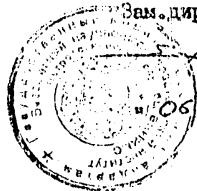


Государственный комитет СССР по стандартам

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора ВНИИМС



Э.Э.Зульфугарзаде  
06 " 04 1984 г

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МИКРОШРИФТ "ГАЗОХРОМ 101"

МИ 485-84

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Государственный комитет СССР по стандартам

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МИКРОПРИЦ "ГАЗОХРОМ 101"

МИ 485 - 84

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОНЕРКИ

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 микрошициц "Газохром 101" (в дальнейшем - микрошициц) 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 микроширица	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 ГОСТ24104-80;  
термометр 4-Б2 по ГОСТ 215-73, цена деления 0,1°C, предел изме-  
рения 0-55 °C.

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;  
вместимостью 0,5 л по ГОСТ 6452-485-84;  
ампула стеклянная объем 1 мл по ГОСТ 18122-75,  
растворитель (спирт по ГОСТ 18300-72);

Подп. и обн. Грицк	Подп. и обн. Грицк	Подп. и обн. Грицк	Подп. и обн. Грицк	Подп. и обн. Грицк	Л60.284.002	
Изобрет. № 101 28.6.64	№ документа ШИШИЧКИНА	Подп. дата 19.07.1964	Изобрет. № 101 Микрошириц "Газохром 101"	Лист 1	Лист 2	Листов 8
Разработчик ШИШИЧКИНА	Произ. Черных	Науч. отв. Тоноян	Число 19.07.1964	Методы и средства проверки	Московский опытный завод "Хроматограф"	
Нач. отв. Грицк	Расстояния 10.07.1964					
Ч. контр. Грицк						

стенд для проверки микрошипца на герметичность (см. Приложение 1);

секундомер СДСпр-1-2 по ГОСТ 5072-72;

лупа бинокулярная БЛ-2 ТУ 3-687-73;

баллон 40 л с азотом по ГОСТ 9293-59;

редуктор баллонный ДШ-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 микрошипец № 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 микрошипец промывают трех-пятикратным прокаливанием спиртом.

4.3. Проверка герметичности осуществляется на стенде (см. Приложение 1):

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

Л/Б №-пом.	Подпись	Бланк №-пом.	Ун. №-пом.
Л/Б №-пом.	Подпись	Бланк №-пом.	Ун. №-пом.

Цзп	Л/Б №-пом.	Подпись
Л/Б №-пом.	Л/Б №-пом.	Подпись

Л/Б 0.284.002

Лист
3

уплотнение(6), открывают клапан, через 2 минуты клапан закрывают, вынимают микрошиприц 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 микрошиприца 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 микрошиприцы, 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. Отпускают иглу микрошиприца в сосуд с дистиллированной водой, после трехпятикратного прокачивания плавно заполняют объем микрошиприца, 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 микрошиприца в ампулу, касаясь кончиком иглы кусочка ваты на дне, вводят в ампулу объем дистиллированной воды из микрошиприца. Операцию проделывают 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

номер: 11007-0001 взвешено: 0.28444  
номер: 11007-0001 взвешено: 0.28444

Лб

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

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

где  $\Delta V$  - в мкл;

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

$V_d$  - действительное значение объема дозы микроприца, мкл, определяют по формуле:

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

где  $d_{20}^2$  - плотность воды при 20 °C;

$$d_{20}^2 = 0,998204 \text{ г/см}^3;$$

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

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

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

$n$  - число взвешиваний;

$m$  - число дозирований в одну ампулу;

