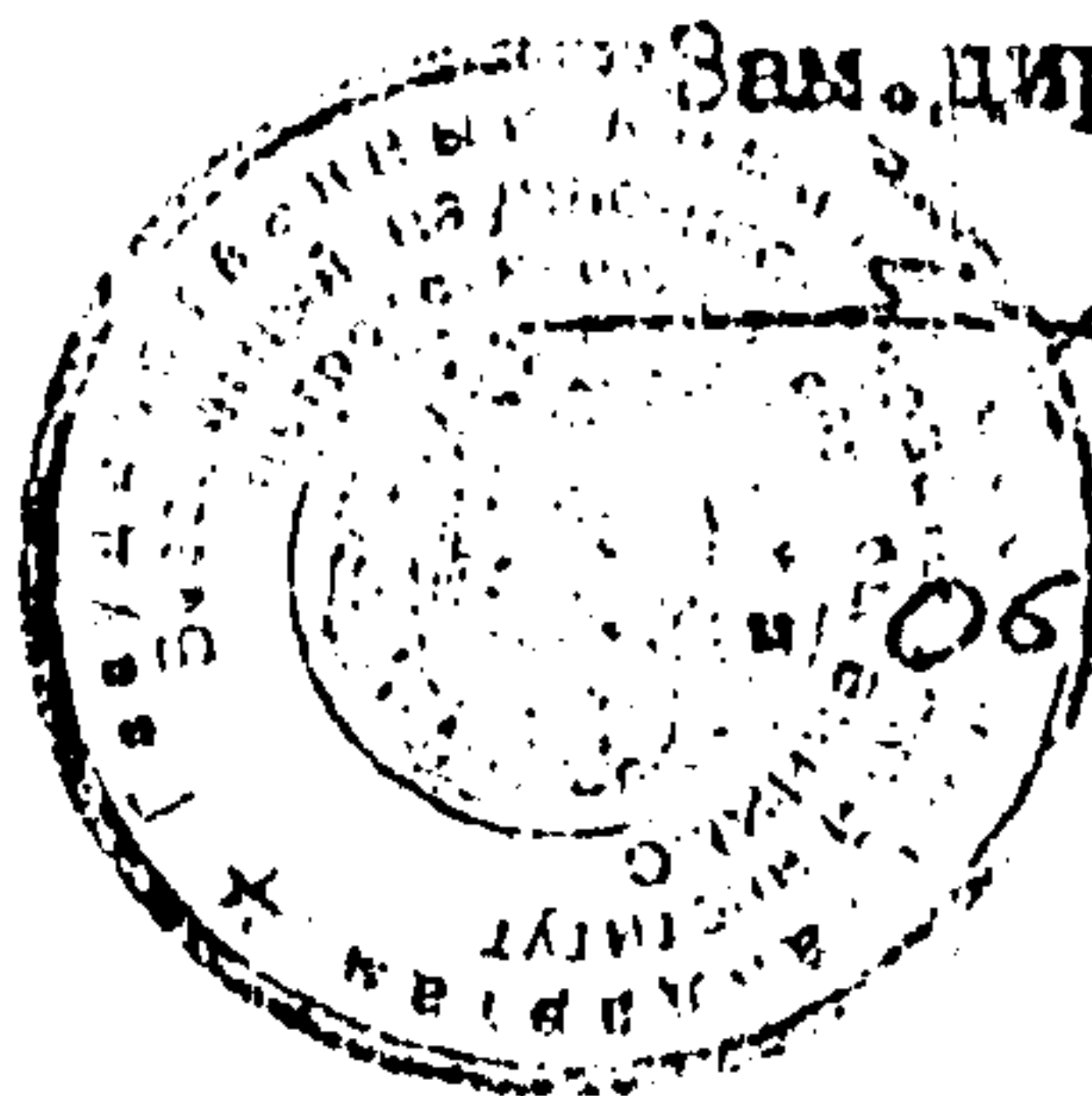


Государственный комитет СССР по стандартам

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ВНИИМС



Э.Э.Зульфугарзаде

" 07 " 1984 г

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МИКРОСПЕИЦ "ГАЗОХРОМ 101"

МИ 485-84

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Государственный комитет СССР по стандартам

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
МИКРОШПРИЦ "ГАЗОХРОМ 101"
МИ 485 - 84

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ
Л60.284.002

г.Москва, 1984 г

РАЗРАБОТАНЫ: Министерством приборостроения, средств автоматизации и систем управления, МПО "Манометр"
ВНИИХРОМ, завод "Хроматограф"

ИСПОЛНИТЕЛИ: Черных Е.М., Шишкина А.Ф., Ахундов С.Ф.

