

Настоящая инструкция по поверке (далее - инструкция) распространяется на хроматографы жидкостные микроколоночные "Миличром А-02" (далее - хроматограф), технические требования к которым регламентируются техническими условиями ТУ25-7405.0040-95, и устанавливает методику их первичной, периодической и внеочередной поверок.

Периодичность поверки - один раз в год.

1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены следующие операции и применены средства поверки с характеристиками, указанными в табл.1

Таблица 1

N	Наименование операции	Номер пункта инструкции	Наименование образцового средства измерений или вспомогательного средства поверки, номер документа, регламентирующего технические требования к средству; разряд по государственной поверочной схеме и (или) метрологические и (или) основные технические характеристики
1	Внешний осмотр	4.1	Визуально
2	Опробование	4.2	
3	Определение характеристик хроматографа с детектором спектрофотометрическим	4.3	Обработка данных с помощью персональной ЭВМ (ПЭВМ)
3.1	Определение времени выхода на режим, дрейфа нулевого сигнала хроматографа, уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа	4.3.1	С имитатором кюветы (входит в комплект поставки); Обработка данных с помощью ПЭВМ
3.2	Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала хроматографа (площадь пика)	4.3.2	Весы лабораторные электронные Kern ABS 220-4, 0,1 mg – 220 g; колонка аналитическая хроматографическая Ø2x75 мм, ProntoSil-120, C18, 5 мкм; ацетонитрил для хроматографии "хч" ТУ6-09-4326-76; нафталин для хроматографии "хч" ТУ6-09-2200-77; антрацен каменноугольный "чда" ТУ6-09-2283-77; пирен "для синтеза" фирмы Мерк (Гер-

			мания) №821051-0250; колба 2-100-2 ГОСТ 1770-74; колба 2-250-2 ГОСТ 1770-74; пипетка 7-2-10 ГОСТ 20292-74; стакан СВ-14/8 ГОСТ 25336-82
3.3	Определение воспроизводимости времен удерживания	4.3.3	То же по п. 3.2.
3.4	Определение относительного изменения выходного сигнала хроматографа (площадь пика) за нормируемое время 8 ч	4.3.4	То же по п 3.2.

Примечания :

- Перечисленные в таблице операции проводить при выпуске из производства, при вводе в эксплуатацию, а также при эксплуатации и хранении хроматографа.
- Перечисленные средства контроля и измерения могут быть заменены другими, обеспечивающими определение метрологических характеристик с требуемой точностью.
- Указанные средства измерения должны быть поверены в соответствии с ГОСТ 8.513-84.

1.2. При отрицательных результатах любой из операций поверки дальнейшая поверка прекращается, хроматограф бракуется.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, изложенные в главе 4.2 "Указания мер безопасности" руководства по эксплуатации (далее - РЭ) Э427.100.00.00 РЭ "Хроматограф жидкостный микроколоночный "Милюхром А-02".

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. Перед проведением поверки средства поверки должны быть подготовлены к работе в соответствии с их эксплуатационной документацией, на хроматографе должны быть выполнены подготовительные работы в соответствии с РЭ, приложением 1 настоящей инструкции и эксплуатационной документацией на персональный компьютер.

3.2. При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия применения хроматографа:

- 1) температура окружающего воздуха 20 ± 2 °С;
- 2) относительная влажность воздуха до 80 %;
- 3) атмосферное давление 84-107 кПа (630-800 мм рт.ст.);

- 4) напряжение переменного тока, питающего хроматограф 220 ± 22 В;
- 5) частота питающей сети 50 ± 1 Гц.

Примечания:

- Контроль температуры, влажности и давления окружающего воздуха проводить при помощи термометра ТЛ-2, ГОСТ 215-73, психрометра аспирационного МВ-4М, ТУ25-1607-054-85, барометра-анероида метеорологического БАММ-1, ТУ25-11.1513-79 или с помощью других средств контроля, гарантирующих требуемую точность.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

- 1) соответствие хроматографа технической документации в части комплектности (на соответствие формуляру Э427.100.00.00 ФО);
- 2) отсутствие дефектов и повреждений, влияющих на работоспособность и приводящих к нарушению требований безопасности, производственной санитарии и охраны окружающей среды;
- 3) целостность лакокрасочных и гальванических покрытий.