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

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

Лист	1
Лист	2
Лист	3
Лист	4
Лист	5
Лист	6
Лист	7
Лист	8
Лист	9
Лист	10
Лист	11
Лист	12
Лист	13
Лист	14
Лист	15
Лист	16
Лист	17
Лист	18
Лист	19
Лист	20
Лист	21
Лист	22
Лист	23
Лист	24
Лист	25
Лист	26
Лист	27
Лист	28
Лист	29
Лист	30
Лист	31
Лист	32
Лист	33
Лист	34
Лист	35
Лист	36
Лист	37
Лист	38
Лист	39
Лист	40
Лист	41
Лист	42
Лист	43
Лист	44
Лист	45
Лист	46
Лист	47
Лист	48
Лист	49
Лист	50
Лист	51
Лист	52
Лист	53
Лист	54
Лист	55
Лист	56
Лист	57
Лист	58
Лист	59
Лист	60
Лист	61
Лист	62
Лист	63
Лист	64
Лист	65
Лист	66
Лист	67
Лист	68
Лист	69
Лист	70
Лист	71
Лист	72
Лист	73
Лист	74
Лист	75
Лист	76
Лист	77
Лист	78
Лист	79
Лист	80
Лист	81
Лист	82
Лист	83
Лист	84
Лист	85
Лист	86
Лист	87
Лист	88
Лист	89
Лист	90
Лист	91
Лист	92
Лист	93
Лист	94
Лист	95
Лист	96
Лист	97
Лист	98
Лист	99
Лист	100
Лист	101
Лист	102
Лист	103
Лист	104
Лист	105
Лист	106
Лист	107
Лист	108
Лист	109
Лист	110
Лист	111
Лист	112
Лист	113
Лист	114
Лист	115
Лист	116
Лист	117
Лист	118
Лист	119
Лист	120
Лист	121
Лист	122
Лист	123
Лист	124
Лист	125
Лист	126
Лист	127
Лист	128
Лист	129
Лист	130
Лист	131
Лист	132
Лист	133
Лист	134
Лист	135
Лист	136
Лист	137
Лист	138
Лист	139
Лист	140
Лист	141
Лист	142
Лист	143
Лист	144
Лист	145
Лист	146
Лист	147
Лист	148
Лист	149
Лист	150
Лист	151
Лист	152
Лист	153
Лист	154
Лист	155
Лист	156
Лист	157
Лист	158
Лист	159
Лист	160
Лист	161
Лист	162
Лист	163
Лист	164
Лист	165
Лист	166
Лист	167
Лист	168
Лист	169
Лист	170
Лист	171
Лист	172
Лист	173
Лист	174
Лист	175
Лист	176
Лист	177
Лист	178
Лист	179
Лист	180
Лист	181
Лист	182
Лист	183
Лист	184
Лист	185
Лист	186
Лист	187
Лист	188
Лист	189
Лист	190
Лист	191
Лист	192
Лист	193
Лист	194
Лист	195
Лист	196
Лист	197
Лист	198
Лист	199
Лист	200
Лист	201
Лист	202
Лист	203
Лист	204
Лист	205
Лист	206
Лист	207
Лист	208
Лист	209
Лист	210
Лист	211
Лист	212
Лист	213
Лист	214
Лист	215
Лист	216
Лист	217
Лист	218
Лист	219
Лист	220
Лист	221
Лист	222
Лист	223
Лист	224
Лист	225
Лист	226
Лист	227
Лист	228
Лист	229
Лист	230
Лист	231
Лист	232
Лист	233
Лист	234
Лист	235
Лист	236
Лист	237
Лист	238
Лист	239
Лист	240
Лист	241
Лист	242
Лист	243
Лист	244
Лист	245
Лист	246
Лист	247
Лист	248
Лист	249
Лист	250
Лист	251
Лист	252
Лист	253
Лист	254
Лист	255
Лист	256
Лист	257
Лист	258
Лист	259
Лист	260
Лист	261
Лист	262
Лист	263
Лист	264
Лист	265
Лист	266
Лист	267
Лист	268
Лист	269
Лист	270
Лист	271
Лист	272
Лист	273
Лист	274
Лист	275
Лист	276
Лист	277
Лист	278
Лист	279
Лист	280
Лист	281
Лист	282
Лист	283
Лист	284
Лист	285
Лист	286
Лист	287
Лист	288
Лист	289
Лист	290
Лист	291
Лист	292
Лист	293
Лист	294
Лист	295
Лист	296
Лист	297
Лист	298
Лист	299
Лист	300
Лист	301
Лист	302
Лист	303
Лист	304
Лист	305
Лист	306
Лист	307
Лист	308
Лист	309
Лист	310
Лист	311
Лист	312
Лист	313
Лист	314
Лист	315
Лист	316
Лист	317
Лист	318
Лист	319
Лист	320
Лист	321
Лист	322
Лист	323
Лист	324
Лист	325
Лист	326
Лист	327
Лист	328
Лист	329
Лист	330
Лист	331
Лист	332
Лист	333
Лист	334
Лист	335
Лист	336
Лист	337
Лист	338
Лист	339
Лист	340
Лист	341
Лист	342
Лист	343
Лист	344
Лист	345
Лист	346
Лист	347
Лист	348
Лист	349
Лист	350
Лист	351
Лист	352
Лист	353
Лист	354
Лист	355
Лист	356
Лист	357
Лист	358
Лист	359
Лист	360
Лист	361
Лист	362
Лист	363
Лист	364
Лист	365
Лист	366
Лист	367
Лист	368
Лист	369
Лист	370
Лист	371
Лист	372
Лист	373
Лист	374
Лист	375
Лист	376
Лист	377
Лист	378
Лист	379
Лист	380
Лист	381
Лист	382
Лист	383
Лист	384
Лист	385
Лист	386
Лист	387
Лист	388
Лист	389
Лист	390
Лист	391
Лист	392
Лист	393
Лист	394
Лист	395
Лист	396
Лист	397
Лист	398
Лист	399
Лист	400
Лист	401
Лист	402
Лист	403
Лист	404
Лист	405
Лист	406
Лист	407
Лист	408
Лист	409
Лист	410
Лист	411
Лист	412
Лист	413
Лист	414
Лист	415
Лист	416
Лист	417
Лист	418
Лист	419
Лист	420
Лист	421
Лист	422
Лист	423
Лист	424
Лист	425
Лист	426
Лист	427
Лист	428
Лист	429
Лист	430
Лист	431
Лист	432
Лист	433
Лист	434
Лист	435
Лист	436
Лист	437
Лист	438
Лист	439
Лист	440
Лист	441
Лист	442
Лист	443
Лист	444
Лист	445
Лист	446
Лист	447
Лист	448
Лист	449
Лист	450
Лист	451
Лист	452
Лист	453
Лист	454
Лист	455
Лист	456
Лист	457
Лист	458
Лист	459
Лист	460
Лист	461
Лист	462
Лист	463
Лист	464
Лист	465
Лист	466
Лист	467
Лист	468
Лист	469
Лист	470
Лист	471
Лист	472
Лист	473
Лист	474
Лист	475
Лист	476
Лист	477
Лист	478
Лист	479
Лист	480
Лист	481
Лист	482
Лист	483
Лист	484
Лист	485
Лист	486
Лист	487
Лист	488
Лист	489
Лист	490
Лист	491
Лист	492
Лист	493
Лист	494
Лист	495
Лист	496
Лист	497
Лист	498
Лист	499
Лист	500

