

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



К.В. Гоголинский

ТОРА

25 июля 2017 г.

ДОВЕРЕННОСТЬ № 14
от 25 января 2017 г.

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализаторы хроматографические IATROSCAN MK-6s

Методика поверки
МП-242-2151 -2017

Зам.руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


А.В. Колобова

Ст.научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


М.А. Мешалкин

С. Петербург
2017 г.

Настоящая методика распространяется на анализаторы хроматографические IATROSCAN MK-6s (далее – анализатор), изготавливаемые фирмой «SES GmbH (Ltd) Analysesysteme», Германия и устанавливает методы и средства их первичной поверки (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической (в процессе эксплуатации) поверок. Интервал между поверками – 1 год.

1. Операции поверки

Таблица 1- Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Обязательность проведения	
			в эксплуатации	после ремонта
1.	Внешний осмотр. Проверка комплектности.	6.1	да	да
2.	Опробование.	6.2	да	да
3.	Подтверждение соответствия ПО.	6.3	да	да
4.	Определение метрологических характеристик.	6.4	да	да

При отрицательных результатах поверки по какому-либо пункту настоящей методики дальнейшая поверка анализатора прекращается, и он признается не прошедшим поверку.

2. Средства поверки

1. Стандартный образец состава гексадекана ГСО 7289-96.
2. Термогигрометр утвержденного типа (диапазон измерений отн. влажности от 10 до 100 %; абсл. погрешность не более 3,0 %; диапазон измерений температуры от +10 до +40 °С; абсл. погрешность не более 0,5 °С).
3. Барометр-анероид М-110 или аналогичный.

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

Средства измерений должны иметь действующие свидетельства о поверке, а стандартные образцы – действующие паспорта установленного образца.

3. Условия поверки

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С от 15 до 30;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106;
- относительная влажность воздуха, % до 80;
- напряжение питания переменного тока, В 220±10%;
- частота переменного тока, Гц 50/60

3.2. Перед проведением поверки прибор следует подготовить в соответствии с требованиями производителя, описанными в руководстве по эксплуатации.

4. Требования безопасности

Требования безопасности должны соответствовать рекомендациям, изложенным в Руководстве по эксплуатации.

5. Подготовка к поверке и требования к квалификации поверителей

Поверка детектора проводится по стандартному образцу гексадекана.

К проведению измерений по поверке допускаются лица, изучившие методику поверки анализатора и имеющие удостоверение поверителя.

Для получения данных, необходимых для поверки, допускается участие операторов, обслуживающих анализатор (под контролем поверителя).

6. Проведение поверки

6.1. Внешний осмотр.

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- наличие Руководства по эксплуатации анализатора;
- отсутствие механических повреждений корпуса, влияющих на работу анализатора

6.2. Опробование.

Перед опробованием анализатора необходимо проделать следующие операции:

- включить питание прибора;
- осуществить прогрев прибора в соответствии с техническим описанием на прибор;
- проверить отсутствие течей подвижной фазы в местах соединений.

6.3. Подтверждение соответствия программного обеспечения.

Идентификация ПО встроенного модуля определяется включением экрана прибора и возможностью управления параметрами анализатора.

Определение номера версии (идентификационного номера) программного обеспечения i-ChromStar, установленного на ПК: в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Помощь» (Help), в открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «О программе» (About), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное название ПО и номер версии. Копия экрана (пример) приведена на рисунке 1.

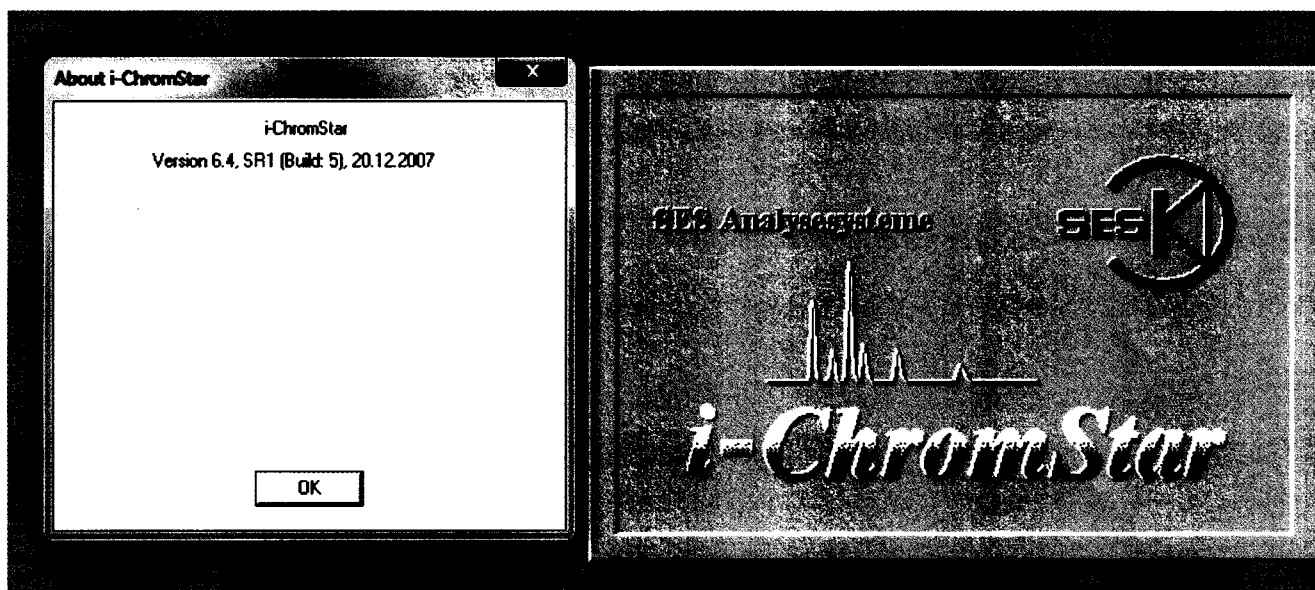


Рисунок1- Окно с идентификационными данными ПО i-ChromStar

Анализатор считается выдержавшим поверку по п.6.3, если номер версии модуля ПО i-ChromStar не ниже версии 6.4.

