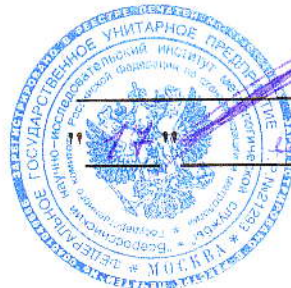


УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ВНИИМС



В.Н.Яншин

2004 г.

ИНСТРУКЦИЯ

КОМПЛЕКСЫ ПРОГРАММНО-АППАРАТНЫЕ ДЛЯ АВТОМАТИЗАЦИИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА "МУЛЬТИХРОМ"

Методика поверки

Москва 2004

Настоящая инструкция распространяется на комплексы программно-аппаратные для автоматизации хроматографического анализа "МультиХром" (далее программно-аппаратные комплексы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки. Межповерочный интервал 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки выполняются операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование операции | Номер пункта методики поверки | Обязательное проведение операции | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|----------------------------------|---------------|
| | | при эксплуатации | после ремонта |
| Внешний осмотр | 4.1. | да | да |
| Опробование: | 4.2. | да | да |
| - определение флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала, приведенной погрешности линейности преобразования | 4.2.1. | да | да |
| Определение метрологических характеристик: | 4.3. | да | да |
| - определение основной относительной погрешности измерения параметров пиков | 4.3.1. | да | да |
| - определение абсолютной погрешности времен удерживания пиков | 4.3.2. | да | да |

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки применяют:

Вольтметр универсальный ЦЗ1, ГОСТ 13600-68 с пределами измерения диапазонов от 10мВ до 1 кВ;

Цифро-аналоговый преобразователь (ЦАП) с разрядностью не менее 16 бит;

- с приведенной погрешностью интегральной линейности не более 0,003 %;

- с приведенной погрешностью дифференциальной линейности не более 0,002 %;

- время установления с точностью 0,01% – 20 мкс.

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным выше.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С

20±5

- атмосферное давление, кПа

84... 106,7

- относительная влажность воздуха, %

30... 90

| | |
|-----------------------------------------|--------|
| – напряжение в сети переменного тока, В | 220±22 |
| – частота переменного тока в сети, Гц | 50±1 |

3.2. Подготовительные работы выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации программно-аппаратного комплекса.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности программно-аппаратных комплексов паспортным данным,
- четкость маркировки,
- исправность крепежных деталей.

4.2. Опробование

4.2.1. При проведении опробования собирают схему, приведенную на рис1. (Приложение 1) и определяют уровень флуктуационных шумов, дрейф нулевого сигнала, приведенную погрешность линейности преобразования.

Управляющий код с компьютера (ПЭВМ) поступает на вход ЦАП по последовательному интерфейсу RS-232. Выходной сигнал ЦАП поступает на входы АЦП и образцового измерителя - цифрового вольтметра (в дальнейшем ОИ). Выходной сигнал АЦП вводится в компьютер по интерфейсу RS-232. Одновременно компьютер считывает показания ОИ.

Определение дрейфа базовой линии, шума в диапазоне измерений и приведенной погрешности линейности производится автоматически с помощью программы "МультиХром" и ЦАП.

Для измерения дрейфа нулевого сигнала на вход АЦП подаются нулевые сигналы с помощью заглушек. За дрейф принимается значение разности амплитуды сигнала в начале и конце временного интервала.

Значение флуктуационных шумов не должно превышать:

$$H_m = 1,5 \cdot 10^{-5} \cdot H_M,$$

где H_M – верхний предел диапазона входного сигнала, В.

Значение дрейфа нулевого сигнала не должно превышать $1,5 \cdot 10^{-5} \cdot H_M$, В/ч.

При определении приведенной погрешности линейности преобразования на вход АЦП подается ступенчато - возрастающее напряжение от нуля до фактического значения диапазона. На каждой ступени считывается заданное число показаний АЦП, после чего вычисляется среднее значение показаний $X_{ср}$.

По значениям $X_{ср}$ методом наименьших квадратов проводится прямая. Погрешность линейности определяется как максимальное отклонение значений $X_{ср}$ от расчетного значения, %

$$Q = 100 * (X_{ср}[j] - U[j]) / U$$

где $X_{ср}[j]$ - среднее показание АЦП на j - ой ступени,

$U[j]$ - значение расчетной прямой в j-ой точке,

U - максимальное значение диапазона.

Значения приведенной погрешности линейности преобразования не должны превышать 0,001 %.

4.3. Определение метрологических характеристик

4.3.1. Определение основной относительной погрешности измерения высот и площадей пиков и среднего квадратичного отклонения параметров пиков

Для определения основной относительной погрешности измерения высот и площадей пиков и среднего квадратичного отклонения параметров пиков необходимо собрать схему установки, представленную на рис.2 (Приложение 1).

С помощью компьютера (ПЭВМ 1) генерируются следующие тестовые хроматограммы:

- Тест 1. Десять изолированных пиков с линейно-убывающими амплитудами (максимальное значение амплитуды равно 0,9 В диапазона, минимальное – 0,00176 В) и равными дисперсиями;

- Тест 2. Десять изолированных пиков с одинаковой амплитудой и площадью.