4.2. Опробование

4.2.1. Опробование хроматографа должно быть проведено в соответствии с РЭ, гл.5 «Подготовка к хроматографии ...» и гл.6 «Управление хроматографом...».

4.2.2. При опробовании проверяется общее функционирование хроматографа, возможность перехода из одного режима работы в другой, работа в режиме ручного управления и т.п.

4.2.3. Проверка герметичности жидкостной системы производится как описано в РЭ в главе 8.6 *“Проверка герметичности жидкостной системы”*.

4.3. Определение характеристик хроматографа

Определение характеристик хроматографа проводится с помощью управляющей программы **“МИЛИХРОМ А-02”** (“M-CHROM”)

4.3.1. Определение времени выхода на режим, дрейфа нулевого сигнала хроматографа, уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа проводится на имитаторе кюветы. Для этого следует отсоединить штатную кювету детектора от колонки, вынуть ее и вставить на ее место имитатор.

4.3.1.1. Установить следующий режим работы:

В управляющей программе в меню **Параметры/ конфигурация анализа** установить следующую конфигурацию анализатора:

Автодозатор:

Промывка иглы - выкл.

Промывка инжектора - вкл.

Объем буфера 5 мкл - выкл.

Насос:

Фиксированная скорость потока
Минимальное давление, МПа - 0.1
Максимальное давление, МПа - 7.0

Детектор:

Метод - двухлучевой
Режим - нормальный
Кювета - верхняя

С помощью пункта главного меню **Управление/ ручные операции/ установка температуры** задать температуру 35 °С, установить термостат в положение **Вкл.**

В меню **Старт детектора** установить следующий режим работы детектора:
постоянная времени (время измерения) - 0.34 с.
длина волны 1 - 250 нм;
длина волны 2 - выкл.

4.3.1.2. Включить детектор командой **Старт** и записать нулевой сигнал в течение 0,3 - 0,5 часа. Заметить время старта по часам наручным электронным "Электроника" или подобными (далее - часы). Установить шкалу (пиктограмма с треугольником и циркулем) для времени: 0 - 30 мин, для оптической плотности: ± 0.001 . За время измерения запись нулевого сигнала на экране компьютера должна выйти на плато (стабильный уровень). Хроматограф и детектор вышли на режим. По команде **Стоп** остановить измерения, данные при этом автоматически запишутся в файл с расширением **.det* в поддиректорию "TEMP" в основной директории **M-CHROM**. Заметить время остановки, определить продолжительность работы детектора. Это время будет определять время выхода хроматографа на режим (см. п.4.3.1.5).

Примечание. Здесь и далее, для целей дальнейшего просмотра и обработки экспериментальных файлов следует записывать полное имя файла, присутствующее в основном окне на экране во время работы детектора.

4.3.1.3. Повторно запустить детектор на запись нулевого сигнала в течение 0,5 часа. Остановить детектор, рассчитать дрейф как одностороннее смещение нулевого сигнала за 1 час работы в единицах оптической плотности в час (далее - е.о.п./ч) по формуле

$$\delta_t = 0,153 * I_{\text{CM}}, \quad (1)$$

где 0,153 - коэффициент пересчета оптической плотности на реальную кювету хроматографа "Милихром А-02";

I_{CM} - одностороннее смещение нулевого сигнала за 1 ч, е.о.п./см.

Результат рассчитывается автоматически по специальной обрабатывающей программе **METRO** после считывания полученного файла из поддиректории ...**M-CHROM\TEMP**. Процедура вычисления результатов по программе **METRO** производится для пунктов 4.3.1 - 4.3.4 одновременно и описана в п.4.5.

4.3.1.4. Дрейф нулевого сигнала хроматографа должен быть не более $5 \cdot 10^{-5}$ е.о.п./ч на имитаторе кюветы.

4.3.1.5. Время выхода на режим хроматографа должно быть не более 0,5 часа. Критерием выхода на режим является удовлетворительный результат по п. 4.3.1.4.

4.3.1.6. Рассчитать уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала в единицах оптической плотности по формуле:

$$\Delta_x = 0.153 * I_{\max}, \quad (2)$$

где 0,153 - коэффициент пересчета оптической плотности на реальную кювету хроматографа “Милюхром А-02”;

I_{\max} - максимальная амплитуда нулевого сигнала, е.о.п./см.

