

УТВЕРЖДАЮ

Зам.директора
ФБУ «Нижегородский ЦСМ»

А.Н. Лахонин

2015г.



МИКРОШПРИЦЫ

АГАТ МШ-1, АГАТ МШ-1Н

Методика поверки

№ р.63775-16

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на микрошприцы АГАТ МШ-1, АГАТ МШ-1Н объемом 1 мкл., и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Микрошприцы АГАТ МШ-1, АГАТ МШ-1Н являются средством измерения дозируемого объема и предназначены для ввода жидких проб в дозатор хроматографа.

Межповерочный интервал — 1 год.

1 Операции и средства поверки

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта	Обязательность проведения операции при		
		поверки	первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	3.1		да	да
2 Опробование	3.2		да	да
Герметичность микрошприца	3.3.		да	да
3 Определение метрологических характеристик:	3.4.1			
а) допускаемая систематическая составляющая погрешности	3.4.3		да ²⁾	да ²⁾
б) допускаемое СКО случайной составляющей погрешности	3.4.4		да ¹⁾	да ¹⁾
в) неисключенная систематическая погрешность	3.4.5		да ¹⁾	да ¹⁾

¹⁾ — для микрошприцев, подвергаемых периодическим испытаниям

²⁾ — для 10% количества ежемесячно выпускаемых микрошприцев.

1.2 При проведении поверки должны быть применены следующие средства поверки:

- весы лабораторные рычажные ВЛР-20, класса 2 по ГОСТ 53228-2008;
- секундомер СОСпр-26-2-000 по ГОСТ 23350, класс ± 1 с/сут.;
- манометр образцовый 10 кгс/см², класс точности 0,4.

При проведении поверки должны быть применены следующие вспомогательные средства:

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;
- барометр БАММ-1;
- гигрометр психрометрический ВИТ-2;
- растворитель (спирт по ГОСТ Р 55878-2013);
- стенд для проверки микрошприца на герметичность
- лупа ПП-2,5^x или лупа ПП1-4^x ГОСТ 25706-83;
- баллон 40 л с азотом по ГОСТ 9293-74;
- редуктор баллонный ДКП-1-65 по ГОСТ 13861-89.

Примечание:

1) Указанные средства поверки должны быть поверены в соответствии с ГОСТ 8.002-86.

2) Допускается применение других средств поверки, метрологические характеристики которых не хуже указанных.

2. Условия поверки и подготовка к ней

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

- температура в помещении — $20 (\pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха — от 30 до 80 %;
- атмосферное давление - от 84 до 106 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.), изменяющееся в процессе поверки не более чем на ± 5 кПа ($\pm 37,5$ мм рт.ст.);

Подготовительные работы следует выполнять в соответствии с указаниями, изложенными в руководстве по эксплуатации на микрошприц АГАТ МШ-1 (МШ-1Н) 4215-004-62222403-2015 РЭ.

3. Проведение поверки

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

3.2 Перед началом и в конце цикла поверки микрошприц промывают трех-пятикратным прокачиванием спиртом.

3.3 Проверка герметичности осуществляется на стенде:

- смочить, путем многократного прокачивания иглу и шток микрошприца;
- отобрать максимальный объем пробы и ввести конец иглы в устройство подключения иглы с давлением $0,3 \text{ МПа} \pm 0,01$ (3 кгс/см^2);
- опустить микрошприц вместе с устройством в ванну с дистиллированной водой.

Не допускается появление регулярных пузырьков газа из любых мест микрошприца в течение 20 секунд.

3.4 Определение объема дозы производят весовым методом.

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

3.4.2 Массу определяют методом взвешивания на одном плече. 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 микрошприца в сосуд с дистиллированной водой, после трех-пятикратного прокачивания плавно заполняют объем микрошприца, 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 микрошприца в ампулу, касаясь кончиком иглы кусочка ваты на дне, вводят в ампулу объем дистиллированной воды из микрошприца. Набирают объем 1 мкл и после заполнения ампулу взвешивают. По разности масс заполненной и пустой ампулы определяют массу дистиллированной воды.

