

**ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
(ВНИИМС)
ГОССТАНДАРТА РОССИИ**



РЕКОМЕНДАЦИЯ

Государственная система
Обеспечения единства измерений.
Автоматизированная информационно-измерительная система
хроматографического анализа
“ЮНИХРОМ 97”.
Методика периодической поверки.

МИ 2678-2001

Москва
2001

Two handwritten signatures in blue ink are located at the bottom left of the page. The first signature is a stylized, cursive mark, and the second is a more legible signature, possibly reading "А.И. Асташенков".

РАЗРАБОТАНА	ООО "Новые аналитические системы"		
ИСПОЛНИТЕЛЬ	С.В.Черепица		
УТВЕРЖДЕНА	ВНИИМС	20.08	2001г.
ЗАРЕГИСТРИРОВАНА	ВНИИМС	20.08	2001г.

Настоящая рекомендация не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и (или) распространена без разрешения ООО «НАС».

<p>Государственная система обеспечения единства измерений Автоматизированная информационно- измерительная система хроматографического анализа “ЮНИХРОМ 97” Методика периодической поверки</p>	<p>МИ 2678-2001</p>
------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------

1. ОБЛАСТЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ

1.1. Настоящая рекомендация распространяется на автоматизированную информационно-измерительную систему автоматизации спектрометрического анализа “ЮНИХРОМ 97” (далее - система) и устанавливает методику ее периодической поверки в составе газового или жидкостного хроматографа.

1.2. Система подлежит поверке в сроки, установленные для поверки хроматографа, в составе которого ее применяют. Если система работает с несколькими хроматографами, поверку проводят с любым из них.

1.3. Рекомендация разработана с использованием положений МИ 2448.

2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей рекомендации приведены ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 26703-93 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний;

ПР 50.2.006-94 ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений;

МИ 2335-95 ГСИ. Контроль качества результатов КХА;

МИ 2402-97 ГСИ. Хроматографы газовые аналитические лабораторные;

МИ 2448-98 ГСИ. Комплекс программно-аппаратный для автоматизации хроматографического анализа «Мультихром».

3. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1. При проведении поверки выполняют следующие операции:

- внешний осмотр (п.4.1);
- опробование (п.4.2);
- определение погрешности результатов измерений (п.4.3).

3.2. При проведении поверки применяют основные и вспомогательные средства поверки, указанные в МИ 2402.

3.3. Аттестованные смеси и стандартные образцы для контроля погрешности должны удовлетворять требованиям МИ 2335.

3.4. Допускается применение других средств поверки, удовлетворяющих по своим техническим и метрологическим характеристикам требованиям настоящей рекомендации.

4. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

4.1. К проведению поверки допускают лиц, имеющих высшее техническое образование и изучивших настоящую рекомендацию, эксплуатационную документацию на хроматограф, систему и нормативные документы на методики выполнения измерений (далее - НД на МВИ) при помощи газовых и жидкостных хроматографов. Допускается участие в поверке операторов, обслуживающих хроматограф и систему.

5. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

5.1. При проведении поверки соблюдают нормальные условия по ГОСТ 26073 или условия выполнения измерений, указанные в НД на МВИ.

5.2. Систему подготавливают к поверке в соответствии с эксплуатационной документацией на нее.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра устанавливают:

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

6.2. Опробование

6.2.1. Опробование осуществляют в соответствии с требованиями НД на МВИ.

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

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

6.2.4. 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)**.

Полученное значение Δ_x должно удовлетворять условию

$$\Delta_x \leq \frac{d \cdot h}{6}, \quad (1)$$

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

Значение дрейфа D не нормируют.

6.2.5. Предел детектирования рассчитывают по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 * \Delta_x}{h} * C_n . \quad (2)$$

Предел детектирования C_{\min} должен удовлетворять условию

$$C_{\min} \leq \frac{d * h}{3} * C_n , \quad (3)$$

где C_n - значение нижнего предела диапазона измерений 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.

6.3. Определение погрешности результатов измерений

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

Выводят на дисплей отчет (см. 6.2.4.). Из **таблицы компонентов** выписывают результат измерений C (**конц.**) содержания контрольного компонента.

Систему считают поверенной, если погрешность результата измерений содержания (добавки) контрольного компонента удовлетворяет условию

$$| C - C_q | \leq K , \quad (4)$$

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

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

K - норматив оперативного контроля погрешности по НД на МВИ.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1. Результаты поверки системы заносят в протокол по форме, приведенной в приложении А.

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

7.2.3. Систему, не удовлетворяющую требованиям настоящей рекомендации, к применению не допускают и на нее выдают извещение о непригодности к применению с указанием причин по ПР 50.2.006.

Приложение А

ФОРМА ПРОТОКОЛА

Протокол N

поверки автоматизированной информационно-измерительной системы ЮНИХРОМ 97,
принадлежащей

наименование организации

Тип системы _____ число каналов _____
 Изготовитель _____ Год изготовления _____
 Порядковый номер _____
 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 (добавки) контрольного компонента, полученное при измерениях	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)

N _____ от "___" _____ 200_ г.

Поверку провел _____
Подпись
инициалы, фамилия

"___" _____ 200_ г.