Результат рассчитывается автоматически из того же файла, что и дрейф, по программе **МЕТРО** после считывания полученного файла (см.п.4.3.1.3).

4.3.1.7. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа не должен превышать $1 \cdot 10^{-4}$ е.о.п.



Перед проведением хроматографических экспериментов необходимо:



- подготовить элюент (дегазировать) одним из методов, описанных в РЭ в главе 5.1 **“Подготовка элюентов”**, или подключить на выход кюветы клапан противодавления;
- произвести установку кюветы детектора, подключение и регенерацию колонки, как описано в РЭ главе 5.4 **“Кондиционирование или регенерация колонки”**;
- убедиться в отсутствии воздушных пузырьков в жидкостной системе, как это описано в РЭ в главе 8.2 **“Воздушные пузырьки в жидкостной системе”**;
- приготовить контрольный раствор № 1 в соответствии с методикой, приведенной в приложении 1.

4.3.2. Определение относительного СКО выходного сигнала хроматографа (площадь пика) выполнять после выхода хроматографа на режим (по п.4.3.1).

4.3.2.1. С помощью пипетки набрать в пробирку 100 - 120 мкл контрольного раствора №1, плотно закрыть ее пробкой. Установить пробирку в гнездо №1 автодозатора.

4.3.2.2. Установить режим работы хроматографа как в пункте 4.3.1.1.

В меню **Управление** выбрать пункт **Анализ** и открыть файл **test.cha**, в котором установлены следующие параметры проведения анализа:

Температура - 35 град °С

Автодозатор - номера проб от 1 до 12, номер пробирки для всех проб - 1, объем пробы (S), - 5 мкл, объем буфера (P) - 0 мкл.

Таблица детектора: постоянная времени - 0.18 с, длина волны 1 - 250 нм.

Таблица градиента: поток - 100 мкл/мин; регенерация - 0 мкл 50%Б ; нулевая ступень - 0 мкл 50%Б, первая ступень - 400 мкл 50%Б.

Элюент А - ацетонитрил.

Элюент Б - ацетонитрил.

По команде **Старт** начать серию из 12 анализов.

Хроматограф автоматически выполнит серию из 12 хроматограмм, данные автоматически запишутся в файлы с расширением ***.chr** в директории **M-CHROM \DATA\TEST\DATE** (гг-мм-дд).

Примечание: для целей дальнейшей обработки рекомендуется записать на бумаге полные имена файлов хроматограмм или внимательно изучить главу **ФАЙЛОВАЯ СИСТЕМА** в РЭ.

4.3.2.3. Поскольку в первых хроматограммах возможны явления отмывки колонки от результатов предыдущих экспериментов, возможно влияние процессов уравнивания колонки и пр., данные по первым двум хроматограммам в серии не учитываются. Произвести математическую обработку данных **последних десяти хроматограмм серии** и рассчитать относительное СКО выходного сигнала (v_{cp}) в процентах по формулам:

$$v_{cp} = \left(\sqrt{\sum_1^3 v_j^2} \right) / 3 \quad (3)$$

$$v_j = \frac{100}{A_{jcp}} * \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_{ji} - A_{jcp})^2}{n - 1}} \quad (4)$$

где n - число хроматограмм;

A_{ji} - площадь j -ого пика i -ой хроматограммы, е.о.п.*мкл.;

A_{jcp} - среднее арифметическое значение площади j -ого пика из десяти

хроматограмм, е.о.п.*мкл;

v_j - относительное СКО площади j -ого пика.

Результат рассчитывается автоматически по программе **METRO** после считывания файлов с расширением ***.chr** из директории **M-CHROM \DATA\TEST\DATE**.

4.3.2.4. Относительное СКО выходного сигнала не должно быть более 1%.

4.3.3. Определение воспроизводимости времен удерживания.

4.3.3.1. Относительное СКО времен удерживания T_{cp} . рассчитывается из тех же экспериментальных данных, что и СКО выходного сигнала, в процентах по формулам:

$$T_{cp} = \left(\sqrt{\sum_1^3 T_j^2} \right) / 3 \quad (5)$$

(6)

$$T_j = \frac{100}{T_{jcp}} * \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (T_{ji} - T_{jcp})^2}{n - 1}}$$

где n - число хроматограмм;
 T_{ji} - время удерживания j -ого пика для i -ой хроматограммы;
 T_{jcp} - среднее время удерживания

j -ого пика по всем хроматограммам;

T_j - относительное СКО времени удерживания для j -ого пика.

