

Учебный рабочий
экземпляр

ХРОМАТОГРАФ "КРИСТАЛЛ-2000"
Инструкция по эксплуатации
И4.2.840.030 ИЗ

1988

II. МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

II.1. Операции поверки

II.1.1. Настоящий раздел устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок хроматографа. Периодическая поверка хроматографа проводится один раз в год.

При выполнении поверки должны быть выполнены операции (согласно ГОСТ 8.485-83), указанные в табл. II.1.

Таблица II.1

Наименование операции	Номера пунктов раздела "Методика поверки"
1. Внешний осмотр	II.4.1
2. Опробование (проверка уровня флуктуационных шумов <i>и дрейфа нулевой линии</i>)	II.4.2
3. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала <i>(высоты и времени удерживания хроматографического пика)</i>	II.4.3
4. Определение ^{закрепления} предела детектирования	II.4.3
5. Определение изменения выходного сигнала за 48 ч непрерывной работы хроматографа	II.4.4
6. Определение погрешности коэффициента деления выходного сигнала усилителей ПИД, ПУД и аттенватора	II.4.5
7. Проверка функционального преобразователя температура-напряжение	II.4.6

II.1.2. При наличии пользователя аттестованной в установленном порядке методики выполнения измерений (МВИ) хроматографом во время эксплуатации выполняются операции 1, 2, 7 табл. II.1, а также определяется стабильность градуировочной характеристики согласно аттестованной МВИ. *Операция 5 табл. II.1 на заводе-изготовителе выполняется при периодических испытаниях.*

II.2. Средства поверки

II.2.1. При проведении поверки должны применяться приборы и

Изм. № 30810
 Подп. и дата: 01.05.2006.88
 Изм. № 30810
 Подп. и дата: 14.02.15
 Кубл.
 Подп. и дата:

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

II.4.2.840.030 ИЭ

Лист
54

Таблица II,2

Наименование и тип	Документ, чертёж	Технические характеристики
Металлическая линейка	ГОСТ 427-75	0-300 мм
Потенциометр КСП-4	ГОСТ 7164-78	0-10 мВ, кл. точн. 0,5
Лупа измерительная ИИ-3-10X	ГОСТ 25706-83	цена деления 0,1 мм
Секундомер механический СДС пр 1-2	ГОСТ 5072-79	0-30 мин, кл. точн. 2,0
Микрошприц типа МИ-10М <i>катушка Р4085-М1 Р4033</i>	5Е2.883.106 ТУ	объем $10 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$ погрешность $\pm 1\%$
Источник тока ИТ-12	ТУ 25-11-1331-78	$1 \cdot 10^{-12} - 9,99 \cdot 10^{-7} \text{ А}$, погрешность $\pm 1\%$
Вольтметр В7-28	Тг2.710.003 ТУ	0-10 В, погрешность $\pm (0,025 + 0,005 \frac{U}{U_n}) \cdot \%$
Весы лабораторные двух- призменные ВДШ-100	ТУ 25-06-1391-77	
Пипетки	ГОСТ 20292-74	кл. точн. 2
Колбы мерные	ГОСТ 1770-74	кл. точн. 2
Бюретки типа I	ГОСТ 20292-74	кл. точн. 2, номинальное значение объема 10, 50, 100 см ³
Манометр образцовый МО И202	ГОСТ 6521-72	кл. точн. 0,4; диапазон от 0 до 0,6 МПа
Барометр aneroid БАММ-1	ТУ 25-04-1618-72	диапазон от 80 до 110 кПа
Термометр лабораторный ТЛ-4, № 2	ГОСТ 215-73	цена деления 0,1 °С диапазон 0 до 55 °С
Магазин сопротивлений Р4830/1	ТУ 25.04-3919-80	диапазон от 0 до 1222,21 Ом, кл. точн. 0,025
Источник питания посто- янного тока Б5-46	3.233.220	диапазон от 0,01 до 9,99 В, нестабильность 0,01%
Вольтметр В7-27	Тг2.710.005	Диапазон измерений от минус 30 до 100 °С, погрешность $\pm 2 \text{ } ^\circ\text{С}$

Име. № вола.	Подл. и дата	Име. № (ба.)	Подл. и дата
30810	01/30.06.88	ИЕ 33	12/88
			14.01.85
Изм.	Лист	№ докум.	Подл.

