

УТВЕРЖДАЮ

**Заместитель директора
по производственной метрологии
ФГУП "ВНИИМС"**



Н.В. Иванникова

2020 г.

ИНСТРУКЦИЯ

**Хроматографы ионные Metrohm модели
883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario**

**Методика поверки
МП 58751-14**

с изменением № 1

**г. Москва
2020 г.**

Настоящая инструкция распространяется на хроматографы ионные Metrohm модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario фирмы "Metrohm AG", Швейцария, с кондуктометрическим, электрохимическим детекторами и детектором на диодной матрице – и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Методика поверки МП 58751-14 "Инструкция. Хроматографы ионные Metrohm модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario. Методика поверки" с изменением № 1 распространяется, в том числе, и на СИ, находящиеся в эксплуатации.

Допускается проводить периодическую поверку хроматографов ионных модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario на основании письменного заявления владельца с детектором (-ами), с которым (-и) хроматограф эксплуатируется.

(Измененная редакция, Изм.№ 1).

Интервал между поверками - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта инструкции
Внешний осмотр	4.1
Опробование (определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала)	4.2
Определение метрологических характеристик:	4.3
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	4.3.1
- определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	4.3.2

При наличии нормативной документации на методику выполнения измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-2009, поверку разрешено проводить в соответствии с НД на МВИ.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства поверки:

- ГСО 7793-2000 состава раствора нитрат-ионов, массовая концентрация нитрат-ионов 1 мг/см³, относительная погрешность ±1%;
- ГСО 7775-2000 состава раствора ионов натрия, массовая концентрация ионов натрия 1 мг/см³, относительная погрешность ±1%;
- ГСО 7813-2000 состава раствора хлорид-ионов, массовая концентрация хлорид-ионов 10 мг/см³, относительная погрешность ±1%;
- ГСО 7270-96 состава раствора фенола в этаноле, массовая концентрация фенола 1 мг/см³, относительная погрешность ±1%;
- вода деионизированная марки А по ОСТ 11.029.003-80.

Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых средств измерений с требуемой точностью.

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 переменного тока, В	220 ⁺²² ₋₃₃
- частота сети, Гц	50 ± 1

3.2 Подготовительные работы выполняют в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

3.3 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы, назначение и содержание анализируемых компонентов в которых приведены в таблице 2.

3.4 Процедура приготовления контрольных растворов приведена в приложении 1.

Таблица 2

Наименование характеристики	Детектор			
	кондуктометрический (определение анионов)	кондуктометрический (определение катионов)	электрохимический	на диодной матрице
Контрольный раствор	хлорид-ионов	ионов натрия	фенола	нитрат-ионов
Массовая концентрация компонента, мг/дм ³	5	5	5	10
Объем пробы, мкл	20	20	20	20
Элюент*	3,2 мМ Na ₂ CO ₃ + 1 мМ NaHCO ₃	2,0 мМ HNO ₃	20 мМ KNO ₃ + 0,5 мМ H ₂ SO ₄ в 50 % растворе метанола	3,2 мМ Na ₂ CO ₃ + 1 мМ NaHCO ₃
Скорость потока, см ³ /мин	0,7	0,9	0,8	0,7
Длина волны	-	-	-	Длина волны 254 нм
Примечание. * Допускается применение других элюентов указанных в паспорте на аналитическую колонку. Для записи уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала допускается использование деионизованной воды, в качестве элюента.				

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

4.2 Опробование

При опробовании проводят определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.

Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на режим через час после включения хроматографа при условиях, указанных в таблице 2, в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

После выхода хроматографа на режим записывают в течение 30 минут – часа нулевой сигнал каждого детектора на наиболее чувствительной шкале.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (Δx) принимают равным максимальному значению амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с.

Значение дрейфа нулевого сигнала принимают равным смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.

Значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала не должны превышать указанных в таблице 3.