Результат рассчитывается автоматически по программе **METRO** после считывания файлов с расширением **.chr*.

4.3.3.2. Относительное СКО времен удерживания должно быть не более 1%.

4.3.4. Определение изменения выходного сигнала (площадь пика) за нормируемое время 8 ч непрерывной работы производить после проведения серии по п.п. 4.3.2 и 4.3.3.

Примечание. В течение 8 часов периодически, с интервалом не более 1 часа, следует через колонку возобновлять поток элюента с параметрами по п. 4.3.2.2, или же можно запустить серию анализов контрольного раствора № 1 из нескольких пробирок с многократным (не более 10) дозированием из одной пробирки.

4.3.4.1. Поставить новую пробирку с контрольным раствором № 1 в гнездо № 1 автодозатора. Повторить эксперимент и обработку результатов по пунктам 4.3.2.1, 4.3.2.2 через 8 часов.

4.3.4.2. Рассчитать относительное изменение выходного сигнала (площадь пика) за нормируемое время 8 ч непрерывной работы в процентах по формуле:

$$\delta = 100 * (A_{(i)cp} - A_{cp}) / A_{cp} \quad (7)$$

где $A_{(i)cp}$ – сумма средних арифметических значений площадей трех пиков серии, полученной в конце испытаний, е.о.п.*мкл.;

A_{cp} - сумма средних арифметических значений площадей трех пиков серии, полученной в начале испытаний, е.о.п.*мкл.

Значения $A_{(i)cp}$ и A_{cp} считываются из результатов расчетов по программе **METRO** в ячейке таблицы на пересечении строки *Среднее* и столбца *Сигнал*.

4.3.4.3. Изменение выходного сигнала хроматографа (сумма площадей трех пиков) за нормируемое время 8 ч не должно выходить за пределы $\pm 3\%$.

4.3.5. Процедура вычисления результатов по программе **METRO**.

Описание работы программы **METRO** приведено в приложении 2.

4.3.5.1. Войти в программу **METRO** двойным щелчком кнопки мыши по иконке, соответствующей этой программе.

4.3.5.2. По команде **Выберите хроматограммы для расчета** выбрать поддиректорию **M-CHROM\TEMP**. Выбрать нужный файл детектора с расширением ***.det**, нажать кнопку **Открыть**.

4.3.5.3. Повторно задать команду **Выберите хроматограммы для расчета**, выбрать директорию с файлами хроматограмм. Удерживая клавишу **Ctrl**, мышкой пометить выбранные файлы, нажать кнопку **Открыть**.

4.3.5.4. Выбрать команду **Расчет метрологических характеристик**. Расчет произведется автоматически.

4.3.5.5. Включить принтер и вывести на него отчет нажатием кнопки с изображением принтера.

4.3.5.6. Результаты для дрейфа нулевого сигнала детектора, шума детектора, СКО выходного сигнала (площадь пика), СКО времен удерживания прочитать в соответствующих разделах отчета.

5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. При положительных результатах поверки хроматографа при выпуске из производства, при вводе в эксплуатацию и в период эксплуатации оформляется **СВИДЕТЕЛЬСТВО О ПОВЕРКЕ** установленной формы и выполняется запись в формуляре на хроматограф, заверенная поверителем с нанесением поверительного клейма и даты поверки.

5.2. При отрицательных результатах поверки оформляется извещение о непригодности установленной формы, прибор бракуется, к дальнейшей эксплуатации не допускается и направляется в ремонт.

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

При приготовлении контрольных растворов массовая концентрация вещества (С) определяется по формуле:

$$C = N \cdot m / V,$$

где N - массовая доля основного вещества (в долях единицы);

m - масса вещества, г;

V - объем раствора, см³ (мл).

2. Погрешность приготовления контрольного раствора определяется погрешностью, обусловленной наличием примесей в препарате, погрешностью взвешивания, погрешностью используемой мерной посуды.

Предел допускаемой погрешности аналитических весов составляет 0,2 мг.

