

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые Orthodyne модели DID 5XX, DID 6XX фирмы «Orthodyne S.A.», Бельгия (далее - хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

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 методических указаний	Обязательное проведение операции при	
		выпуске и после ремонта	эксплуатации
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование:	6.2	да	да
– проверка идентификационных данных ПО.	6.2.1	да	да
– определение уровня флуктуационных шумов и предела детектирования	6.2.2	да	да ¹
Определение метрологических характеристик:	6.3	да	да
– определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	6.3.1	да	да ¹
– определение относительного изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы;	6.3.2	да	да ¹
– определение показателей точности результатов измерений.	6.3.3	нет	да ²

¹) При отсутствии НД на методику измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ 8.563 - 09.

²) При наличии НД на методику измерений.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 ГСО № 10532-2014 состава газовой смеси 2-го разряда в гелии: номинальное значение объемной доли H₂, O₂, N₂ и CH₄ 2,0 млн⁻¹ (при поверке хроматографов с газом-носителем гелием).

2.2 ГСО № 10532-2014 состава газовой смеси 2-го разряда в аргоне: номинальное значение объемной доли H₂ 2,0 млн⁻¹, O₂ и N₂ 10 млн⁻¹ и CH₄ 5,0 млн⁻¹ (при поверке хроматографов с газом-носителем аргонном).

2.3 Термометр лабораторный ТЛ4-Б2, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,1 °С.

2.4 Психрометр аспирационный МВ-4М, ТУ25.1607.054-85.

2.5 Барометр–анероид БАММ–1 по ТУ 25–11.1513–79.

Примечания:

1 Допускается применять другие средства поверки, в том числе ГСО газовых смесей не ниже 2-го разряда других производителей (с другими номерами ГСО), метрологические характеристики которых не хуже указанных.

2 В зависимости от назначения и конфигурации хроматографа допускается применение газовых смесей с меньшим числом компонентов из перечисленных в 2.1 и 2.2. Газовые смеси могут содержать другие компоненты, при условии, что все хроматографические пики достаточно разделены на хроматограмме (с выходом на базовую линию).

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
– изменение температуры окружающего воздуха за время проведения измерений, °С, не более	± 1
– относительная влажность, %	от 30 до 90
– атмосферное давление, кПа	101,3 ± 4
– напряжение питания, В	220 ± 2
– частота напряжения питания, Гц	50 ± 0,5

3.2 Подготовительные работы и измерения выполняют в соответствии с Руководством по эксплуатации хроматографа.

Доступ к хроматограмме – в соответствии с Разделом 7.4 РЭ.

3.3 Баллоны с газовыми смесями выдерживают при комнатной температуре не менее 24 часов.

4 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

4.1 Поверителем хроматографа может быть физическое лицо – сотрудник органа Государственной метрологической службы или юридического лица, аккредитованного на право поверки и прошедший аттестацию в установленном порядке.

4.2 Поверитель должен пройти специальную подготовку по поверке и калибровке хроматографических приборов и иметь соответствующее свидетельство.

4.3 Поверитель должен быть ознакомлен с эксплуатационными документами наверяемый хроматограф.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 Работы с хроматографом проводят в соответствии с требованиями безопасности, приведенными в эксплуатационной документации.

5.2 При поверке хроматографа соблюдают действующие «Правила устройства электроустановок» (ПУЭ), «Правила эксплуатации электроустановок потребителей» (ПЭЭП), «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок» (ПОТ РМ-016-2001), «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

5.3 Источниками опасности хроматографа являются:

- токоведущие части, находящиеся под напряжением;
- газовые магистрали высокого давления (0,4 МПа).

5.4 Все составные части хроматографа, имеющие силовые цепи, должны быть заземлены.

5.5 При работе с водородом, проведении анализов горючих, вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться меры пожарной безопасности и правила техники безопасности, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем в соответствии со спецификой применяемых веществ.

6 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

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

6.2 Опробование

6.2.1 Проверка идентификационных данных ПО хроматографа газового Orthodyne модели DID 5XX, DID 6XX

По запросу в меню Info/About Chromdyne на экране должно отображаться идентификационное наименование и версия ПО (рис. 1)

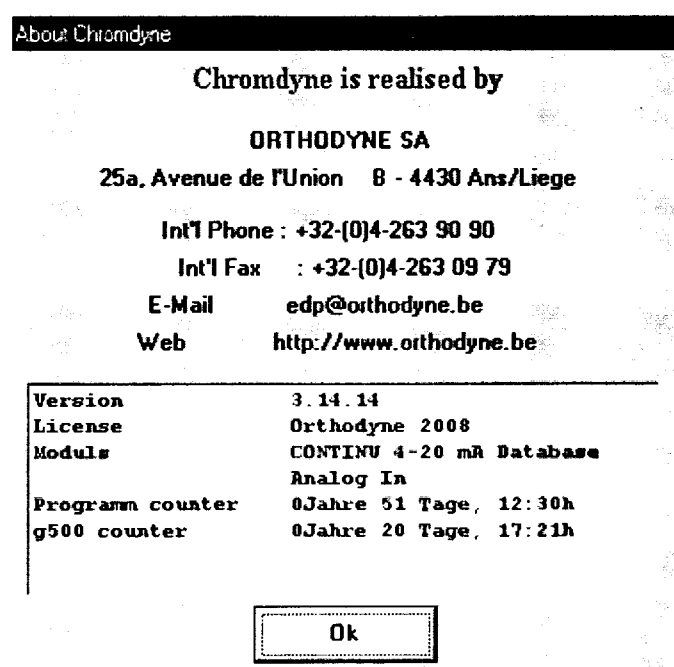


Рис. 1 - Отображение идентификационных данных ПО

Результат проверки считают положительным, если отображаемые идентификационные данные соответствуют следующим значениям:

Идентификационное наименование ПО

Chromdyne

Номер версии (идентификационный номер) ПО

Не ниже 3.14.14

Цифровой идентификатор ПО

10AFB2E1

(цифровой идентификатор проверяют только для версии 3.14.14, расчет с помощью Dataman S4 Software Windows Version 2.17).

6.2.2 Проверку уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и предела детек-

тирования проводят с применением ГСО состава газовых смесей по 2.1 или 2.2.

6.2.2.1 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала принимают равным амплитуде повторяющихся колебаний нулевого (без ввода пробы) сигнала с периодом не более 20 с.

Запись шумов производят в течение 10 мин (снимают хроматограмму без ввода пробы). Определяют амплитуду шумов Δ_x , мкВ.

6.2.2.2 Для определения предела детектирования вводят в хроматограф десять раз контрольную газовую смесь. Находят среднее значение площади пика по формуле (1)

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^5 S_i}{10} \quad (1)$$

где S_i – результат i -того измерения площади пика компонента, мкВ·с
Предел детектирования C_{\min} , г/с, определяют по формуле (2).

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S}}, \quad (2)$$

где G – масса контрольного компонента, г;
 \bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика компонента, мкВ·с;

При использовании газовой пробы массу контрольного компонента G , г, определяют по формуле (3)

$$G_i = \frac{0,01 \cdot P \cdot M \cdot C \cdot V_r}{R \cdot (t + 273)}, \quad (3)$$

где V_r – объем газовой пробы, см³, ("loop" по спецификации хроматографа);
 P – давление газовой пробы (атмосферное), Па;
 M – молярная масса определяемого вещества, г/моль;
 C – объемная доля контрольного компонента в газовой смеси (по паспорту), %;
 R – газовая постоянная, $R = 8,3 \cdot 10^6$ (Па·см³)/(моль град);
 t – температура окружающей среды, °С.

Уровень флуктуационных шумов и предел детектирования должны соответствовать значениям, указанным в Таблице 2.

Таблица 2

Параметр	Значение
Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, мкВ, не более	
- моделей DID 5XX, DID 6XX, газ -носитель <u>гелий</u>	500
- моделей DID 5XX, DID 6XX, газ-носитель <u>аргон</u>	1000
Предел детектирования, г/с, не более:	
- моделей DID 5XX, DID 6XX, газ -носитель <u>гелий</u>	
по водороду (H ₂)	1,0·10 ⁻¹²
по кислороду (O ₂)	5,0·10 ⁻¹²
по азоту (N ₂)	3,5·10 ⁻¹²
по метану (CH ₄)	6,5·10 ⁻¹³
- моделей DID 5XX, DID 6XX, газ -носитель <u>аргон</u>	
по водороду (H ₂)	3,5·10 ⁻¹²
по кислороду (O ₂)	5,5·10 ⁻¹¹
по азоту (N ₂)	3,5·10 ⁻¹¹
по метану (CH ₄)	5,0·10 ⁻¹²

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Соответствующий стандартный образец (вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходных сигналов (время удерживания, площадь и высота пика) и вычисляют их среднее арифметическое значение (\bar{X}) по формуле (1)

Значения относительных СКО выходных сигналов, % определяют по формулам (4 – 6)

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

$$\sigma_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{\sum (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

где $\bar{t}, \bar{h}, \bar{S}$ - средние значения выходных сигналов (времени удерживания, высоты и площади пика i -того компонента).

n – число измерений, $n = 10$.

Значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %, не должно превышать :

по водороду (H_2)

- времени удерживания 2

- высоты и площади пика 4

по кислороду (O_2), азоту (N_2) и метану (CH_4)

- времени удерживания 1

- высоты и площади пика 2

6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы.

Условия измерения – в соответствии с п.3.1. Проводят операции, описанные в п. 6.3.1.

Через 24 часа непрерывной работы повторяют измерения по п.6.3.1.

Относительное изменение выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (7).

$$\delta_{24} = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (7)$$

где \bar{X} и \bar{X}_t - средние значения выходного сигнала в начале работы и через 24 часа непрерывной работы соответственно, с (мкВ·с, мкВ).

Значение относительного изменения выходных сигналов (площадей пиков) не должно превышать 5%.

6.3.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на методику измерений.

7 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол.

7.2 Положительные результаты поверки хроматографа оформляют выдачей свидетельства. Знак поверки наносят на переднюю панель хроматографа.

7.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей рекомендации, к эксплуатации не допускают. Хроматографы изымают из обращения, свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

7.4 После ремонта хроматографы подвергают поверке.

Н.с. ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

Начальник отдела



Ш.Р. Фаткудинова