

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
(ВНИИМС)

УТВЕРЖДАЮ
Президент
АО "Амперсенд"


Ю.А. Каламбет
"20" января 1998 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНИИМС
к.т.н.


А.И. Асташенков
"12" января 1998 г.

РЕКОМЕНДАЦИЯ

Государственная система
обеспечения единства измерений.
Комплекс программно-аппаратный для
автоматизации хроматографического анализа
"МУЛЬТИХРОМ".
Методика периодической поверки
МИ 2448 - 98

Москва
1998

Сави

РАЗРАБОТАНА Акционерным обществом "Амперсенд"
ИСПОЛНИТЕЛИ: Ю.А.Каламбет, В.И.Калмановский
УТВЕРЖДЕНА ВНИИМС и АО "Амперсенд" - 12 января 1998 г.
ЗАРЕГИСТРИРОВАНА ВНИИМС - 05 февраля 1998 г.

Государственная система
обеспечения единства измерений.

Комплекс программно-аппаратный для
автоматизации хроматографического анализа МИ 2448 - 98
" М У Л Ъ Т И Х Р О М " .

Настоящая рекомендация распространяется на программно-аппаратный комплекс для автоматизации хроматографического анализа "МУЛЬТИХРОМ" (далее - комплекс) и устанавливает методику его периодической поверки в составе газового или жидкостного хроматографа.

Комплекс подлежит поверке в сроки, установленные для поверки хроматографа, в составе которого его применяют. Если комплекс работает с несколькими хроматографами, поверку проводят с любым из них.

1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице.

Таблица

Наименование операции	Номер пункта рекомендации
Внешний осмотр	4.1
Опробование	4.2
Определение погрешности результатов измерений	4.3

1.2. При проведении поверки применяют основные и вспомогательные средства поверки, указанные в МИ 2402-97. Другие аттестованные смеси и стандартные образцы для контроля погрешности должны удовлетворять требованиям МИ 2335-95.

2. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

2.1. К проведению поверки допускают лиц, имеющих высшее техническое образование и изучивших эксплуатационную и поверочную документацию на хроматограф и комплекс, а также нормативную документацию на методику выполнения измерений (далее – НД на МВИ) при помощи газовых и жидкостных хроматографов. Допускается участие в поверке операторов, обслуживающих хроматограф и комплекс.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки соблюдают нормальные условия по ГОСТ 26073 или условия выполнения измерений, указанные в разделе НД на МВИ "Оперативный контроль показателей качества результатов количественного химического анализа".

3.2. Комплекс подготавливают к поверке согласно инструкции по установке и обслуживанию.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

- наличие эксплуатационной документации,
- соответствие комплектности спецификации,
- четкость маркировки,
- отсутствие механических повреждений (визуально),
- исправность крепежных деталей, индикатора.

4.2. Опробование

4.2.1. Опробование осуществляют в соответствии с требованиями раздела НД на МВИ "Оперативный контроль показателей качества результатов количественного химического анализа".

4.2.2. Запускают программу МУЛЬТИХРОМ в соответствии с РУКОВОДСТВОМ ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ. Устанавливают параметры МЕТОДА, соответствующие измерениям наименьшего значения измеряемой величины по НД на МВИ (нижний предел диапазона измерений).

4.2.3. Вводят в хроматограф образец для контроля, в котором концентрация определяемого компонента C_T соответствует наименьшему значению, предусмотренному процедурой градуировки, и выполняют измерения.

4.2.4. Открывают диалоговое окно "генератор отчёта" (ОБРАБОТКА / ВЫДАТЬ ОТЧЁТ) и отмечают позиции дополнительных разделов: ТАБЛ.ПИКОВ и ТАБЛИЦА КАНАЛОВ. Выводят на дисплей отчёт. Из таблицы каналов выписывают рассчитанные значения уровня флуктуационных шумов Δ_x (Noise) и дрейфа нулевой линии D (Drift/hour), из таблицы пиков - высоту пика определяемого компонента h (высота).

ПРИМЕЧАНИЕ: для версии 2.7 для DOS таблица каналов выводится при повторной выдаче отчета после удаления разметки на пики.

Полученное значение Δ_x должно удовлетворять условию

$$\Delta_x \leq \frac{\delta \cdot h}{6},$$

где δ - относительная погрешность измерений, принятая в НД на МВИ.

Значение дрейфа D не нормируется.

4.2.5. Предел детектирования рассчитывают по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 * \Delta_x}{h} * C_T.$$

Предел детектирования C_{\min} должен удовлетворять условию

$$C_{\min} \leq \frac{\delta}{3} * C_H$$

где C_H - значение нижнего предела диапазона измерения по НД на МВИ.

Если в НД на МВИ предусмотрены измерения нескольких разных величин (содержаний разных веществ), то определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевой линии и предела детектирования проводят по той из них, которая дает наименьший сигнал при концентрации, соответствующей нижнему пределу диапазона измерений.

4.3. Определение погрешности результатов измерений

В условиях, указанных в разделе НД на МВИ, вводят в хроматограф образец для контроля и измеряют содержание определяемого компонента.

Выводят на дисплей отчет (см. пункт 4.2.4.). Из таблицы компонентов выписывают результат измерений C (конц.) содержания контрольного компонента.

Комплекс считают поверенным, если погрешность результата измерений содержания (добавки) контрольного компонента удовлетворяет условию

$$| C - C_q | \leq K ,$$

где C_q - действительное значение содержания (добавки) контрольного компонента,

$| C - C_q |$ - погрешность результата измерений,

K - норматив оперативного контроля погрешности по НД на МВИ.

5.ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки комплекса заносят в протокол по форме приложения.

5.2. Положительные результаты периодической поверки оформляют выдачей свидетельства установленной формы по ПР 50.2.006.

5.2.3. Комплекс, не удовлетворяющий требованиям настоящей рекомендации, к применению не допускают и на него выдают извещение о непригодности к применению с указанием причин по ПР 50.2.006.

Приложение.

Протокол N

поверки программно-аппаратного комплекса МУЛЬТИХРОМ,
принадлежащего

наименование организации

Тип комплекса _____ число каналов _____
Изготовитель _____ Год изготовления _____
Порядковый номер по системе нумерации изготовителя _____
Наименование и номер _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ К (°С)

атмосферное давление _____ кПа

относительная влажность _____ %

напряжение питания _____ В

1. Определение дрейфа, уровня шумов нулевого сигнала
и предела детектирования

Наименование параметра	Значение параметра	
	по НД на МВИ	действительное

2. Определение погрешности результатов измерений

Значение содержания (добавка) контрольного компонента, полученное при измерении	Значение содержания контрольного компонента по паспорту (расчётное значение добавки)	Норматив оперативного контроля по НД на МВИ

Заключение по результатам поверки _____

Выдано свидетельство (извещение о непригодности)

№ _____ от "___" _____ 19__ г.

Поверку проводил _____

подпись

"___" _____ 19__ г.