3.4.3 Произвести три взвешивания, используя каждый раз сухую тару. Найти среднее арифметической трех взвешиваний по формуле:

$$\bar{P} = \frac{\sum_{i=1}^3 P_i}{3}$$

где \bar{P} – средняя масса пробы, мг;

P_i – результат i -го взвешивания пробы, мг

Среднее значение максимального дозируемого объема (V , мкл) вычислить по формуле:

$$\bar{V} = \frac{\bar{P}}{qt}$$

где \bar{P} – средняя масса пробы, мг;

qt – удельный вес воды, приведенный к температуре взвешивания, г/см³.

(«Справочник химика», том 1. Изд.второе. Ленинград-Москва. 1963. стр.545).

Допускаемая систематическая составляющая погрешности (δ , %) определяется по формуле:

$$\delta = \frac{\bar{V} - V_{НОМ}}{V_{НОМ}} \times 100$$

где \bar{V} – среднее значение максимального объема пробы, мкл;

$V_{НОМ}$ – номинальное значение максимального объема пробы, мкл.

Полученный результат не должен превышать $\pm 3\%$.

3.4.4 Допускаемое СКО случайной составляющей погрешности дозирования определяется методом взвешивания объема 0,5 мкл.

Проводится последовательно 10 взвешиваний.

Допускается не учитывать измерения, при которых допущены явные ошибки (деформация деталей микрошприца, неправильный отбор пробы). При этом проводятся дополнительные измерения до общего количества 10 нормальных измерений.

При количестве ошибок более трех серия из 10 измерений повторяется полностью.

СКО (δ) результатов взвешиваний вычислить по формуле:

$$\sigma = \frac{33,3}{\bar{P}} \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (P_i - \bar{P})^2}$$

где \bar{P} – среднее арифметическое значение результатов взвешиваний, мг;

P_i – результат взвешивания i -ой массы пробы, мг.

Полученное значение не должно превышать 2.

3.4.5 Определение неисключенной систематической погрешности рассчитывают по формуле:

$$\theta = 1,1 \sqrt{\delta^2 + \delta^2 + \Delta Ч^2},$$

где δ - допускаемая систематическая составляющая погрешности, %;

δ - СКО случайной составляющей погрешности,

$\Delta Ч$ – максимальная погрешность весов, которая определяется по формуле:

$$\Delta Ч = 1,1 \sqrt{\Delta_{от}^2 + \Delta_r^2},$$

где $\Delta_{от}$ – погрешность отсчета по шкале, мг = $\pm 0,015$

Δ_r - погрешность встроенных гирь и их комбинация, мг = $\pm 0,025$

$\Delta Ч$ для МШ-1 = 3,2%.

Полученное значение неисключенной составляющей погрешности для МШ-1 не должно превышать 5,3 %.

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

4. Оформление результатов поверки

4.1 Положительные результаты первичной и периодической поверки удостоверяются записью в паспорте, заверяемой подписью поверителя и знаком поверки.

4.2 При отрицательных результатах поверки выпуск в обращение и применение микрошприцев запрещается и выдается извещение о непригодности с указанием причин.

ПРОТОКОЛ № _____

первичной (периодической) поверки микрошприцев, принадлежащих _____,
согласно документу «Микрошприцы АГАТ МШ-1, АГАТ МШ-1Н. Методика поверки».

Тип микрошприца _____, порядковые номера _____

Изготовитель ООО «Лабораторные Технологии», г. Дзержинск,

Год изготовления _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____ °С;

Атмосферное давление _____ кПа;

Относительная влажность _____ %.

Средства поверки:

1. Внешний осмотр

2. Опробование

3. Определение метрологических характеристик:

- определение допускаемой систематической составляющей погрешности

№ микрошприца	Вес 1 мкл. воды, мг.	Среднее значение 1 мкл. воды, мг.	Предел допускаемой систематической составляющей погрешности	Найденное значение допускаемой систематической составляющей погрешности

Заключение:

По результатам поверки выдано свидетельство о поверке или извещение о непригодности

№ _____ от _____ 201__ г.

Поверитель

(личная подпись)

(инициалы, фамилия)

_____ 201__ г.