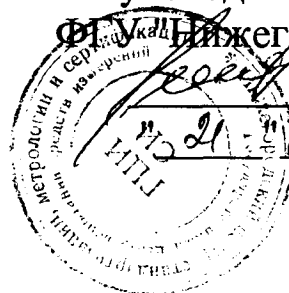


Приложение А 5Е2.833.106 РЭ С. 7
(обязательное)

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ
Федерального центра "Нижнегородский ЦСМ"
И.И.Решетник



2010г

МИКРОШПРИЦЫ

серии МШ-10

Методика поверки

5Е2.833.106 МП

012
02
М.В.И.И.

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на микрошприцы серии МШ-10 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Микрошприцы серии МШ-10 являются средством измерения дозируемого объема и предназначены для ввода жидких проб в дозатор хроматографа.

Межповерочный интервал - один год.

А.1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

А.1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице А.1.

Таблица А.1 - Перечень операций при поверке хроматографа

Наименование операции	Номер пункта поверки	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	А. 3.1	да	да
2 Опробование	А. 3.2	да	да
Герметичность микрошприца	А. 3.2.1	да	да
3 Определение метрологических характеристик:	А. 3.3		
3.1 основной приведенной погрешности (γ)	А. 3.3.1	да ²⁾	да
3.2 относительное СКО случайной составляющей погрешности (S)	А. 3.3.2	да ¹⁾	да

¹⁾ – для микрошприцев, подвергаемых периодическим испытаниям

²⁾ – для 10% количества ежемесячно выпускаемых микрошприцев.

А.1.2 При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

- весы типа ВЛР-20 2 класс ГОСТ 24104-2001;
- манометр образцовый класса 0.4 ТУ 25-05-1664-74;
- секундомер класса 2 ТУ 6-25-1819.003-90.

При проведении поверки должны быть применены следующие вспомогательные средства:

- вода дистиллированная ГОСТ 6709-72;
- фильтровальная бумага ГОСТ 12026-76 ;
- азот технический ГОСТ 9293-74;
- спирт этиловый «Ч» ГОСТ 18300-87;
- термометр лабораторный ТЛ4 25-2021.003-88.

Примечание:

1) Указанные средства поверки должны быть поверены в соответствие с ГОСТ 8.002-86.

2) Допускается применение других средств поверки, метрологические характеристики которых не хуже указанных в п.А.1.2.

А.2. Условия проведения поверки и подготовка к ней

А.2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия по ГОСТ 26703:

- температура окружающей среды - $(20 \pm 5)^\circ \text{C}$;
- относительная влажность - от 30 до 80%;
- атмосферное давление - от 84 до 106 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.), изменяющееся в процессе поверки не более чем на ± 5 кПа ($\pm 37,5$ мм рт.ст.);

А.3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

А.3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности микрошприцев паспортным данным;
- четкость маркировки, исправность крепежа.

А.3.2 Опробование

А.3.2.1 Операция опробования предусматривает проверку микрошприцев на герметичность. Для этого смочить баллон микрошприца дистиллированной водой. Отобрать максимальный объем пробы. Ввести конец иглы в линию азота с давлением $(0,3 \pm 0,01)$ МПа [$(3,0 \pm 0,1)$ кгс/см²]. Не допускается появление пузырьков газа в стеклянном баллоне микрошприца в течение 15 секунд. В случае появления пузырьков газа подтянуть гайки.

А.3.3. Определение метрологических характеристик.

А.3.3.1 Определение основной приведенной погрешности проводится методом взвешивания дистиллированной воды на весах ВЛР-20. Весы, микрошприцы, дистиллированная вода должны принять температуру окружающей среды.

В качестве тары для взвешивания используются микропробирки длиной не более 30 мм и внутренним диаметром не более 2 мм, наполненные на две трети кусочком фильтровальной бумаги, свернутым в трубочку. Масса тары не должна превышать 2 г. Затем на левую чашку весов помещают тару и взвешивают ее. Во взвешенную тару вводят максимальный объем пробы и снова взвешивают ее. Произвести три взвешивания, используя каждый раз сухую тару.

Значение максимального дозируемого объема (V_i , мкл) вычислить по формуле (1):

$$V_i = \frac{P_i}{qt}, \quad (1)$$

где P_i - результат i -го взвешивания пробы, мг;

qt - удельный вес воды, приведенный к температуре взвешивания, мг/мкл.

(«Справочник химика», том 1. Изд. второе. Ленинград-Москва. 1963. стр.545).

