frac{\left|X_{i_{1E\mathcal{I}-2003}} - X_{i_{2E\mathcal{I}-2003}}\right| \cdot 200}{X_{i_{1E\mathcal{I}-2003}} + X_{i_{2E\mathcal{I}-2003}}} \le r_{i_{E\mathcal{I}-2003}},$$
(2)

то переходят к обработке результатов измерений хроматографических и спектральных параметров компонентов анализируемых проб.

Если условие (2) не выполняется, то результаты анализов серии исследуемых образцов считаются непригодными для обработки; требуется настройка режимных параметров хроматографа в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа и настоящей методикой (п. 7.).

#### 8. Обработка результатов измерений

8.1. Хроматограммы анализируемой пробы обрабатывают, используя прилагаемую к прибору специализированную программу обработки (п. 2.4.).

Если высота пика определяемого вещества при  $\lambda$ =210 нм находится в диапазоне (0,1-1,0) е.о.п., то перед проведением обработки необходимо убедиться, что на "холостой" хроматограмме (п. 6.5.2.) отсутствует пик примеси с тем же объемом удерживания.

- 8.2. Программа обработки рассчитывает объем удерживания  $V_R$  (мкл), площадь пика  $S_{210}$  (е.о.п.·мкл) и значения т.н. "углов между спектрами"  $\varphi$  (в градусах). Под углами между спектрами понимаются углы в N-мерном нормированном пространстве (N-число значений длин волн детектирования; N=8) между вектором, представляющим спектр анализируемого вещества, и векторами, представляющими спектры веществ в базе данных.
- 8.2.1. Программа обработки автоматически проводит поиск в базе данных "веществ-кандидатов" с объемами удерживания ( $V_{\it БД-2003}$ ), соответствующими найденному ( $V_{\it ан}$ ) в границах погрешности ( $\Delta_{\it V}$ ) установления значения  $V_{\it БД-2003}$ :

$$V_{BII-2003} - \Delta_V \le V_{aH} \le V_{BII-2003} + \Delta_V$$
 , (3)

где  $\Delta_V = \pm 0,01\delta_V \cdot V_{\rm БД-2003}; \pm \delta_V$  - границы относительной погрешности, установленные для значения  $V_{\rm БД-2003}.$ 

8.2.2. Идентификация анализируемого вещества осуществляется автоматически путем сравнения его УФ-спектра и спектров веществ, выбранных из базы данных по п. 8.2.1.

Вещество считается идентифицированным, если выполняется условие

$$\varphi \leq (2,4-0,4),$$

где  $\varphi$  - значение угла между спектром анализируемого вещества и спектром вещества, найденного в базе данных, градус.

Если значение  $\varphi$  находится в интервале (2,4-0,4)  $< \varphi <$  4,0 градусов, то идентификация признается неоднозначной, и оператор принимает решение о возможности присутствия данного компонента в исследуемом образце на основании дополнительных исследований.

Если значение  $\varphi \ge 4.0$  градусов, идентификация признается отрицательной.

8.3. Результаты измерений считают приемлемыми, если для каждого из параметров, перечисленных в п. 8.2., выполняется условие

$$\frac{\left|X_{i_1} - X_{i_2}\right| \cdot 200}{X_{i_1} + X_{i_2}} \le r_i \text{ или } \left|X_{i_1} - X_{i_2}\right| \le r_{a\delta c} \tag{4}$$

Если условие (4) выполняется, то за результат измерений каждого параметра принимают

среднее арифметическое значение результатов двух определений.

Если условие (4) не выполняется, то получают ещё один результат в соответствии с п. 7.3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов трех определений, если выполняется условие

$$\frac{3(X_{max} - X_{min}) \cdot 100}{X_1 + X_2 + X_3} \le CR_{0,95(n)} \ unu \left(X_{max} - X_{min}\right) \le CR_{0,95(n)a\delta c} \ , \tag{5}$$

где  $X_{max}$  и  $X_{min}$  - максимальное и минимальное значение из полученных трех результатов определений;

n - число определений;

 $CR_{0.95(n)}$  - значение критического диапазона для уровня вероятности P=0.95 и n=3;  $CR_{0.95(3)}=1.2\ r_i$  или  $CR_{0.95(3)a\delta c}=1.2\ r_{a\delta c}$ .