Относительная погрешность определения массы вещества (δ_m) определяется по формуле:

$$\delta_m = \pm \Delta m / m, \quad (1)$$

где Δm - допускаемая погрешность взвешивания, мг;

m - масса навески вещества, мг.

Допускаемая погрешность взвешивания для двух измерений (пустого стаканчика и стаканчика с навеской):

$$\Delta m = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2} = 0,28 \text{ мг}$$

Относительная погрешность используемой мерной посуды (δ_v) определяется по формуле:

$$\delta_v = \pm \Delta V / V, \quad (2)$$

где ΔV - допускаемая погрешность от номинальной вместимости мерной посуды, см³ (мл);

V - объем используемого раствора, см³ (мл).

Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества (δ_N) в препарате определяется по формуле:

$$\delta_N = \pm \Delta N / N, \quad (3)$$

где ΔN - допускаемая погрешность, обусловленная содержанием примесей в основном веществе, %;

N - массовая доля основного вещества в препарате, %.

Погрешность приготовления контрольных растворов (δ) в процентах определяется по формуле:

$$\delta = \pm 100 \cdot k \cdot \sqrt{\delta_N^2 + \delta_m^2 + \delta_v^2}, \quad (4)$$

где k - коэффициент, равный 1,1 при доверительной вероятности 0,95.

1. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА №1.

1.1 Для приготовления контрольного раствора № 1 используется нафталин для хроматографии "хч", антрацен каменноугольный "чда", пирен фирмы "Мерк" "для синтеза", ацетонитрил "осч" для жидкостной хроматографии.

На аналитических весах в стаканчике СВ-14/8 (далее по тексту - стаканчик) взвесить 145 мг нафталина. Навеску перенести в колбу 2-250-2.

Аналогично произвести взвешивание 50 мг пирена, навеску перенести в ту же колбу.

Взвесить 30 мг антрацена. Навеску перенести в колбу 2-100-2, до метки прилить ацетонитрил, встряхивать до полного растворения осадка. Затем из колбы 2-100-2 отобрать пипеткой 7-2-10 10 см³ (10 мл) раствора и перенести в колбу 2-250-2 (где уже имеются нафталин и пирен), заполнить колбу 2-250-2 до метки ацетонитрилом, встряхивать до полного растворения осадка.

1.2 Относительная погрешность определения массы нафталина при взвешивании (δ_m^{Np}) определяется по формуле (1):

$$\delta_m^{Np} = \pm 0,28/145 = \pm 0,002$$

1.3. Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества для нафталина (δ_N^{Np}) в препарате определяется по формуле (3):

$$\delta_N^{Np} = \pm 0,1/99,9 = \pm 0,001$$

1.4 Суммарная относительная погрешность для массы нафталина в контрольном растворе (δ_{Np}) равна:

$$\delta_{Np} = \pm \sqrt{(\delta_m^{Np})^2 + (\delta_N^{Np})^2} = \pm \sqrt{0,002^2 + 0,001^2} = \pm 0,002$$

1.5 Относительная погрешность определения массы пирена при взвешивании (δ_m^{Py}) определяется по формуле (1):

$$\delta_m^{Py} = \pm 0,28/50 = \pm 0,006$$

1.6 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества для пирена (δ_N^{Py}) в препарате определяется по формуле (3):

$$\delta_N^{Py} = \pm 2/98 = \pm 0,020$$

1.7 Суммарная относительная погрешность для массы пирена в контрольном растворе (δ_{Py}) равна:

$$\delta_{Py} = \pm \sqrt{(\delta_m^{Py})^2 + (\delta_N^{Py})^2} = \pm \sqrt{0,006^2 + 0,020^2} = \pm 0,021$$

1.8 Относительная погрешность определения массы антрацена при взвешивании (δ_m^{An}) определяется по формуле (1):

$$\delta_m^{An} = \pm 0,28/30 = \pm 0,009$$

1.9 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества для антрацена (δ_N^{An}) в препарате определяется по формуле (3):

$$\delta_N^{An} = \pm 2/98 = \pm 0,020$$

1.10 Относительная погрешность используемой мерной посуды при введении антрацена в контрольный раствор № 1 (δ_V^{An}) определяется по формуле (2).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-100-2 составляет $\pm 0,2 \text{ см}^3$ ($\pm 0,2 \text{ мл}$), для пипетки 7-2-10 составляет $\pm 0,1 \text{ см}^3$ ($\pm 0,1 \text{ мл}$).