II4.2.840.030 ИЭ

Лист

55

Копирован:

Формат: А4

Допускается использование вместо указанного в таблице II.2, оборудование и приборы с аналогичными техническими характеристиками оборудование, указанные в табл. II.2. ②

II.2.2. При проведении поверки должны применяться материалы и реактивы, указанные в табл. II.3.

Таблица II.3

Контрольное вещество	Растворитель	Массовая концентрация компонента, мг.см ³
Метафос ГСО 1854-80	Гексан ТУ 6-09-3375-78	$1 \cdot 10^{-1}$, $1 \cdot 10^{-2}$
Линдан ГСО 1855-80	то же	$5 \cdot 10^{-3}$
Гептан ГСО 2584-83	Октан ТУ 6-09-661-76	$1 \cdot 10^{-1}$

Контрольные смеси в соответствии с табл. II.3 должны быть приготовлены в соответствии с методикой приготовления смесей, приведенной в приложении I, контрольные вещества при этом необходимо использовать со степенью чистоты, предусмотренной в ГОСТ 13867-68 и указанной в выпускных аттестатах.

Проверка производится на колонках хроматографа длиной от $0,4$ до 2 м, заполненных адсорбентом А-I марки "хч", фракция от 0,25 до 0,5 мм (п. II.4.2), хроматоном N-АВДМС фракция от 0,16 до 0,25 мм, покрытым 5 % раствором силикона SE-30 (п. II.4.3). ②

II.3. Условия поверки и подготовка к ней

II.3.1. При проведении проверки хроматографа должны соблюдаться следующие условия:

- 1) температура окружающего воздуха (20 ± 5) °C;
- 2) относительная влажность окружающего воздуха (30-80) %;
- 3) атмосферное давление (84,0-106,7) кПа;
- 4) напряжение переменного тока (220 ± 5) В;
- 5) частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- 6) механические воздействия, внешние электрические и магнитные

II.4.2.840.030 ИЭ

Лист

56

Изм. №	Изм. №	Изм. №	Изм. №	Изм. №	Изм. №
30810	30810	30810	30810	30810	30810
Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	

поля, выбросы и кратковременные пропадания напряжения сети должны отсутствовать,

II, 3.2, Перед проведением поверки хроматографа должен быть подвергнут техническому обслуживанию по п.п. 8.2.3-8.2.8 с последующей выдержкой при максимальных режимах работы в течение не менее 48 ч.

II, 4. Проведение поверки

II, 4.1, При проведении внешнего осмотра должно быть установлено соответствие комплектности хроматографа комплекту поставки согласно II4.2.840.030 ФО, а также исправность механизмов и крепежных деталей, отсутствие механических повреждений корпуса, крышек, лицевых панелей, регулировочных и соединительных элементов и устройств, четкость маркировки, нарушающих работу хроматографа или затрудняющих поверку,

II, 4.2, Для проверки уровня флуктуационных шумов ^{и фрейма нулевой линии} к разъему Выход хроматографа подключить аттенуатор, а к выходам X2, X3 и X4, X5-последнего два-потенциометра, например, КСП-4. Подготовка аттенуатора к работе заключается в установке переключателя в положение, соответствующее выбранному каналу измерения, переключателя ПОЛЯРН, в положение, соответствующее полярности входного сигнала, ручкой КОМПЕНС - перо потенциометра в начало диаграммной ленты потенциометра. Хроматограф включить, задать режим в соответствии с табл. II.4, колонка - насадочная, заполненная алюмогелем фракции от 0,25 до 0,5 мм, отконденционированная в хроматографе в течение ^{не менее 8 ч} ~~48 ч~~ при температуре 300 °С.