8.3.3. Рассчитывают массовую концентрацию ( $C_j$ , мг/мл) анализируемого вещества в пробе по соотношению

$$C_{j} = \frac{S_{210j_{an}}}{S_{a210j_{SU-2003}}} , (6)$$

где  $S_{210j_{an}}$  - значение площади пика j-го компонента, определенное по п. 8.3., е.о.п.:мкл;

 $S_{a210j_{E\!\!/\!\!1-2003}}$  - удельная площадь пика вещества "j" из базы данных "БД-2003",  $\frac{e.o.n.\cdot мкл}{mz/mn}$ .

Программа обработки осуществляет расчет массовой концентрации автоматически.

#### 9. Оформление результатов анализа

Результат измерений оформляют записью в журнале и представляют в виде

$$C\pm0.01\delta\cdot C$$
, (7)

где C - значение массовой концентрации определяемого вещества, мг/мл;

 $\pm \delta$  - границы относительной погрешности измерений массовой концентрации УФ-поглощающего вещества.

# 10. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Периодичность контроля устанавливается планом контроля точности результатов измерений лаборатории.

#### 10.1. Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности стандартного отклонения повторяемости при реализации методики в лаборатории по п.п. 6.2.3., 6.2.4. ГОСТ ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

# Приложение

Метрологические характеристики аттестованной смеси "БД-2003"

Таблица 1. Компонентный состав аттестованной смеси "БД-2003"

Наименование компонента	Массовая концентрация, мг/мл	Границы относительной погрешности, % ( <i>P</i> =0,95)		
Калия бромид	0,2	±1,5		
Уридин	0,2	±1,5		
Кофеин	1,0	±1,3		
мета-Нитроанилин	0,1	±1,8		
орто-Нитроанилин	0,1	±1,8		
Растворитель: смесь				
ацетонитрила с водой с				
объемной долей				
ацетонитрила 2%				

Рис. 1. Хроматограмма аттестованной смеси "БД-2003"

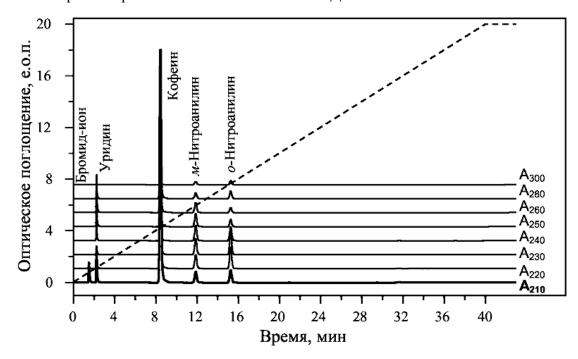


Таблица 2. Аттестованные значения хроматографических и спектральных параметров компонентов смеси "БД-2003"

Вещество	Наименование параметра ${\it X}$	Аттесто- ванное значение параметра	Границы относительной погрешности, $\%$ , $\delta$ ( $P$ =0,95)	Предел повторяе- мости, %, r (n=2; P=0,95)	Предел воспро- изводи- мости, %, <i>R</i> ( <i>m</i> =2; <i>P</i> =0,95)
1. Бромид-ион	Объем удерживания, мкл	150	±6	4	6
2. Уридин	Спектральное отношение $S_{280}/S_{250}$	0,50	±6	2	8
3. Кофеин	Спектральное отношение $S_{260}/S_{280}$	0,76	±5	2	6
4. м-Нитроанилин	Спектральное отношение $S_{260}/S_{230}$	0,60	±4	4	5
	Объем удерживания, мкл	1525	±4	2	4
	Спектральное отношение $S_{220}/S_{210}$	1,69	±3	1	3
	Спектральное отношение $S_{230}/S_{210}$	1,74	±5	1	7
	Спектральное отношение $S_{240}/S_{210}$	1,07	±7	1	9
5. <i>о</i> -Нитроанилин	Спектральное отношение $S_{250}/S_{210}$	0,57	±7	1	8
3. о-тигрошилин	Спектральное отношение $S_{260}/S_{210}$	0,39	±6	1	7
	Спектральное отношение $S_{280}/S_{210}$	0,59	±4	1	5
	Спектральное отношение $S_{300}/S_{210}$	0,31	±7	2	9
	Асимметрия пика $A_{10\%}$	1,0	±20	10	25
	Выходной сигнал $S_{210}$ , е.о.п. мкл	24,8	±4	3	6