Значение основной приведенной погрешности (γ_i , %) вычислить по формуле (2):

$$\gamma_i = \frac{V_i - V_{\text{ном}}}{V_{\text{ном}}} 100, \quad (2)$$

где $V_{\text{ном}}$ - номинальное значение максимального объема пробы, мкл.

За основную приведенную погрешность принимают максимальное из полученных значений γ_i

$$\gamma = \gamma_{i \max}$$

Полученный результат не должен превышать $\pm 5\%$.

В случае, если взвешивание воды не позволяет достичь необходимых результатов, воду можно заменить на декан «Ч» ТУ 6-09-3617-87.

А.3.3.2 Относительное СКО случайной составляющей погрешности дозирования определяется методом взвешивания (при условиях п.А.3.3.1) объема 5 мкл.

Проводится последовательно 10 взвешиваний.

Допускается не учитывать измерения, при которых допущены явные ошибки (деформация деталей микрошприца, неправильный отбор пробы). При этом проводятся дополнительные измерения до общего количества 10 нормальных измерений.

При количестве ошибок более трех серия из 10 измерений повторяется полностью.

СКО (S , %) результатов взвешиваний вычислить по формуле (3):

$$S = \frac{100}{\bar{P}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (P_i - \bar{P})^2}{9}}, \quad (3)$$

где \bar{P} – среднее арифметическое значение результатов взвешиваний, мг;

P_i - результат взвешивания i -ой массы пробы, мг.

Полученное значение не должно превышать 1%.

А.4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

А.4.1. Результаты поверки заносят в протокол по форме приложения Б настоящей МП.

А.4.2. Положительные результаты первичной и периодической поверки оформляют записью в паспорте и выдачей свидетельства о поверке на поверяемую партию.

А.4.3. При отрицательных результатах поверки микрошприцев выдают извещение о непригодности с указанием причин.

873 02 11.05.12

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

ПРОТОКОЛ № _____

первичной (периодической) поверки, микрошприцев, принадлежащих _____,
согласно методики поверки, приведенной в приложении А к 5E2.833.106 РЭ.
Тип микрошприца _____, порядковые номера _____
Изготовитель ООО "Цвет", г.Дзержинск,
Год изготовления _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха °С;
Атмосферное давление кПа;
Относительная влажность %;
Средства поверки:

1. Внешний осмотр
2. Опробывание
3. Определение метрологических характеристик:
Определение основной приведенной погрешности (γ)

№ микрошприца	Масса 10 мкл воды (P_i , мг)	Среднее значение массы 10 мкл воды (\bar{P} , мг)	Предел допускаемой основной приведенной погрешности (γ , %)	Определенное значение основной приведенной погрешности (γ_i , %)

Заключение:

По результатам поверки выдано свидетельство о поверке или извещение о непригодности

№ _____ от _____ 20 ____ г.

Поверитель _____
личная подпись

инициалы, фамилия

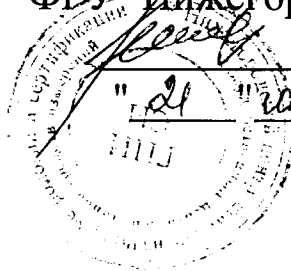
_____ 20 ____ г.

845 91-11/05.12

Приложение А 5Е2.833.104 РЭ С. 7
(обязательное)

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ
ФГУ "Нижегородский ЦСМ"
И.И. Решетник
"24" август 2010г



МИКРОШПРИЦЫ

серии МШ-50

Методика поверки

5Е2.833.104 МП

871 02 И.И. Решетник

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на микрошприцы серии МШ-50 и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Микрошприцы серии МШ-50 являются средством измерения дозируемого объема и предназначены для ввода жидких проб в дозатор хроматографа.

Межповерочный интервал- один год.

А.1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

А.1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице А.1.

Таблица А.1 - Перечень операций при поверке хроматографа

Наименование операции	Номер пункта поверки	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	А. 3.1	да	да
2 Опробование	А. 3.2	да	да
Герметичность микрошприца	А. 3.2.1	да	да
3 Определение метрологических характеристик:	А. 3.3		
3.1 основной приведенной погрешности (γ)	А. 3.3.1	да ²⁾	да
3.2 относительное СКО случайной составляющей погрешности (S)	А. 3.3.2	да ¹⁾	да

1) – для микрошприцев, подвергаемых периодическим испытаниям

2) – для 10% количества ежемесячно выпускаемых микрошприцев.

А.1.2 При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

- весы типа ВЛР-20 2 класс ГОСТ 24104-2001;
- манометр образцовый класса 0.4 ТУ 25-05-1664-74;
- секундомер класса 2 ТУ 6-25-1819.003-90.