Установить чувствительный предел усилителей ПИД, ПУД (переключатель ОСЛАБ аттенуатора в положение "XI"), предполагаемый коэффициент деления аттенуатора - "XI", скорость диаграммной ленты потенциометра: ^{не менее} $\sqrt{600}$ мм.ч. - I Режим анализа для конкретного хроматографа подбирается оптимальным и может отличаться от указанных в табл. II.4 и II.5.

II4, 2.840.030 ИЗ

Лист

57

Име. № подл.	Подр. и дата	Элем. вве. №	Име. № куба.	Подр. и дата
30810	10/30.06.88		49	14.02.89

Име.	Лист	№ докум.	Подр.	Дата

Оптимальный режим анализа занесен в раздел 2.4
формуляра ИЧ.2.840.030 ФО.

Таблица П.4

Наименование параметров режима хроматографа	Значение параметров для детекторов			
	ПВД	ВВД	ПВД-Р	ПВД-С
Температура термостатов, °С:				
испарителей	150	250	250	250
колонок	50	200	200	200
детекторов	160	250	210	210
<u>Модуль МН</u>				
Расход газа-носителя, см ³ .мин ⁻¹ по магистралям:				
"ГАЗ-Н1"	20	20	20	20
"ГАЗ-Н2"	20	20	20	20
"ГАЗ-Н3"	0	40	40	40
Расход водорода, см ³ .мин ⁻¹	120±20	120±20	120±20	120±20
Расход воздуха, см ³ .мин ⁻¹	660±80	660±80	660±80	660±80
<u>Модуль МК</u>				
Расход газа-носителя, см ³ .мин ⁻¹ по магистралям:				
"ГАЗ-Н1"	20	20	30	30
"ГАЗ-Н2"	0	0	0	0
"ГАЗ-Н3"	0	30	0	0
Расход водорода, см ³ .мин ⁻¹	30±5	0	60±20	60±20
Расход воздуха, см ³ .мин ⁻¹	300±30,	0	70±20	70±20

Через 2 ч после задания соответствующего режима произвести запись шумов на диаграммную ленту потенциометра в течение 10 мин для каждого детектора.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа в А определить по формуле:

$$\Delta X = \frac{\Delta X' \cdot U_{\text{вх}} \cdot K_{\text{У}}}{U_{\text{вых}}}, \quad (П.1)$$

где $\Delta X'$ - ширина пиков, ограниченная максимальное значение

Изм. № 30810
Подп. в дат. 30.06.88
Взам. инв. № ИЧ.2.840.030 ФО
Подп. к дат. 14.08.83

Изм. Лист № докум. Подп. Дата

ИЧ.2.840.030 ИЭ

Лист 58

амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с, причем одиночные возмущения нулевого сигнала длительностью не более 1 с на половине амплитуды возмущения не учитываются, В;

I_{in} - значение входного тока усилителя, соответствующее верхнему пределу используемого диапазона измерений усилителя для ПИД - $2,0 \cdot 10^{-9}$ А, ПИД1 - $1,4 \cdot 10^{-8}$ А, ПИД2 - $0,8 \cdot 10^{-8}$ А; ЭЗД - $1,6 \cdot 10^{-9}$ А;

K_{y} - коэффициент деления выходного сигнала аттенватором;

U_{out} - значение выходного напряжения усилителя, соответствующее верхнему пределу используемого диапазона измерений усилителя для ПИД, ПИД - 8 В, для ЭЗД - напряжение на ионизационной камере (В), измеренное вольтметром В7-28 между контактами 18 и 6-разъема Выход хроматографа или по показанию индикатора хроматографа канала ЭЗД.

Уровень флуктуационных шумов не должен быть более, для:

- 1) ПИД - $2 \cdot 10^{-14}$ А;
- 2) ЭЗД - $1 \cdot 10^{-12}$ А;
- 3) ПИД - $2 \cdot 10^{-11}$ А.