Таблица 3

Наименование характеристики	Детектор			
	кондуктометрический (определение катионов)	кондуктометрический (определение анионов)	электрохимический	на диодной матрице
Уровень флуктуационных шумов, не более	$5 \cdot 10^{-9}$ См/см	$1 \cdot 10^{-9}$ См/см	$5 \cdot 10^{-12}$ А	$3 \cdot 10^{-5}$ е.о.п.
Дрейф нулевого сигнала, не более	$5 \cdot 10^{-7}$ См/(см·ч)	$1 \cdot 10^{-7}$ См/(см·ч)	$5 \cdot 10^{-12}$ А/час	$5 \cdot 10^{-3}$ е.о.п.

(Измененная редакция, Изм.№ 1).

4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать п.п. 3.1, 3.4.

Контрольную смесь (таблица 2) вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходного сигнала (времени удерживания и площади пика), вычисляют среднее арифметическое значение выходного сигнала (\bar{X}).

Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$S = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где X_i – i -ое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала не должны превышать норм, приведенных в таблице 4.

4.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы.

Условия измерений аналогичны, описанным в п. 3.1. Проводят операции, по п. 4.3.1. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения по п. 4.3.1.

Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле

$$\delta_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (2)$$

где \bar{X}_i – среднее арифметическое значение выходного сигнала через 8 часов непрерывной работы.

4.3.5 Значения относительного изменения выходного сигнала не должны превышать норм, приведенных в таблице 4.

Таблица 4

Наименование характеристики	Детектор		
	кондуктометрический	электрохимический	на диодной матрице
Пределы допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала, %, не более:			
- по времени удерживания	±0,5	±1,0	±1,0
- по площади пиков	±2,0	±3,0	±2,0
Относительное изменение выходного сигнала хроматографа за 8 часов непрерывной работы (по площади пиков), %, не более	±4,0	±6,0	±4,0

5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки хроматографов ионных Metrohm модели 883 Basic IC plus, 930 Compact IC Flex, 940 Professional IC Vario заносят в протокол произвольной формы.

5.2 Положительные результаты поверки хроматографов оформляют выдачей свидетельства в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

5.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, к эксплуатации не допускаются. Хроматографы изымают из обращения. Свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Минпромторга России № 1815 от 02.07.2015 г.).

5.4 Знак поверки наносится на свидетельство о поверке.

(Измененная редакция, Изм.№ 1).

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"

Вихрова

С.В. Вихрова

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления аттестованных водных растворов нитрат-ионов, хлорид-ионов, ионов натрия, фенола в диапазоне массовой концентрации (5 – 10) мг/дм³.

1 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1 ГСО состава раствора нитрат-ионов.
- 1.2 ГСО состава раствора хлорид-ионов.
- 1.3 ГСО состава раствора натрий-ионов.
- 1.4 Колбы мерные наливные 2-100-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770-74.
- 1.5 Пипетки градуированные 1-1-2-1 по ГОСТ 29227-91.
- 1.6 Вода деионизированная марки А по ОСТ 11.029.003-80.

2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

2.1 Приготовление раствора нитрат-ионов с массовой концентрацией 10 мг/дм³
1 см³ раствора ГСО с массовой концентрацией нитрат-ионов 1 мг/см³ вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой.

2.2 Приготовление раствора хлорид-ионов с массовой концентрацией 5 мг/дм³
0,1 см³ раствора с массовой концентрацией хлорид-ионов 1 мг/см³ вносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой.
(Измененная редакция, Изм.№ 1).

2.3 Приготовление раствора ионов натрия с массовой концентрацией 5 мг/дм³
1 см³ раствора с массовой концентрацией ионов натрия 1 мг/см³ вносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят содержимое колбы до метки деионизированной водой.

2.4 Приготовление раствора фенола с массовой концентрацией 5 мг/дм³
1 см³ раствора с массовой концентрацией фенола 1 мг/см³ вносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят содержимое колбы до метки ацетонитрилом или метанолом.