При проведении поверки должны быть применены следующие вспомогательные средства:

- вода дистиллированная ГОСТ 6709-72;
- фильтровальная бумага ГОСТ 12026-76 ;
- азот технический ГОСТ 9293-74;
- спирт этиловый «Ч» ГОСТ 18300-87;
- термометр лабораторный ТЛ4 25-2021.003-88.

Примечание:

1) Указанные средства поверки должны быть поверены в соответствии с ГОСТ 8.002-86.

2) Допускается применение других средств поверки, метрологические характеристики которых не хуже указанных в п.А.1.2.

871 да 11.03.11

А.2. Условия проведения поверки и подготовка к ней

А.2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия по ГОСТ 26703:

температура окружающей среды - $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;

относительная влажность - от 30 до 80%;

атмосферное давление - от 84 до 106 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.), изменяющееся в процессе поверки не более чем на ± 5 кПа ($\pm 37,5$ мм рт.ст.);

А.3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

А.3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности микрошприцев паспортным данным;
- четкость маркировки, исправность крепежа.

А.3.2 Опробование

А.3.2.1 Операция опробования предусматривает проверку микрошприцев на герметичность. Для этого смочить баллон микрошприца дистиллированной водой. Отобрать максимальный объем пробы. Ввести конец иглы в линию азота с давлением $(0,3 \pm 0,01)$ МПа [$(3,0 \pm 0,1)$ кгс/см²]. Не допускается появление пузырьков газа в стеклянном баллоне микрошприца в течение 15 секунд. В случае появления пузырьков газа подтянуть гайки.

А.3.3. Определение метрологических характеристик.

А.3.3.1 Определение основной приведенной погрешности проводится методом взвешивания дистиллированной воды на весах ВЛР-20. Весы, микрошприцы, дистиллированная вода должны принять температуру окружающей среды.

В качестве тары для взвешивания используются микропробирки длиной не более 30 мм и внутренним диаметром не более 2 мм, наполненные на две трети кусочком фильтровальной бумаги, свернутым в трубочку. Масса тары не должна превышать 2 г. Затем на левую чашку весов помещают тару и взвешивают ее. Во взвешенную тару вводят максимальный объем пробы и снова взвешивают ее. Произвести три взвешивания, используя каждый раз сухую тару.

Значение максимального дозируемого объема (V_i , мкл) вычислить по формуле (1):

$$V_i = \frac{P_i}{qt}, \quad (1)$$

где P_i - результат i -го взвешивания пробы, мг

qt - удельный вес воды, приведенный к температуре взвешивания, мг/мкл.

(«Справочник химика», том 1. Изд. второе. Ленинград-Москва. 1963: стр.545).

Значение основной приведенной погрешности (γ_i , %) вычислить по формуле (2):

$$\gamma_i = \frac{V_i - V_{ном}}{V_{ном}} 100, \quad (2)$$

где $V_{ном}$ - номинальное значение максимального объема пробы, мкл.

С.10 5Е2.833.104 РЭ

За основную приведенную погрешность принимают максимальное из полученных значений γ_i

$$\gamma = \gamma_{i \max}$$

Полученный результат не должен превышать $\pm 5\%$.

В случае, если взвешивание воды не позволяет достичь необходимых результатов, воду можно заменить на декан «Ч» ТУ 6-09-3617-87.

А.3.3.2 Относительное СКО случайной составляющей погрешности дозирования определяется методом взвешивания (при условиях п.А.3.3.1) объема 25 мкл.

Проводится последовательно 10 взвешиваний.

Допускается не учитывать измерения, при которых допущены явные ошибки (деформация деталей микрошприца, неправильный отбор пробы). При этом проводятся дополнительные измерения до общего количества 10 нормальных измерений.

При количестве ошибок более трех серия из 10 измерений повторяется полностью.

СКО (S , %) результатов взвешиваний вычислить по формуле (3):

$$S = \frac{100}{\bar{P}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (P_i - \bar{P})^2}{9}}, \quad (3)$$

где \bar{P} – среднее арифметическое значение результатов взвешиваний, мг;
 P_i – результат взвешивания i -ой массы пробы, мг.

Полученное значение не должно превышать 1%.

А.4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

А.4.1. Результаты поверки заносят в протокол по форме приложения Б настоящей МП.

А.4.2. Положительные результаты первичной и периодической поверки оформляют записью в паспорте и выдачей свидетельства о поверке на поверяемую партию.

А.4.3. При отрицательных результатах поверки микрошприцев выдают извещение о непригодности с указанием причин.