6.4. Определение метрологических характеристик.

6.4.1. Установить параметры анализатора, указанные в табл. 2.

Таблица 2 - Параметры анализатора

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, мВ, не более	0,2
Предел детектирования гексадекана, г/мл, не более	$2 \cdot 10^{-10}$
Относительное СКО выходного сигнала (площади пика), %, не более:	10
Относительное изменение выходного сигнала (площади пика) за 4 часа непрерывной работы, %, не более	15

6.4.2. Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов.

6.4.2.1 Уровень флуктуационных шумов определяют через 2 ч после задания соответствующего режима.

6.4.2.2. Производят запись шумов в течение интервала времени не менее 1 мин (снимают хроматограмму с стеклянным стержнем Chromasorb). Значения уровней флукуационных шумов нулевых сигналов детектора в мВ определяются в программе «i-ChromStar» по полученной хроматограмме, где уровень флукуационных шумов - максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 4 с, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора, при этом колебания, имеющие характер одиночных импульсов длительностью не более 1 с, не учитываются.

6.4.2.3. Уровень флукуационных шумов нулевого сигнала должен быть не более - 0,2 мВ

6.4.3. Определение предела детектирования детекторов

6.4.3.1. Для определения предела детектирования наносят 1 мкл гексадекана на центр стеклянного стержня Chromasorb.

Ввод контрольных растворов выполняют, сохраняя темп ввода и т.д. Проверку предела детектирования допускается совмещать с определением предела допускаемого значения относительного СКО.

6.3.3.2. После записи хроматограммы, рассчитывают предел детектирования по формуле (1):

$$C_{\min} = \frac{2 \times \Delta_x \times G}{S} \quad (1)$$

Где: C_{\min} – предел детектирования, г/мл

Δ_x - уровень флукуационных шумов, мВ, шум берется из рабочей хроматограммы на ровной части базовой линии

G – масса контрольного вещества, г.

S – площадь под пиком, мВ (среднее значение по пяти измерениям).

6.4.3.3. Предел детектирования детектора должны быть не более: $2 \cdot 10^{-10}$ г/мл

6.4.4. Определение относительное СКО выходного сигнала анализатора и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы

6.4.4.1. В анализатор вводят пробу 5 раз. Программой определяются значения площади пиков (S_i), находятся их средние арифметические значения (S).

6.4.4.2. Значения относительного СКО, % определяются по формуле (2).

$$S_s = \frac{100}{S} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}} \quad (2),$$

Где: S_i – результат i -го измерения выходного;

S - среднее значение параметров выходного;

n – число наблюдений

6.4.4.3. Относительное СКО не должно превышать - 10 %

6.4.4.4. Через 4 часа непрерывной работы анализатора проводят повторную серию из пяти измерений.

6.4.4.5. Относительное изменение выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы, выраженное в процентах, вычисляют по формуле (3):

$$\frac{S_t - S}{S} \times 100 \quad \% \quad (3),$$

где: S - среднее значение параметров выходного сигнала (площади пиков) первой серии;

S_t - среднее значение параметров выходного сигнала (площади пиков) во второй серии.

Анализатор считается выдержавшим поверку по п. 6.4, если значения относительного изменения находятся в пределах 15 %.

7.Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, регистрируются в форме протокола согласно приложению А. Обратная сторона свидетельства не заполняется.

7.2. Анализатор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годными и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

7.3. Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на них выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель анализатора и (или) на свидетельство о поверке.

Протокол поверки

Анализатор хроматографический IATROSCAN MK-6s

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

Документ, по которому проведена поверка _____

Средства поверки _____

Результаты внешнего осмотра и опробования _____

Результаты проверки соответствия ПО _____

Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Допускаемое значение уровня флуктуационных шумов, не более	Результат определения уровня флуктуационных шумов

Определение предела детектирования

Допускаемое значение предела детектирования, не более	Результат определения предела детектирования

Исходные данные для расчета предела детектирования:

Значение шума (размах шумовой полосы): _____

Среднее значение площади пика (S): _____

Масса контрольного вещества (G) _____

Определение относительного СКО выходного сигнала (S_r) и относительного изменения выходного сигнала за 4 часа непрерывной работы.

Серия измерений №1

№ измерения	Площадь пика (S)
1.	
2.	
3.	
4.	
5.	

Серия измерений №2

№ измерения	Площадь пика (S)
1.	
2.	
3.	
4.	
5.	

Результаты определения относительного СКО выходного сигнала (по площади пика)

Допускаемое значение, %, не более	Результат определения значения, %

Результаты определения относительного изменения выходного сигнала по площади пика

Допускаемое значение, %, не более	Результат определения значения, %

Поверитель: _____ (ФИО) _____ подпись _____ дата _____,