УТВЕРЖДЕНЫ: Всесоюзный научно-исследовательский институт
метрологической службы Госстандарта СССР

Настоящие методические указания распространяются на микроприц "Газохром IOI" (в дальнейшем – микроприц) и устанавливают методы и средства его первичной и периодической поверок. Периодичность поверки не реже 1 раза в год.

1. Операции поверки

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл. I.

Таблица I

Наименование операций	Номер пункта методических указаний
Внешний осмотр	4.1.
Опробование: промывка микроприца	4.2.
проверка на герметичность	4.3.
Определение метрологических характеристик : определение предельного отклонения объема дозы от номинального	4.4.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

При проведении поверки должны применяться следующие средства поверки:

весы лабораторные рычажные ВЛР-20 г класса 2 по ГОСТ 24104-80;
термометр 4-Б2 по ГОСТ 215-73, цена деления 0,1°C, предел измерения 0-55 °C,

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

ампула стеклянная ^{емкостью} ~~объем~~ I мл по ^{ГОСТ 64-2-486-84} ~~ГОСТ 18122-75~~,

растворитель (спирт по ГОСТ 18300-⁸⁷72);

Л60.284.002

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
Разраб.	Щишкина	Щишкин	13.03.84	
Проб.	Черных	Черных	13.03.84	
Нач. отд.	Томоян	Томоян	13.03.84	
Н. контр.	Растовцев	Растовцев	14.03.84	
Читб.				

Микроприц "Газохром IOI"
Методы и средства
поверки

Лист	Лист	Листов
А	2	8
Московский опытный завод "Хроматограф"		

Шифр: год. Подп. и дата
28 44
Взам. инв. № инв. № докум. Подп. и дата

стенд для проверки микроприца на герметичность (см. Приложение¹);
 секундомер СДСпр-1-2 по ГОСТ 5072-72;
 лупа ^{МЛ-2,5^х или лупа МЛ-4^х ГОСТ 25706-83} биннекулярная БЛ-2 ТУ-3-687-73;
 баллон 40 л с азотом по ГОСТ 9293-⁷⁴59;
 редуктор баллонный ДНП-1-65 по ГОСТ 13861-80.

Допускается применение средств измерений, метрологические характеристики которых соответствуют указанным выше.

3. Условия поверки и подготовка к ней

При проведении поверки должны соблюдаться условия, необходимые для нормальной работы микроаналитических весов:

температура в помещении $-(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ и не должна изменяться в процессе работы более чем на $0,5^\circ\text{C}$ в течение 1 часа;
 относительная влажность воздуха - от 30 до 80 %.

Подготовительные работы следует выполнять в соответствии с указаниями, изложенными в паспорте на микроприц Лб 2.793.000 ПС.

4. Проведение поверки

4.1. Внешним осмотром устанавливают отсутствие механических повреждений изделия, не допускаются заусенцы на конце иглы и ее искривления, трещины стеклянного баллона, расплывчатость линий и оцифровки шкалы,

4.2. Перед началом и в конце цикла поверки микроприц промывают трех-пятикратным прокачиванием спиртом.

4.3. Проверка герметичности осуществляется на стенде (см. Приложение¹):

редуктором баллонным (3) устанавливают давление азота (400 ± 10) КПа по образцовому манометру (7). Прокачивают микроприц (8) 3-5 раз, держа иглу под водой, медленно набирают дозу (1 мкл), затем выдавливают воду на срез иглы. Держа срез под лупой, убеждаются в отсутствии пузырьков воздуха в капле. Возвращают шток в исходное положение. Вставляют микроприц в камеру (4), проткнув резиновое

Изм	Лист	№ докум	Подп	Дата
7844				

Изм	Лист	№ докум	Подп	Дата

ЛБ 0.284.002

Лист

3

уплотнение(6), открывают клапан, через 2 минуты клапан закрывают, вынимают микроприц и выдавливают воду на срез иглы. Затем, держа срез под лупой, медленно выдвигают шток до того момента, как капля на срезе скроется в канале иглы. По разности показаний шкалы микроприца в начале операции и в конце определяют объем утечки воды. Это значение не должно превышать 0,2 мкл. В случае, если объем утечки превышает указанное значение, разрешается подтянуть уплотнение и произвести повторную проверку.