$$\delta_V^{An} = \pm (0,2/100 + 01/10) = \pm 0,012$$

1.11 Суммарная относительная погрешность для массы антрацена в контрольном растворе N1 (δ_{An}) равна:

$$\delta_{An} = \pm \sqrt{(\delta_m^{An})^2 + (\delta_N^{An})^2 + (\delta_V^{An})^2} = \pm \sqrt{0,009^2 + 0,020^2 + 0,012^2} = \pm 0,025$$

1.12 Относительная погрешность используемой мерной посуды при приготовлении контрольного раствора № 1 определяется по формуле (2).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-250-2 составляет $\pm 0,3 \text{ см}^3$ ($\pm 0,3 \text{ мл}$).

$$\delta_V = \pm 0,3/250 = \pm 0,0012$$

1.13 Погрешность приготовления контрольного раствора № 1 в процентах определяется по формуле (4) и равна:

$$\begin{aligned} \delta &= \pm 1,1 * 100 * \sqrt{\delta_{Np}^2 + \delta_{Py}^2 + \delta_{An}^2 + \delta_V^2} = \\ &= \pm 1,1 * 100 * \sqrt{0,002^2 + 0,021^2 + 0,025^2 + 0,001^2} = \pm 3,6 \end{aligned}$$

Таким образом, погрешность приготовления контрольного раствора № 1 составляет $\pm 3,6\%$.

2. МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА № 2.

2.1 Контрольный раствор № 2 готовится двойным разбавлением раствора антрацена 0,3 мг/мл, используемого при приготовлении контрольного раствора N1. Из колбы 2-100-2, содержащей раствор антрацена в ацетонитриле, отобрать пипеткой 4-2-1 1 см³ (1 мл) раствора и перенести в колбу 2-250-2, заполнить ее до метки ацетонитрилом, тщательно перемешать. Затем из колбы 2-250-2 отобрать пипеткой 4-2-1 1 см³ (1 мл) раствора и перенести в колбу 2-100-2, заполнить ее до метки ацетонитрилом, тщательно перемешать.

2.2. Относительная погрешность определения массы антрацена при взвешивании (δ_m^{An}) определяется по формуле (1):

$$\delta_m^{An} = \pm 0,28/30 = \pm 0,009$$

2.3 Относительная погрешность определения массовой доли основного вещества для антрацена (δ_N^{An}) в препарате определяется по формуле (3):

$$\delta_N^{An} = \pm 2/98 = \pm 0,020$$

2.4 Относительная погрешность используемой мерной посуды δ_v при приготовлении контрольного раствора № 2 определяется по формуле (2).

Допускаемая погрешность от номинальной вместимости для колбы 2-100-2 составляет $\pm 0,2$ см³ ($\pm 0,2$ мл), для колбы 2-250-2 составляет $\pm 0,3$ см³ ($\pm 0,3$ мл), для пипетки 7-2-10 - $\pm 0,1$ см³ ($\pm 0,1$ мл), для пипетки 4-2-1 - $\pm 0,01$ см³ ($\pm 0,01$ мл).

$$\delta_v = \pm (0,3/250 + 2*0,2/100 + 0,1/10 + 2*0,01/1) = \pm 0,033$$

2.5 Погрешность приготовления контрольного раствора № 2 в процентах определяется по формуле (4) и равна:

$$\delta = \pm 1,1*100* \sqrt{0,009^2 + 0,020^2 + 0,033^2} = \pm 4,0$$

Таким образом, погрешность приготовления контрольного раствора № 2 составляет $\pm 4,0\%$.

3. АТТЕСТАЦИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ № 1 И № 2

Приготовление контрольных растворов должно осуществляться лицами, аттестованными на право приготовления контрольных растворов, с обязательной записью в "Журнале приготовления контрольных растворов".

Контрольные растворы хранятся в стеклянной посуде из темного стекла при комнатной температуре не более одного года.

Краткое руководство по работе с программой метрологических расчетов «METRO»

1. ВВЕДЕНИЕ

Программа метрологических расчетов "METRO" входит в пакет программ для управления и математической обработки хроматографических данных хроматографа "МИЛИХРОМ А-02".

