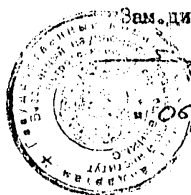


Государственный комитет СССР по стандартам

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ВНИИМС



Э.Э.Зульфугарзаде

" 07 " 1984 г

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
МИКРОСПРИЦ "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 микрошприц "Газохром IOI" (в дальнейшем - микрошприц) и устанавливают методы и средства его первичной и периодической поверок. Периодичность поверки не реже 1 раза в год.

# I. 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 микрошприца	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 объемом 1 мл по ГОСТ 18122-75,  
растворитель (спирт по ГОСТ 18300-72);

Л60.284.002

Инв. № табл. 28 44	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № докум.	Подп. и дата	Лист 1	Л60.284.002		
						Микрошприц "Газохром IOI"		
						Методы и средства поверки		
						Московский опытный завод "Хроматограф"		
Изм. №	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Лист	Лист	Лист	
Резав	Шиликина	11.11.1989			1	2	8	
Проб.	Черных	11.11.1989						
Нач. отд.	Таноян	11.11.1989						
Н. контр.	Растович	11.11.1989						
Контр.								

стенд для проверки микрошприца на герметичность (см. Приложение<sup>1</sup>); ②

секундомер СДСпр-1-2 по ГОСТ 5072-72;

лупа бинокулярная ЛБ-2 ТУ 3-687-73;  
<sup>017-2,5 мм лупа ЛБ-1-4 ГОСТ 25706-83</sup>

баллон 40 л с азотом по ГОСТ 9293-59;<sup>74</sup>

редуктор баллонный ДМ-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 микрошприц 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 опифровки шкалы,

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

4.3. Проверка герметичности осуществляется на стенде (см. Приложение<sup>1</sup>): ②

редуктором баллонным (3) устанавливают давление азота  $(400 \pm 10)$  КПа по образцовому манометру (7). Прокачивают микрошприц (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 микрошприц в камеру (4), проткнув резиновое

Изм. № подл.	Подп. и дата	Выпущен №	Изм. № докум.	Подп. и дата
7844	Лесин			

Изм.	Лист	Число	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 душой, медленно выдвигают шток до того момента, как капля на срезе скроется в канале иглы. По разности показаний шкалы микроприци 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 продолжают 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

№ 4844  
Имя N-подл. Имя и дата  
Взвешивание № Инв. № дубл. Подп и дата

Лист

4.4.4. Предельное отклонение действительного значения объема дозы от номинального ( $\Delta V$ ) определяют по формуле:

$$\Delta V = V_g - V_n \quad (1)$$

где  $\Delta V$  - в мкл;

$V_n$  - номинальный объем дозы микрошприца (1,0 или 0,5) мкл

$V_g$  - действительное значение объема дозы микрошприца, мкл, определяют по формуле:

$$V_g = \frac{x_{cp}}{d_{20}^t} \cdot 10^3 \quad (2)$$

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

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

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

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

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 проверку. В случае, если  $\Delta V \geq 0,05$  мкл, микрошприц бракуется. Допускается микрошприц, не прошедший проверку, отремонтировать. После ремонта микрошприц подвергается повторной проверке.

При правильном соблюдении вышеизложенной методики суммарная погрешность аттестации не превышает 2,5% (см. Приложение 2.)

ИЛС N=подл. Подл. и дата  
7844  
взвешив. № ИЛС N=доз. Подл. и дата

Изм. Акция N° докум. Подл. Дата

Л60.284.002

Лист  
5

## 5. Оформление результатов поверки

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

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

Шиф. № подл.	Подп. и дата	Взвешив. №	Шиф. № дубл.	Подп. и дата					
98 44	Вен								
					Лбд. 284.002				
					Лист				
					6				

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата					

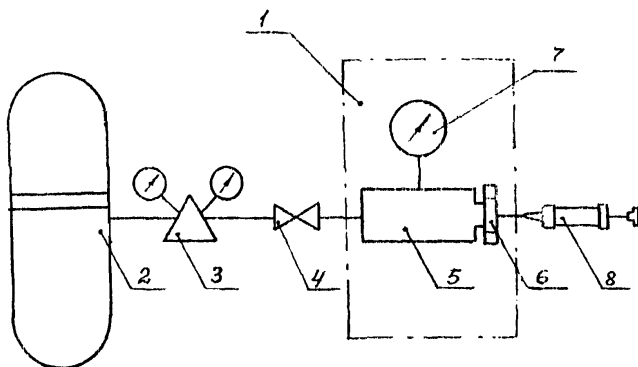


# ПРИЛОЖЕНИЕ

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

Устройство пневматическое состоит из камеры<sup>(5)</sup> имитирующей испарительное устройство хроматографа. Камера представляет собой цилиндр у которого с одной стороны находятся впаянные 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. Подп. и дата Изм. №: подл. Подп. и дата

Л60.284.002

Лист  
7

РАСЧЕТ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТАЦИИ МИКРОПИРАДЕВ  
"ГАЗОХРОМ - 101"

Приложение 2

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

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

где  $n$  - число наблюдений,

$m_i$  - масса дистиллированной воды в  $i$ -м наблюдении.

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

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

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

где  $g^t$  - значение плотности дистиллированной воды при температуре  $t^{\circ}C$ ;  $отмеч$

$\sum g$  - погрешность значения плотности дистиллированной воды (находят по справочным данным с учетом температурной  $t^{\circ}C$  погрешности опыта)

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

3. Определяют отношение

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

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

$$\delta_V = E$$

4. Доверительные границы погрешности результата измерения определяют по формуле:

$$\delta_V = 1,15 (t_g G_{отн})$$

где  $t_g$  - коэффициент Стьюдента

$$t_g \text{ для } n=4 \text{ и } P=0,95 \quad t_g = 3,182.$$

$$\text{тогда } \delta_V = 1,15 (3,182 \cdot 0,0063) \cdot 100\% = 2,31\% \approx 2,5\%$$

Подп. и дата  
Умбл. и дата  
Умбл. и дата  
Умбл. и дата

1	Ноб.	18.24.12	Гмнм	20.01.13
2	Взв.	18.24.12	Взв.	20.01.13

МИ 485 84

Лист  
72



УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора ВНИИМС

В.К. Овчаров

*Овчаров*

2000 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1

МИ 485-84

"МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ.  
МИКРОПРИЦ "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 ( $\Delta V$ ) 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/см<sup>3</sup> (Приложение 2)".

Заменить в формуле (2) " $d_{20}^t$ " 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