4.4. Определение объема дозы производят весовым методом:

4.4.1. Перед взвешиванием проверяемые микроприцы, дистиллированную воду вместе с термометром, стеклянные ампулы помещают на 30 минут рядом с весами, чтобы они приняли температуру окружающей среды.

4.4.2. Массу определяют методом взвешивания на одном плече в соответствии с ГОСТ 13703-68. Для этого выполняют следующие операции:

предварительно просушенную ампулу с небольшим кусочком ваты на дне с помощью пинцета помещают на одну из чашек весов. Уравновешивают чашку набором гирь и записывают полученное значение массы. Затем ампулу пинцетом снимают с весов и помещают в штатив. Опускают иглу микроприца в сосуд с дистиллированной водой, после трех-пятикратного прокачивания плавно заполняют объем микроприца, установив срез поршня на нужном делении шкалы. Удаляют с наружной поверхности иглы следы дистиллированной воды фильтровальной бумагой, не допуская прикосновения к срезу иглы. Осторожно вводят иглу микроприца в ампулу, касаясь кончиком иглы кусочка ваты на дне, вводят в ампулу объем дистиллированной воды из микроприца. Операцию повторяют 10 раз для объема 1 мкл и 20 раз для объема 0,5 мкл. После заполнения ампулу взвешивают. По разности масс заполненной и пустой ампулы определяют массу дистиллированной воды.

Взвешивание производят три раза.

Лб 0.284.002

Лист

№ п/п	Подп и дата	Взамин №	Унр № дубл	Подп и дата
4844	Рем			

4.4.4. Предельное отклонение действительного значения объема дозы от номинального (ΔV) определяют по формуле:

$$\Delta V = V_{\text{ф}} - V_{\text{н}} \quad (1)$$

где ΔV - в мкл;

$V_{\text{н}}$ - номинальный объем дозы микрошприца (1,0 или 0,5) мкл

$V_{\text{ф}}$ - действительное значение объема дозы микрошприца, мкл, определяют по формуле:

$$V_{\text{ф}} = \frac{x_{\text{ср}}}{d_{20}^t} \cdot 10^{-3} \quad (2)$$

где d_{20}^t - плотность воды при 20 °С;

$$d_{20}^t = 0,998204 \text{ г/см}^3;$$

$x_{\text{ср}}$ - среднее значение массы одного дозирования, г, определяют по формуле:

$$x_{\text{ср}} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{m \cdot n} \quad (3)$$

где x_i - масса дистиллированной воды при i -ом взвешивании, г;

n - число взвешиваний;

m - число дозирования в одну ампулу;

4.4.5. В случае, если значение предельного отклонения объема дозы $\Delta V < 0,05$ мкл, то считают, что микрошприц прошел поверку. В случае, если $\Delta V \geq 0,05$ мкл, микрошприц бракуется. Допускается микрошприц, не прошедший поверку, отремонтировать. После ремонта микрошприц подвергается повторной поверке.

При правильном соблюдении вышеизложенной методики суммарная погрешность аттестации не превышает 25% (см. Приложение 2.)

Ш № N-подл.	Подп. и дата	Ш № N-дубл.	Подп. и дата
7844	Равел		

Ш № N-подл.	Подп. и дата	Ш № N-дубл.	Подп. и дата
7844	Равел		

Л60.284.002

Лист

5

5. Оформление результатов поверки

5.1. Положительные результаты ведомственной первичной поверки должны оформляться путем записи в паспорте на микрошрифт результатов поверки, заверенных поверителем, с нанесением оттиска поверительного клейма.

5.2. Положительные результаты ведомственной периодической поверки должны оформляться в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.