Программа "METRO" предназначена для работы под управлением WINDOWS®95/98 или более поздних выпусков, устанавливается, вызывается и закрывается стандартными для WINDOWS® средствами. Программа "METRO" обеспечивает расчеты основных нормируемых метрологических параметров хроматографа "МИЛИХРОМ А-02" – величин флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала детектора, среднеквадратического отклонения (СКО) времен удерживания пиков и выходного сигнала (площади пика) в соответствии с инструкцией по поверке Э426.100.00.00 И10 с выдачей печатного отчета.

Для расчета параметров необходимо выполнить все полготовительные работы и произвести хроматографические эксперименты в соответствии с упомянутой инструкцией.

2. РАБОТА С ПРОГРАММОЙ

При вызове программы на экране появляется диалоговое окно, изображенное на рис.1. Кнопки с пиктограммами в левой части окна обеспечивают все управление работой программы, для удобства работы они снабжены всплывающими подсказками.

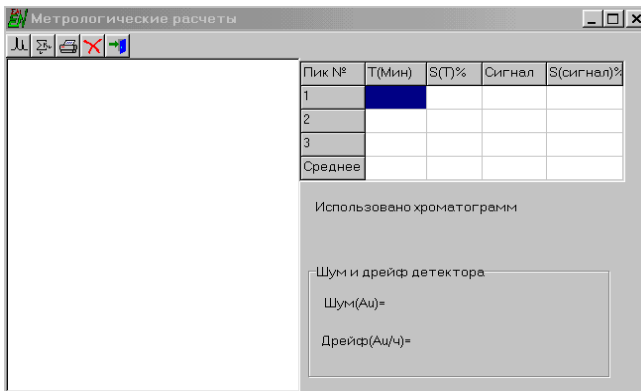


Рис.1. Основное окно программы «METRO»



При подведении указателя мыши к первой кнопке возникнет подсказка "**Выберите хроматограммы для расчета**", а при щелчке – откроется стандартное диалоговое окно (рис.2) для выбора хроматограмм, которые будут участвовать в расчете СКО, и файла детектора, на основании которого будут выполнены расчеты величин шума и дрейфа детектора.

В окошке **Папка** надо выбрать диск и директорию (папку), в которой содержатся хроматограммы. Удерживая клавишу **Ctrl** на клавиатуре, мышью пометить необходимые хроматограммы и нажать **Открыть** файлы. Список файлов появится в основном окне программы.

Для получения полного отчета рекомендуется вновь открыть диалоговое окно выбора, выбрать папку с файлами детектора и так же **Открыть** соответствующий файл.

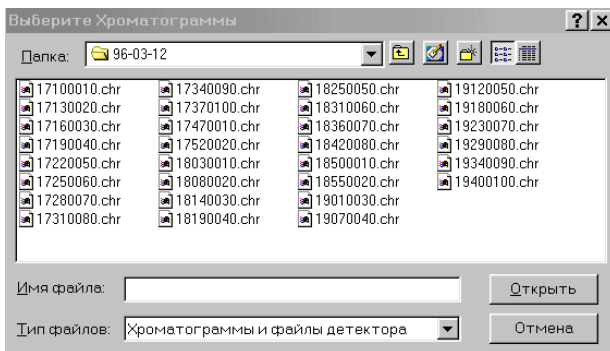


Рис.2. Окно выбора хроматограмм и файла детектора

Расчет метрологических характеристик. При нажатии на кнопку, изображенную слева, автоматически будут выполнены все расчеты, и результат расчетов будет отражен в основном окне справа.



Программа рассчитана только на обработку таких хроматограмм, которые выполнены в соответствии с инструкцией по поверке и времени удерживания пиков в которых не отличаются от среднестатистических для этой системы более чем на 5 процентов.