За дрейф нулевого сигнала принять изменение сигнала детекторов ПИД, ПИД1, ЭЗД за 1 час. Контроль произвести по вольтметру хроматографа газового или по ленте потенциометра. Изменение сигналов ПИД, ПИД1, ПИД2, ЭЗД не должно превышать значений $\sqrt{1,6}$ мВ, 228 мВ, 400 мВ, 10, 05 мВ

соответственно. Расчет значения дрейфа нулевого сигнала производить по формуле 4.19 (где ΔX - изменение сигнала).

И4.4.3. Для определения значения предела детектирования и относительного среднего квадратического отклонения (СКО) высот, площадей пиков и времени удерживания осуществить следующие операции.

При проверке детекторов ЭЗД, ПИД модуля МН выход рабочей колонки (подключенной к ПИД1) должен быть подключен к среднему входному штуцеру мультidetектора и вставленной вместе заглушки трубки И4.6.236.020 (см.п. 5.3), а газопровод И4.6.457.229 - к свободному от снятой колонки штуцеру, вход 10 соединить согласно И4.2.840.032-01 СЗ с регулятором расхода РР4. При проверке детек-

И4.2.840.030 ИЗ

Лит
59

50810
 Подп. и дата
 2021.05.05
 10:00
 10:00

2	307	114.1058-18	ИЗ	25.1.86
ИЗ	Лит	ИЗДОКЧН.	Подп.	Лит

торов модуля МК колонка последовательно устанавливается на проверяемый детектор, на входной штуцер которого установлены в зависимости от проверяемого детектора трубки И4.6.452, И26, И4.6.452, И26-01, И4.6.452, И26-02, на незадействованные при проверке входы детекторов установить заглушки И4.6.433, И43.

Подключить к хроматографу аттенкуатор, потенциометр и задать режим проверки в соответствии с табл. II.5 согласно п. II.4.2. Скорость диаграммной ленты потенциометров - 1800 мм.ч. -I

Таблица II.5

Наименование параметров режима хроматографа	Значение параметров для детекторов				
	ИИД-1	ИИД-2	ЭЗД	ИИД-Р	ИИД-С
Температура термостатов, °C					
испарителей	150	150	250	250	250
колонки	50	50	200	200	200
детекторов	160 ¹³⁷	160	270	210	210
Контрольная смесь	гептан-октан		линдан-гексан	метатрис-гексан	
Концентрация контрольного вещества (Сн), мг.см ³	1	1	5.10 ⁻⁴	1.10 ⁻²	1.10 ⁻²
Объем вводимой пробы (V _г) мкл	2±1	2±1	2±1	2±1	2±1
<u>Модуль МН</u>					
Расход газа-носителя по магистралям, см ³ .мин ⁻¹ :					
"ГАЗ-Н1"	30	65±5 90±5	10	30	60
"ГАЗ-Н2"	90±5	30	12±2	35±5	65±5
"ГАЗ-Н3"	0	0	12±2	35±5	65±5
Расход водорода, см ³ .мин ⁻¹	120±20	120±20	120±20	120±20	120±20
Расход воздуха, см ³ .мин ⁻¹	660±80	660±80	660±80	660±80	660±80
Рабочая колонка	1	2	1	1	1
<u>Модуль МК</u>					
Расход газа-носителя по магистралям, см ³ .мин ⁻¹ :					
"ГАЗ-Н1"	30	-	10	30	60
"ГАЗ-Н2"	30	-	0	0	0