871 А 11.03.12

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

ПРОТОКОЛ № _____

первичной (периодической) поверки, микрошприцев, принадлежащих _____,
согласно методики поверки, приведенной в приложении А к 5Е2.833.104 РЭ.
Тип микрошприца _____, порядковые номера _____
Изготовитель ООО "Цвет", г.Дзержинск,
Год изготовления _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха °С;

Атмосферное давление кПа;

Относительная влажность %;

Средства поверки:

1. Внешний осмотр
2. Опробывание
3. Определение метрологических характеристик:
Определение основной приведенной погрешности (γ)

№ микрошприца	Масса 50 мкл воды (P_i , мг)	Среднее значение массы 50 мкл воды (\bar{P} , мг)	Предел допускаемой основной приведенной погрешности (γ , %)	Определенное значение основной приведенной погрешности (γ_i , %)

Заключение:

По результатам поверки выдано свидетельство о поверке или извещение о непригодности

№ _____ от _____ 20__ г.

Поверитель _____
личная подпись

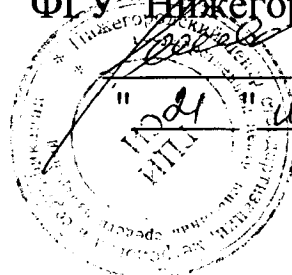
инициалы, фамилия

_____ 20__ г.

Приложение А
(обязательное)

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ
ФГУ "Нижегородский ЦСМ"
И.И.Решетник



ИИ 2010г

МИКРОШПРИЦЫ

серии МШ-1М

Методика поверки

5Е2.833.105 МП

876 от 11.03.12

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на микрошприцы серии МШ-1М и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Микрошприцы серии МШ-1М являются средством измерения дозируемого объема и предназначены для ввода жидких проб в дозатор хроматографа.

Межповерочный интервал- один год.

А.1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

А.1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице А.1.

Таблица А.1 - Перечень операций при поверке хроматографа

Наименование операции	Номер пункта поверки	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	А. 3.1	да	да
2 Опробование	А. 3.2	да	да
Герметичность микрошприца	А. 3.2.1	да	да
3 Определение метрологических характеристик:	А. 3.3		
3.1 основной приведенной погрешности (γ)	А. 3.3.1	да ²⁾	да
3.2 относительное СКО случайной составляющей погрешности (S)	А. 3.3.2	да ¹⁾	да

¹⁾ – для микрошприцев, подвергаемых периодическим испытаниям

²⁾ – для 10% количества ежемесячно выпускаемых микрошприцев.

А.1.2 При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

- весы типа ВЛР-20 2 класс ГОСТ 24104-2001;
- манометр образцовый класса 0.4 ТУ 25-05-1664-74;
- секундомер класса 2 ТУ 6-25-1819.003-90.

При проведении поверки должны быть применены следующие вспомогательные средства:

- вода дистиллированная ГОСТ 6709-72;
- фильтровальная бумага ГОСТ 12026-76 ;
- азот технический ГОСТ 9293-74;
- спирт этиловый «Ч» ГОСТ 18300-87;
- термометр лабораторный ТЛ4 25-2021.003-88.

Примечание:

1) Указанные средства поверки должны быть поверены в соответствие с ГОСТ 8.002-86.

2) Допускается применение других средств поверки, метрологические характеристики которых не хуже указанных в п.А.1.2.

А.2. Условия проведения поверки и подготовка к ней

А.2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия по ГОСТ 26703:

температура окружающей среды - $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;

относительная влажность - от 30 до 80%;

атмосферное давление - от 84 до 106 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.), изменяющееся в процессе поверки не более чем на ± 5 кПа ($\pm 37,5$ мм рт.ст.);

А.3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

А.3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- соответствие комплектности микрошприцев паспортным данным;
- четкость маркировки, исправность крепежа.

А.3.2 Опробование

А.3.2.1 Операция опробывания предусматривает проверку микрошприцев на герметичность. Для этого смочить баллон микрошприца дистиллированной водой. Отобрать максимальный объем пробы. Ввести конец иглы в линию азота с давлением $(0,3 \pm 0,01)$ МПа [$(3,0 \pm 0,1)$ кгс/см²]. Не допускается появление пузырьков газа в стеклянном баллоне микрошприца в течение 15 секунд. В случае появления пузырьков газа подтянуть гайки.

А.3.3. Определение метрологических характеристик.

А.3.3.1 Определение основной приведенной погрешности проводится методом взвешивания дистиллированной воды на весах ВЛР-20. Весы, микрошприцы, дистиллированная вода должны принять температуру окружающей среды.