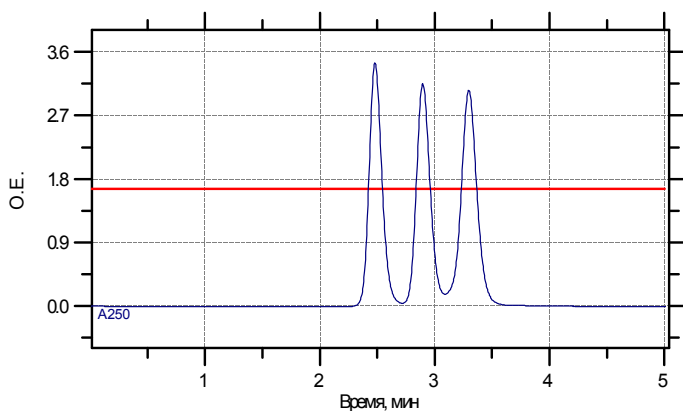
В случае неудачных хроматографических экспериментов или при ошибочном выборе хроматограмм на экране возникнет окно предупреждения с надписью "В хроматограмме не найден пик для расчета :..... Хроматограмма исключена из расчета". С этим можно либо согласиться (**ОК**) и получить результат по оставшимся, либо добавить дополнительные хроматограммы.



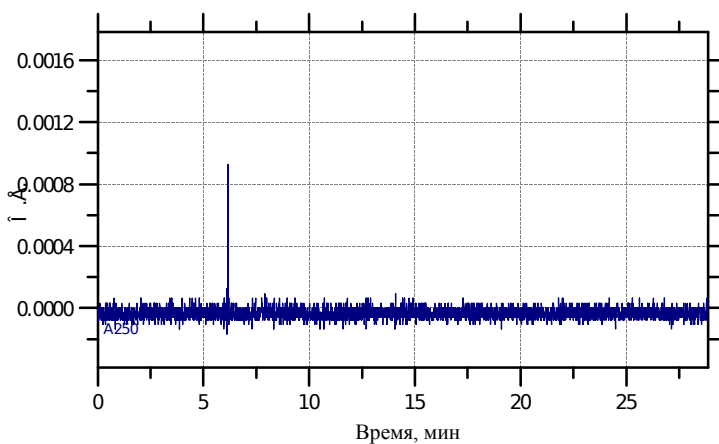
Печать результатов расчета. При нажатии на кнопку с нарисованным принтером открывается окно предварительного просмотра печатного отчета. Форма отчета жестко задана и не может быть изменена. В нем предусмотрено отражение всех данных хроматографических экспериментов (колонка, проба, режим детектора, режим элюции, имена файлов и пр.) и собственно результатов расчетов с соответствующими заключениями: "Тест СКО ПРОШЕЛ" или "Тест СКО НЕ ПРОШЕЛ". Заключение о том, что тест прошел либо не прошел, делается на основании соответствующих критериев, записанных в инструкции по поверке и в ТУ на хроматограф "МИЛИХРОМ А-02".

Отчет может быть записан в файл. Файл записывается в txt-формате в той же директории, где находятся хроматограммы, и в последствии он может быть вставлен в текстовый или графический редактор.

Примерный вид хроматограммы поверочной смеси "тест-3".



Примерный вид записи шума и дрейфа детектора. Допускается наличие случайного выброса - не более одного за период записи.



Примерный вид отчета по результатам поверки

Расчет Метрологических показателей прибора 14.11.2007 18:11:46

Все права защищены © ЗАО ИХ ЭкоНова®

Расчет СКО (среднее квадратическое отклонение) выходного сигнала
и СКО времен удерживания

Обозначения:

Тср. - среднее время удерживания для каждого пика

СКО(Т) - относительное СКО времен удерживания.

Сигнал - средняя площадь для каждого пика.

СКО(сигнал)- относительное СКО выходного сигнала (площадь пика).

Номер пика	Тср мин	СКО(Т) %	Сигнал е.о.п.*мк	СКО(сигнал) %
	12,474	0,227	45,273	0,511
	22,884	0,219	45,467	0,741
	33,277	0,219	53,392	0,636

Среднее 0,222S Σ 144,133 0,637

Тест СКО времен удерживания ПРОШЕЛ!

Тест СКО сигнала ПРОШЕЛ!

При расчетах использовано файлов 10

Следующие файлы:

P:\test5\15000110.chr

P:\test5\14140030.chr

P:\test5\14200040.chr

P:\test5\14250050.chr

P:\test5\14310060.chr

P:\test5\14370070.chr

P:\test5\14430080.chr

P:\test5\14480090.chr

P:\test5\14540100.chr

P:\test5\14080020.chr