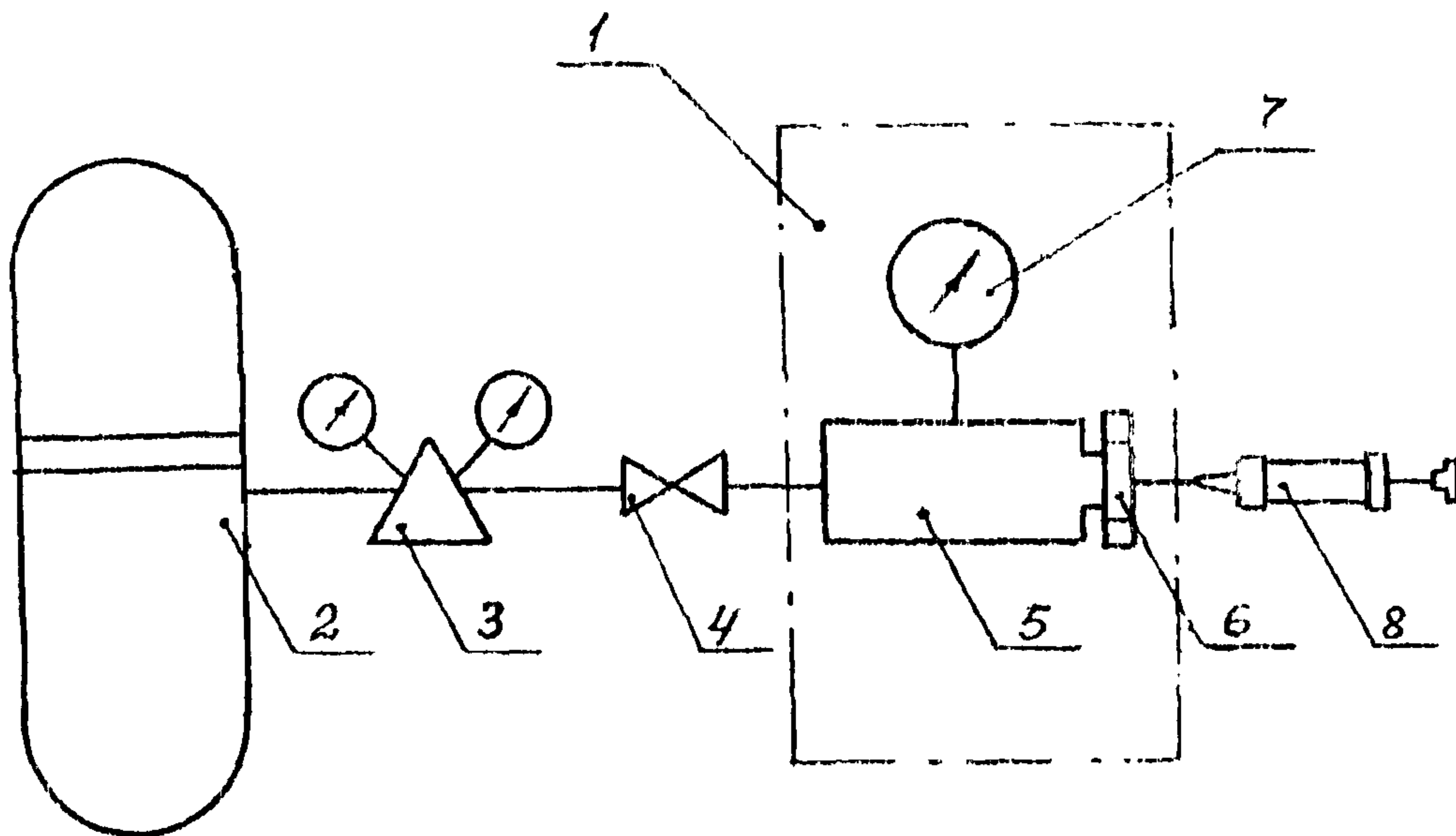
Ш.б. N° подл.	Подп. и дата	Взам. инв. N°	Инв. N° дубл.	Подп. и дата					
7844									
					Лб0. 284. 002				
Изм.	Лист	N° докум.	Подп.	Дата					
					Лист 6				

ПРИЛОЖЕНИЕ

Стенд для проверки герметичности микрошприца⁽⁸⁾ состоит из пневматического устройства Л62.959.003 (1), соединенного с помощью трубопроводов с газовым баллоном (2).

Устройство пневматическое состоит из камеры⁽⁵⁾, имитирующей испарительное устройство хроматографа. Камера представляет собой цилиндр у которого с одной стороны находятся впаивные концы газовой линии, с другой – накидная гайка с резиновым уплотнением (6), обеспечивающим герметичность.