В качестве тары для взвешивания используются микропробирки длиной не более 30 мм и внутренним диаметром не более 2 мм, наполненные на две трети кусочком фильтровальной бумаги, свернутым в трубочку. Масса тары не должна превышать 2 г. Затем на левую чашку весов помещают тару и взвешивают ее. Во взвешенную тару вводят максимальный объем пробы и снова взвешивают ее. Произвести три взвешивания, используя каждый раз сухую тару.

Значение максимального дозируемого объема (V_i , мкл) вычислить по формуле (1):

$$V_i = \frac{P_i}{qt}, \quad (1)$$

где P_i - результат i -го взвешивания пробы, мг;

qt - удельный вес воды, приведенный к температуре взвешивания, мг/мкл.

(«Справочник химика», том 1. Изд.второе. Ленинград-Москва. 1963. стр.545).

Значение основной приведенной погрешности (γ_i , %) вычислить по формуле (2):

$$\gamma_i = \frac{V_i - V_{ном}}{V_{ном}} \cdot 100, \quad (2)$$

где $V_{ном}$ - номинальное значение максимального объема пробы, мкл.

876 № 11.03.112

За основную приведенную погрешность (γ , %) принимают максимальное из полученных значений γ_i или значение неисключенной систематической составляющей погрешности взвешивания ($\theta_2 = 3,2\%$), если $\gamma_{i\max} \leq 3,2$

$$\begin{aligned}\gamma &= \gamma_{i\max} \\ \gamma &= 3,2\%\end{aligned}$$

Полученный результат не должен превышать $\pm 6\%$.

В случае, если взвешивание воды не позволяет достичь необходимых результатов, воду можно заменить на декан «Ч» ТУ 6-09-3617-87.

А.3.3.2 Относительное СКО случайной составляющей погрешности дозирования определяется методом взвешивания (при условиях п.А.3.3.1) объема 0,5 мкл.

Проводится последовательно 10 взвешиваний.

Допускается не учитывать измерения, при которых допущены явные ошибки (деформация деталей микрошприца, неправильный отбор пробы). При этом проводятся дополнительные измерения до общего количества 10 нормальных измерений.

При количестве ошибок более трех серия из 10 измерений повторяется полностью.

СКО (S , %) результатов взвешиваний вычислить по формуле (3):

$$S = \frac{100}{p} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} (P_i - \bar{P})^2}{9}}, \quad (3)$$

где \bar{P} – среднее арифметическое значение результатов взвешиваний, мг;

P_i - результат взвешивания i -ой массы пробы, мг.

Полученное значение не должно превышать 2%.

А.4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

А.4.1. Результаты поверки заносят в протокол по форме приложения Б настоящей МП.

А.4.2. Положительные результаты первичной и периодической поверки оформляют записью в паспорте и выдачей свидетельства о поверке наверяемую партию.

А.4.3. При отрицательных результатах поверки микрошприцев выдают извещение о непригодности с указанием причин.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

ПРОТОКОЛ № _____

первичной (периодической) поверки, микрошприцев, принадлежащих _____,
согласно методики поверки, приведенной в приложении А к 5Е2.833.105 РЭ.

Тип микрошприца _____, порядковые номера _____

Изготовитель ООО "Цвет", г.Дзержинск,

Год изготовления _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____ °С;

Атмосферное давление _____ кПа;

Относительная влажность _____ %;

Средства поверки:

1. Внешний осмотр
2. Опробывание
3. Определение метрологических характеристик:
Определение основной приведенной погрешности (γ)

№ микрошприца	Масса 1 мкл воды (P_i , мг)	Среднее значение массы 1 мкл воды (\bar{P} , мг)	Предел допускаемой основной приведенной погрешности (γ , %)	Определенное значение основной приведенной погрешности (γ_i , %)

Заключение:

По результатам поверки выдано свидетельство о поверке или извещение о непригодности

№ _____ от _____ 20 ____ г.

Поверитель _____
личная подпись

инициалы, фамилия

_____ 20 ____ г.

876 доз 11.03.11г

Лист регистрации изменений

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в докум.	№ документа	Входящий № сопроводительного докум. и дата	Подпись	Дата
	Измененных	Замененных	Новых	Изъяты					
1		5				624-01	Степанов	01	
2		3				401-01	Степанов	01	
3			1a			544-02	Степанов	02	
4		3, 4				206-03	Степанов	03	
5		1-5, 7-12		1a		214-05	Степанов	05	
6	3, 4					284-06	Степанов	06	
7	с 3					254-08	Степанов	08	
8		1, 3, 4				277-08	Степанов	08	
9		12; 5-10			11	58-11k	Степанов	11	

878