

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
"ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ"  
(ФГУП "ВНИИМС")**

**СОГЛАСОВАНО**



**Заместитель директора  
по производственной метрологии  
ФГУП "ВНИИМС"**

  
\_\_\_\_\_ **А.Е. Коломин**

23 08 \_\_\_\_\_ **2021 г.**

**ИНСТРУКЦИЯ**  
**Хроматографы ионные Metrohm модели**  
**883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario**

**Методика поверки**  
**МП 58751-14**  
**с изменением № 2**

г. Москва  
2021 г.

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы ионные Metrohm модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario с кондуктометрическим, электрохимическим и спектрофотометрическим детекторами, изготовленные фирмой "Metrohm AG", Швейцария, и устанавливает методы и средства их первичной поверки после выпуска из производства и после ремонта, и периодической поверки в процессе эксплуатации.

Методика поверки МП 58751-14 "Инструкция. Хроматографы ионные Metrohm модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario. Методика поверки" с изменениями № 1, №2 распространяется, в том числе и на СИ, находящиеся в эксплуатации.

Поверяемые хроматографы ионные Metrohm должны иметь прослеживаемость к ГЭТ 176-2019 «Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с ГОСТ Р 8.735.1-2014 «Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе кулонометрии».

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

Методика поверки МП 58751-14 "Инструкция. Хроматографы ионные Metrohm модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario. Методика поверки" с изменением № 1 распространяется, в том числе, и на СИ, находящиеся в эксплуатации.

Допускается проводить периодическую поверку хроматографов ионных модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario на основании письменного заявления владельца с детектором (-ами), с которым (-и) хроматограф эксплуатируется.

Интервал между поверками - 1 год.

## 2 ПЕРЕЧЕНЬ ОПЕРАЦИЙ ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта инструкции
Внешний осмотр	8.1
Опробование (определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала)	8.2
Определение метрологических характеристик:	8.3
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	8.3.1
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	8.3.2

При наличии нормативной документации на методику выполнения измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009, поверку разрешено проводить в соответствии с НД на МВИ.

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

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

2.3 Проведение поверки по меньшему числу компонентов (определяемых веществ) в соответствии с пунктом 18 Приказа Министерства промышленности и торговли РФ № 2510 от 31.07.2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» не предусмотрено.

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

### 3 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки применяют средства, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер раздела	Наименование основного или вспомогательного средства поверки, номер документа, требования к СИ, основные технические и (или) метрологические характеристики
7,8	ГСО 7820-2000 состава раствора нитрат-ионов, интервал допускаемых аттестованных значений СО от 0,95 до 1,05 г/дм <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ± 1,0 %
7,8	ГСО 7775-2000 состава раствора ионов натрия интервал допускаемых аттестованных значений СО от 0,95 до 1,05 г/дм <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ± 1,0 %
7,8	ГСО 7616-99 состава раствора хлорид-ионов, интервал допускаемых аттестованных значений СО от 0,95 до 1,05 г/дм <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ± 1,0 %
7,8	ГСО 8714-2005 состава раствора фенола в этаноле, интервал допускаемых аттестованных значений СО от 0,95 до 1,05 г/дм <sup>3</sup> , границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения СО ± 1,0 %
7	Вода деионизированная, ГОСТ Р 52501-2005, степень чистоты 1
7,8	Хроматографическая колонка Metrosep A Supp 17, 150×4 мм (допускается использовать аналогичные колонки других типоразмеров, при этом необходимо произвести корректировку скорости потока элюента)
6,7	Прибор комбинированный TESTO мод. 608-N1 (рег. № 53505-13), диап. измерения температуры от 0 до 50 С, абс. погрешн. ± 0,5 °С, диап. изм. отн. влажности от 15 до 85 %, абс. погрешн. ± 3 %
6,7	Барометр-анероид БАММ-1, (рег. № 5738-76) диапазон измерений от 80 до 106 кПа, абс. погрешность ± 200 Па абс. погрешность ± 200 Па

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

3.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью (включая другие эталоны, ГСО).

3.3 Все средства поверки должны быть поверены, ГСО иметь действующие паспорта.

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

### 4 ТРЕБОВАНИЯ ПО ОБЕСПЕЧЕНИЮ БЕЗОПАСНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие требования безопасности:

4.1 Правила безопасности при работе с хроматографом и средствами поверки в соответствии с соответствующими разделами РЭ или инструкциями по применению.