В камеру через клапан (4) подается азот из баллона с помощью редуктора (3). Давление контролируется образцовым манометром (7).



- 1. Пневматическое устройство
- 2. Баллон газовый
- 3. Редуктор баллонный
- 4. Клапан

- 5. Камера
- 6. Уплотнение резиновое
- 7. Манометр образцовый МО 160-0,6 МПа
ГОСТ 6521-72
- 8. Микрошприц

Изм. №	подл.	Исполн.	Дата
78	44	РЛ	

Л60.284.002

РАСЧЕТ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТАЦИИ МИКРОШКАЛ
"ГАЗОХРОМ -101"

Приложение 2

1. Оценку относительного среднего квадратического отклонения результата измерения массы дистиллированной воды определяют по формуле:

$$\sigma_{отн} = \frac{1}{\bar{m}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{m} - m_i)^2}{n(n-1)}}$$

где n - число наблюдений,

m_i - масса дистиллированной воды в i -м наблюдении.

Из статистических данных $\sigma_{отн} \leq 0,0063$;

2. Границу неисключенной систематической погрешности результата измерения определяют по формуле:

$$\theta = \frac{\sum \delta}{\sum t}$$

где $\sum t$ - значение плотности дистиллированной воды при температуре $t^\circ\text{C}$; опыта

$\sum \delta$ - погрешность значения плотности дистиллированной воды (находят по справочным данным с учетом температурной погрешности опыта)

Из статистических данных $\theta \leq 0,000021$,

3. Определяют отношение

$$\frac{\theta}{\sigma_{отн}} = \frac{0,000021}{0,0063} = 0,0033$$

Так как $\frac{\theta}{\sigma_{отн}} < 0,8$, то неисключенной систематической погрешностью по сравнению со случайной пренебрегают и принимают, что граница погрешности

$$\delta_{\bar{v}} = \epsilon$$

4. Доверительные границы погрешности результата измерения определяют по формуле:

$$\delta_{\bar{v}} = 1,15 (t_{\alpha} \sigma_{отн})$$

где t_{α} - коэффициент Стьюдента

при $n=4$ и $P=0,95$ $t_{\alpha} = 3,182$
тогда $\delta_{\bar{v}} = 1,15 (3,182 \cdot 0,0063) \cdot 100\% = 2,31\% \approx 2,5\%$

Подп. и дата
взам. инв.
инв. и дата
инв.

1	Ноб.	152412	9.11.77	20.11.77
Изм.	Взам. инв.	Изм.	Взам. инв.	Изм.

МИ 485 84

Лист

7а

Лист регистрации изменений

[illegible]

№ в'їзду	Подп. у в'їзді	Зам. у в'їзді №	Умо. № в'їзду	Подп. у в'їзді
7844	Б			

Л80.284.002

Муст

3

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора ВНИИМС

В.К. Овчаров

Овчаров 2000 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1

МИ 485-84

**"МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ.
МИКРОЮПИЦ "ГАЗОХРОМ 101".
МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ"**

Пункт 1, таблица 1. Последние две строки изложить в новой редакции:

"– определение отклонения действительного значения вместимости от номинального."

Пункт 4.4. Изложить в новой редакции:

"Определение отклонения действительного значения вместимости от номинального проводят весовым методом."

Пункт 4.4.2. Последний абзац изложить в новой редакции:

"Определение производят три раза."

Пункт 4.4.4. Изложить в новой редакции первую, вторую, четвертую, пятую, седьмую, восьмую строки:

"Отклонение действительного значения вместимости от номинального (ΔV) определяют по формуле:"

" V_n – номинальная вместимость микрошприца 1.00 мкл"

" V_d – действительное значение вместимости микрошприца,"

" d^t – плотность воды при температуре окружающего воздуха, г/см³ (Приложение 2)".

Заменить в формуле (2) " d'_{20} " на " d^t ".

Пункт 4.4.5. Исключить последний абзац.

Пункты 5.1. и 5.2. Исключить слово "ведомственной".

Приложение 2. Изложить весь текст в новой редакции:

Плотность воды при различных температурах

Температура, °С	Плотность, г/см
18,0	0,9986
19,0	0,9984
20,0	0,9982
21,0	0,9980
22,0	0,9978