Тестовые хроматограммы подаются на вход ЦАП. Выходной сигнал ЦАП измеряется ОИ, показания которого считываются в компьютер ПЭВМ 2, где полученные хроматограммы обрабатываются. Одновременно выходной сигнал ЦАП поступает на вход программно-аппаратного комплекса "МультиХром", где происходит регистрация и обработка результатов измерения тестовых хроматограмм.

Измеренные значения параметров пиков (высоты и площади) сравниваются с расчетными значениями, записанными в отчетных файлах тест - хроматограмм.

Относительная погрешность измерения параметров пика (высоты и площади) определяется по формуле:

$$Q = 100 * (Y_{изм.} - Y_{расч.}) / Y_{расч.},$$

где $Y_{изм.}$ и $Y_{расч.}$ - соответственно измеренные и расчетные значения параметров пика.

Основная относительная погрешность измерения высот и площадей пиков не должна превышать значения, рассчитанного по формуле:

$$Q = (0,2 + 200 * H_{ш} / H) \%,$$

где $H_{ш}$ – уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В;

H – значение амплитуды измеряемого сигнала, В.

4.3.2. Определение абсолютной погрешности измерения времени удерживания пиков

Абсолютная погрешность измерения времени удерживания пиков (T) определяется при частоте опроса 12,5 (допустимо 10,0) Гц для хроматограммы длительностью не более 100 минут, состоящей из произвольного числа пиков гауссовой формы с амплитудами от 1/3 заданного диапазона до его максимального значения и длительностями от 1 до 10 секунд.

Расчет погрешности производится по формуле:

$$T = T_{расч.} - T_{изм.},$$

где $T_{расч.}$ – время удерживания хроматографического пика в сек., относительно реперного, заданное в тест-хроматограмме;

$T_{изм.}$ – время удерживания хроматографического пика в сек., относительно реперного, измеренного с помощью программы обработки "МультиХром".

Значение абсолютной погрешности измерения времен удерживания пиков не должно превышать значения, рассчитанного по формуле:

$$\Delta T = (0,2/F + 0,1*W),$$

где F – частота опроса, Гц;

W – значение ширины хроматографического пика в с.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки комплекса программно-аппаратного заносят в протокол.

5.2. Положительные результаты поверки комплекса программно-аппаратного оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

5.3. Комплексы программно-аппаратные не удовлетворяющие требованиям настоящей методики поверки к эксплуатации не допускают. На комплексы программно-аппаратные выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 59.2.006.

Начальник отдела ВНИИМС

Ш.Р.Фаткудинова

Инженер отдела 205

П.В.Тихонов

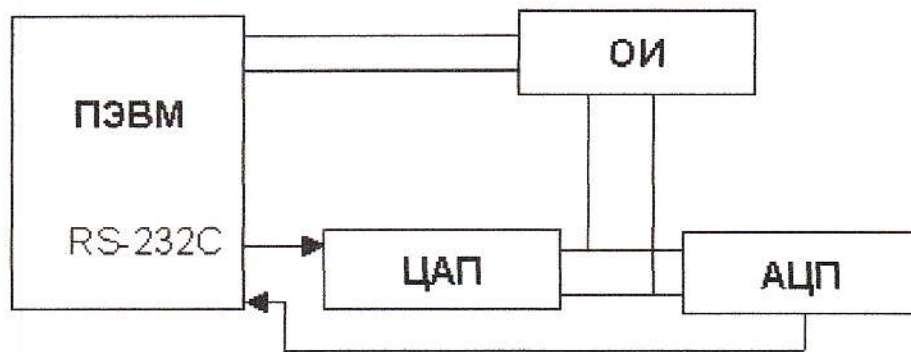


Рис.1.

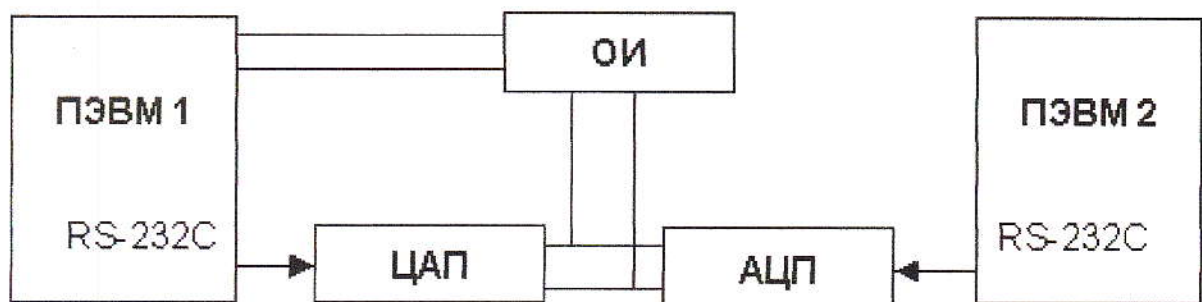


Рис.2.