4.2 Правила безопасности, действующие на месте поверки (на территории промышленного объекта (при поверке на месте эксплуатации) или в лаборатории).

4.3 Помещение, в котором проводят поверку, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.4 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

4.5 Следует выполнять требования, изложенные в «Правилах технической эксплуатации электроустановок потребителей (ПТЭ)», «Правилах техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» и «Правилах устройства электроустановок (ПУЭ)», утвержденных в установленном порядке.

4.6 При работе с чистыми газами и газовыми смесями в баллонах под давлением соблюдают действующие Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

## **5 ТРЕБОВАНИЯ К СПЕЦИАЛИСТАМ, ОСУЩЕСТВЛЯЮЩИМ ПОВЕРКУ**

К проведению поверки допускаются поверители средств измерений в соответствии с областью аккредитации организации, аккредитованной в национальной системе аккредитации на проведение поверки средств измерений согласно законодательству Российской Федерации об аккредитации, прошедшие инструктаж по технике безопасности и ознакомленные с эксплуатационными документами.

## **6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ**

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды, °С (20 ± 5);
- атмосферное давление, кПа от 84 до 107;
- относительная влажность воздуха, % от 30 до 80.

## **7 ВНЕШНИЙ ОСМОТР**

7.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- отсутствие внешних повреждений на хроматографе, влияющих на его работоспособность;
- исправность органов управления, четкость надписей на лицевой панели;
- все сегменты индикации на дисплее должны полностью отображаться при включении хроматографа;
- соответствие комплектности хроматографа требованиям технической документации фирмы-изготовителя;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

7.2 Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует перечисленным выше требованиям.

## **8 ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ И ОПРОБОВАНИЕ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ**

8.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы.

8.1.1 Поверяемый хроматограф подготавливают к работе в соответствии с руководством по его эксплуатации.

8.1.2 Эталоны, средства измерений и вспомогательные средства, применяемые при поверке, подготавливают в соответствии с их РЭ или инструкциями по их применению.

8.1.3 Проверяют наличие сведений о поверке и паспортов на средства поверки.

8.1.4 Перед началом поверки включают приточно-вытяжную вентиляцию и выполняют другие требуемые операции по обеспечению безопасного проведения работ.

8.1.5 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы, назначение и содержание компонентов в которых приведены в таблице 3.

8.1.6 Готовят контрольные растворы (методика приготовления контрольных растворов приведена в приложении 1).

8.2 Перед проведением периодической поверки выполняют регламентные работы, предусмотренные РЭ на хроматограф.

Таблица 3

Наименование характеристики	Детектор			
	Кондуктомет- рический (определение анионов)	Кондуктомет- рический (определение катионов)	Электрохими- ческий	Спектрофото- метрический
Контрольный раствор	хлорид-ионов	ионов натрия	фенола	нитрат-ионов
Массовая концентрация компонента, мг/дм <sup>3</sup>	5	5	5	10
Объем пробы, мкл	20	20	20	20
Элюент*	3,2 мМ Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + 1 мМ NaHCO <sub>3</sub>	2,0 мМ HNO <sub>3</sub>	20 мМ KNO <sub>3</sub> + 0,5 мМ H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> в 50 % растворе метанола	3,2 мМ Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + 1 мМ NaHCO <sub>3</sub>
Скорость потока, см <sup>3</sup> /мин	0,7	0,9	0,8	0,7
Длина волны	-	-	-	Длина волны 254 нм

Примечание.

\* Допускается применение других элюентов указанных в паспорте на аналитическую колонку. Для записи уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала допускается в качестве элюента использование деионизованной воды.

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

### 8.2 Опробование

8.2.1 При опробовании выполняют проверку общего функционирования хроматографа согласно руководству по эксплуатации. Результаты опробования считают положительными, если на индикаторе отображаются результаты измерений и отсутствуют сообщения о неисправностях.

8.2.2 Проводят определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.

Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на режим через час после включения хроматографа при условиях, указанных в п.б, в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

После выхода хроматографа на режим записывают в течение 30 минут – часа нулевой сигнал каждого детектора на наиболее чувствительной шкале.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ( $\Delta x$ ) 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 1 часа.

Значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не должны превышать указанных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристики	Детектор			
	кондуктомет- рический (определение катионов)	кондуктомет- рический (определение анионов)	электрохими- ческий	спектрофото- метрический
Уровень флуктуационных шумов, не более	$5 \cdot 10^{-9}$ См/см	$1 \cdot 10^{-9}$ См/см	$5 \cdot 10^{-12}$ А	$5 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.
Дрейф нулевого сигнала, не более	$5 \cdot 10^{-7}$ См/(см·ч)	$1 \cdot 10^{-7}$ См/(см·ч)	$5 \cdot 10^{-12}$ А/час	$5 \cdot 10^{-3}$ е.о.п.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 9 ПРОВЕРКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

Проверку идентификационных данных выполняют при включении прибора, проверяя соответствие версии ПО, указанной в описании типа, версии ПО хроматографа.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение		
	модель 883 Basic IC plus	модель 930 Compact IC Flex	модель 940 Professional IC Vario
Идентификационное наименование ПО	Basic IC	Compact IC Flex	Professional IC Vario
Номер версии ПО (идентификационный номер)	не ниже 5.850.0101	не ниже 5.940.0100	не ниже 5.940.0100

## 10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать п.6.

Контрольную смесь (таблица 2) вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходного сигнала (времени удерживания и площади пика), вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала ( $\bar{X}$ ).

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

Условия измерений аналогичны описанным в п.6. Проводят операции, по п.10.1. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.10.1.

## 11 ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СООТВЕТСТВИЯ СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИМ ТРЕБОВАНИЯМ

11.1 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

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

где  $X_i$  –  $i$ -ое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

11.2 Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать норм, приведенных в таблице 4.

11.3 Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

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

где  $\bar{X}_i$  – среднее арифметическое значение выходного сигнала через 8 часов непрерывной работы.

11.4 Полученные значения относительного изменения выходного сигнала не должны превышать значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Наименование характеристики	Детектор		
	кондуктомет- рический	электрохими- ческий	спектрофо- тометриче- ский
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, %, не более:			
- по времени удерживания	0,5	1,0	1,0
- по площади пиков	2,0	3,0	2,0
Относительное изменение выходного сигнала хроматографа за 8 часов непрерывной работы (по площади пиков), %, не более	±4,0	±6,0	±4,0

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

12.1 Результаты поверки хроматографов ионных Metrohm модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario заносят в протокол произвольной формы.

12.2 Если хроматограф удовлетворяет требованиям настоящей методики поверки, его признают годным к применению, вносят сведения о результатах их поверки в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, выдают свидетельство о поверке в соответствии с «Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке», утвержденным Приказом Минпромторга РФ № 2510 от 31.07.2020 г.

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

12.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к эксплуатации не допускаются. Хроматографы изымают из обращения и выдают извещение о его непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требованиями к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утвержденным приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 31 июля 2020 г. № 2510).

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"



С.В. Вихрова

Ведущий инженер ФГУП "ВНИИМС"



Л.Е. Якутенко



## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления аттестованных водных растворов нитрат-ионов, хлорид-ионов, ионов натрия, фенола в диапазоне массовой концентрации (5 – 10) мг/дм<sup>3</sup>.

### 1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 ГСО 7793-2000 состава раствора нитрат-ионов
- 1.2 ГСО 7775-2000 состава раствора ионов натрия
- 1.3 ГСО 7813-2000 состава раствора хлорид-ионов
- 1.4 ГСО 7270-96 состава раствора фенола в этаноле
- 1.5 Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-200-2, ГОСТ 1770-74.
- 1.6 Пипетки градуированные 1-1-2-1, ГОСТ 29227-91.
- 1.7 Вода деионизированная, ГОСТ Р 52501-2005 «Вода для лабораторного анализа», степень чистоты 1.

*(Измененная редакция, Изм. № 2).*

### 2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

- 2.1 Приготовление раствора нитрат-ионов с массовой концентрацией 10 мг/дм<sup>3</sup>  
1 см<sup>3</sup> раствора ГСО с массовой концентрацией нитрат-ионов 1 мг/см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой.
- 2.2 Приготовление раствора хлорид-ионов с массовой концентрацией 5 мг/дм<sup>3</sup>  
0,1 см<sup>3</sup> раствора с массовой концентрацией хлорид-ионов 1 мг/см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой.
- 2.3 Приготовление раствора ионов натрия с массовой концентрацией 5 мг/дм<sup>3</sup>  
1 см<sup>3</sup> раствора с массовой концентрацией ионов натрия 1 мг/см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой.
- 2.4 Приготовление раствора фенола с массовой концентрацией 5 мг/дм<sup>3</sup>  
1 см<sup>3</sup> раствора с массовой концентрацией фенола 1 мг/см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом или метанолом.