

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
Уральский научно-исследовательский институт метрологии –
филиал федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-
исследовательский институт метрологии им.Д.И.Менделеева»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

Е.П. Собина

"22" марта 2024 г.



«ГСИ. Анализатор хроматографический
IATROSCAN MK-7s.
Методика поверки»

МП 122-251-2023

г. Екатеринбург

2024 г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

1. РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)
2. ИСПОЛНИТЕЛЬ ведущий инженер лаб. 251, Засухин А.С.
3. СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» в 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения	4
2 Нормативные ссылки	4
3 Перечень операций поверки средства измерений	4
4 Требования к условиям проведения поверки	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	5
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	5
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки	6
8 Внешний осмотр средства измерений	6
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	6
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	6
11 Определение метрологических характеристик средства измерений	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	7
13 Оформление результатов поверки	8

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализатор хроматографический IATROSCAN MK-7s (далее – анализатор), выпущенный фирмой «SES GmbH (Ltd) Analysesysteme», Германия. Анализатор подлежит первичной и периодической поверке. Поверка анализатора должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость анализатора обеспечивается к ГЭТ 208-2024 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии» в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 10.06.2021 г. № 988 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах».

1.3 В настоящей методике поверки реализована поверка методом прямых измерений.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализатора, используемого в качестве рабочего средства измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, мВ, не более	0,2
Предел детектирования гексадекана, г/с, не более	$2 \cdot 10^{-10}$
Предел допускаемого относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика), %	10

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

– Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

– Приказ Росстандарта Российской Федерации от 10.06.2021 г. № 988 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания органических и элементарноорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»;

– ГОСТ 12.2.007.0-75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности».

3 Перечень операций поверки средства измерений

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 –Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений	да	да	11
Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	да	да	11.1
Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) и предела детектирования гексадекана	да	да	11.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	12

3.2 В случае, невыполнения требований хотя бы к одной из операций, поверка прекращается и выполняются операции по п. 13.4.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от + 15 до + 25
- относительная влажность, %, не более 80

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие обучение в качестве поверителя, изучившие РЭ на анализатор и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п. 9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от плюс 10 °С до плюс 40 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 20 % до 90 %, с абсолютной погрешностью не более ± 3 %	Термогигрометры электронные «CENTER» моделей 310, 311, 313, 314, 315, 316 (рег.№ 22129-09)
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	Стандартный образец состава <i>n</i> -гексадекана, интервал допускаемых аттестованных значений массовой доли <i>n</i> -гексадекана от 98,00 % до 99,98 %,	ГСО 11731-2021

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.11 Определение метрологических характеристик средства измерений	границы допускаемой относительной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,10 \%$.	ГСО 11731-2021
<i>Примечание – Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице.</i>		

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны быть утвержденного типа и иметь действующий паспорт с установленной метрологической прослеживаемостью к государственным первичным эталонам единиц величин того же рода, средства измерений должны быть утвержденного типа и поверены.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и заводского номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность анализатора.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с п.6 настоящей методики поверки.

9.2 Перед проведением поверки анализатор готовят к работе, выполняют прогрев анализатора в течение часа в соответствии с РЭ, проверяют работоспособность органов управления и регулировки анализатора.

9.3 Стандартный образец готовят к поверке в соответствии с паспортом.

9.4 При включении анализатора должны отсутствовать сообщения об ошибках.

9.5 При помощи органов управления анализатора задают скорость подачи газообразного водорода (ручка «Hydrogen») 160 мл/мин, воздушной смеси (ручка «Air») – 2,0 л/мин.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) анализатора: на персональном компьютере в строке команд выбирают «Help» пункт меню «About ChromStar». Наименование и номер версии ПО анализатора должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4 – Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	i-ChromStar
Номер версии ПО (идентификационный номер ПО)	6.X*
Цифровой идентификатор ПО	—
* X принимает значения от 0 до 9	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

11.1.1 Стержень CHROMAROD устанавливают в держатель стержней SD-6 и помещают в анализатор. Выбирают режим пустого сканирования «BLANK SCAN», задают время сканирования одного стержня («Scan speed») – 40 с и проводят съемку хроматограммы.

11.2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади пика) и предела детектирования гексадекана

11.2.1 Нанести на середину стержня 1 мкл (мм³) ГСО 11731-2021. Поместить стержень в анализатор в соответствии с РЭ.

11.2.2 В ПО анализатора выбирают режим «NORMAL SCAN», задают время сканирования одного стержня («Scan speed») – 40 с, время ожидания – 60 с. Проводят снятие хроматограммы не менее пяти раз, каждый раз используя новый стержень. Результаты измерений выходного сигнала заносят в протокол.

Примечание – Допускается одновременно поместить пять стержней в держатель стержней SD-6.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 На полученной по п.11.1 хроматограмме определяют уровень флуктуационных шумов как максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 4 с, зарегистрированное на усилителе выходного сигнала детектора. При этом колебания, имеющие характер одиночных импульсов длительностью не более 1 с, не учитываются. Значение выходного сигнала фиксируют в правом верхнем углу экрана ПО.

Примечание – Временная шкала хроматограммы отображена в процентах от одной минуты.

12.2 Значение флуктуационных шумов должно соответствовать данным таблицы 1.

12.3 По результатам измерений, полученным по п. 11.2 рассчитывают значение предела детектирования гексадекана, C_{min} , г/с, по формуле

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

где Δ_x – уровень флуктуационных шумов, мВ, определенный по п. 12.1 настоящей методики поверки;

G – масса контрольного вещества, г, которая рассчитывается по формуле

$$G = \rho \cdot V \cdot A \cdot 10^{-5}, \quad (2)$$

где V – объем нанесенного на стержень ГСО 11731-2021, мм³;

A – аттестованное значение массовой доли гексадекана, указанное в паспорте ГСО 11731-2021, %;

ρ – табличное значение плотности гексадекана при 20 °С ($\rho=0,7680$ г/см³), г/см³;

$\bar{S}$ – среднее арифметическое значение площади пика 1 мкл (мм³) ГСО 11731-2021, мВ·с, которое рассчитывается по формуле

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^n S_i}{n}, \quad (3)$$

где S_i – i -ое значение площади пика 1 мкл (мм³) ГСО 11731-2021, мВ·с;

n – число измерений.

12.4 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала, S_{ri} , %, рассчитывается по формуле

$$S_{ri} = \frac{100}{\bar{S}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n - 1}}. \quad (4)$$

12.5 Полученные результаты измерений предела детектирования и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом в произвольной форме.

13.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

13.3 Нанесение знака поверки на анализатор не предусмотрено. Пломбирование анализатора не предусмотрено.

13.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к применению.

13.5 По заявлению владельца средства измерений или лица, представившего его на поверку, аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными действующими на момент проведения поверки нормативно-правовыми актами в области обеспечения единства измерений или в случае отрицательных результатов поверки выдает извещение о непригодности к применению средства измерений.

13.6 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком.

Ведущий инженер лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»



А.С. Засухин