Л60.284.002

Лист  
5

## 5. Оформление результатов поверки

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

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

Номер паспорта	Подпись и дата	Взамены №	Инд. №	Подпись и дата
№ 844	Роман			

Номер	Номер	Номер	Номер	Номер
1	2	3	4	5

ЛБО. 284. 002

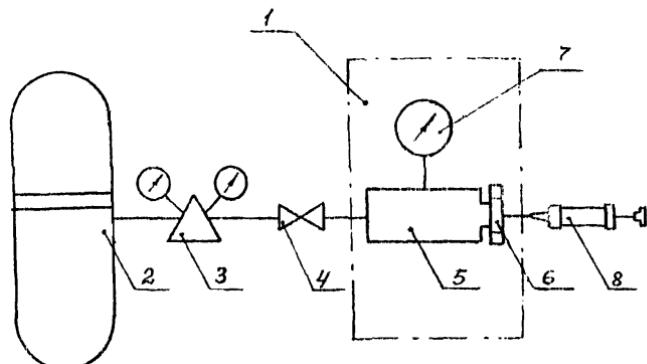
ЛБО  
6

## ПРИЛОЖЕНИЕ

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

Устройство пневматическое состоит из камеры (5), 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).



- |              |                       |                       |              |
|--------------|-----------------------|-----------------------|--------------|
| Изм-н подачи | Изм-н вспомог. подачи | Изм-н вспомог. подачи | Изм-н подачи |
| 7844         |                       |                       |              |
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. Микрошипци

Изм-н подачи	Изм-н вспомог. подачи	Изм-н вспомог. подачи	Изм-н подачи
7844			

Л60.284.002

Л60  
7

РАСЧЕТ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТАЦИИ МИКРОШИРДЕВ  
"ГАЗОХРОМ -101"

Приложение 2

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

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

где  $n$  - число наблюдений,

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

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

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

$$\theta = \frac{\delta t}{\delta \rho},$$

где  $\delta t$  - значение плотности дистиллированной воды при температуре  $t$  °C; опыта

$\delta \rho$  - погрешность значения плотности дистиллированной воды (находят по справочным данным с учетом температуры  $t$  °C погрешности опыта)

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

3. Определяют отношение

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

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

$$\delta \bar{v} = E$$

4. Доверительные границы погрешности результата измерения определяют по формуле :

$$\delta \bar{v} = 1,15 (f_q \sigma_{\text{отн}}),$$

где  $f_q$  - коэффициент Стьюдента

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

$$100\% \delta \bar{v} = 1,15 (3,182 \cdot 0,0063) \cdot 100\% = 2,31\% \underline{2,5\%}$$

Лист регистрации изменений

ପରିମାଣରେ ପରିମାଣ ପରିମାଣ ପରିମାଣ ପରିମାଣ ପରିମାଣ

16.700 16.700 16.700 16.700

J60.2B4.002

fluct

1

УТВЕРЖДАЮ



Заместитель директора ВНИИМС

В.К.Овчаров

2000 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1

МИ 485-84

"МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
МИКРОШПРИЦ "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, °C	Плотность, г/см
18,0	0,9986
19,0	0,9984
20,0	0,9982
21,0	0,9980
22,0	0,9978