01810
 20.08.88
 Подп. Лот
 42 ДОК.М.
 25.08.88
 Подп. Лот

И4.2.840.030 ИЭ

Лист
60

Копировал

Формат А4

Продолжение табл. II.5

Наименование параметров режима хроматографа	Значения параметров для детекторов				
	ПИД-1	ПИД-2	ЭЗД	ПД-Р	ПД-С
"ГАЗ-НЗ"	0	-	-1570	0	0
Расход водорода, см ³ .мин ⁻¹	30±5	-	0	60±20	60±20
Расход воздуха, см ³ .мин ⁻¹	300±50	-	0	70±20	70±20
Рабочая колонка	I	-	I	I	I

Через 2 ч после задания режима хроматографа ввести в колонку, соответствующую проверяемому детектору, контрольную смесь не менее десяти раз при помощи дозатора автоматического ДАЖ-2^М или микрошприца МШ-10 в зависимости от проверяемой модели хроматографа и *(высот и площадей для модели хроматографа с АВК-З)* определить относительное СКО высот и времени удерживания последних десяти пиков соответствующих контрольному веществу в соответствующем канале *(кроме ПД-С)* автоматически по индикатору хроматографа или ДВК и вручную по ленте потенциометра, при этом высоту пиков h (мм) измерить с помощью линейки, время удерживания t (с) — с помощью секундомера. *Допускается определять СКО с помощью ДВК только по каналу ЭЗД.* При расчете СКО по диаграммной ленте определить средние арифметические значения \bar{h} и \bar{t} , допускается из результатов испытаний исключить аномальные результаты наблюдений, при уровне значимости равном 0,05. Для этого, определить СКО выходных сигналов σ'_h и σ'_t по формулам:

$$\sigma'_h = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (II.2)$$

$$\sigma'_t = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}. \quad (II.3)$$

Найти для результатов, максимально отличающихся от результатов наблюдений, полученных в данной серии анализов, соотношения v_{hi}, v_{ti} по формулам:

$$v_{hi} = \frac{|h - h_i|}{\sigma'_h}, \quad (II.4)$$

$$v_{ti} = \frac{|\bar{t} - t_i|}{\sigma'_t}, \quad (II.5)$$

Изм. № докум.	30810	Подп. и дата	Андреев 30.06.88
Изм. №		Взм. инв. №	
Изм. №		Кл.	40.20.14.14.0.05
Изм. №		Подп. и дата	

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ИИ.2.840.030 ИЭ

Лист
61

Результаты расчетов сравнить с величиной β , взятой из табл. II.6 по числу наблюдений (n).

Таблица II.6

n	12	11	10	9	8	7	6	5	4	3
β	2,29	2,23	2,18	2,11	2,03	1,94	1,82	1,67	1,46	1,15

Если $\sqrt{h_i} \geq \beta$, $\sqrt{t_i} \geq \beta$, то результат наблюдений h_i , t_i - аномален и может быть исключен из дальнейших расчетов.

С учетом исключения аномальных результатов наблюдений рассчитать средние арифметические значения высот пиков и времени удерживания и определить относительное СКО для каждого детектора по формулам:

$$\sigma_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{h} - h_i)^2}{n-1}} \% ; \quad (II.6)$$

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{t} - t_i)^2}{n}}. \quad (II.7)$$

Перед истечением срока выхода на режим необходимо провести серию технологических анализов с целью устранения влияния частичного поглощения контрольного вещества сорбентом колонки, но не более десяти анализов. При этом определить параметры пика для обработки и определения СКО, оптимальный коэффициент деления аттенюатора (значение высоты хроматографического пика, соответствующего контрольному веществу, должно превышать 40 % шкалы потенциометра), устанавливаемый переключателями коэффициента деления аттенюатора "Х1" - "Х1024" и ОСЛАБ. Ввод контрольной смеси следует выполнить; придерживаясь единой воспроизводимой методики, т.е. сохраняя объем пробы и микрошприц, темп ввода, время нахождения иглы в испарителе и др. Для определения предела детектирования измерить по

Инв. № подл. 30810
 Подл. и дата. 10/30.06.88
 Взам. инв. №
 Инв. № г. л. 42.388.19
 Подл. и дата. 10/30.06.88

Изм. Лист № докум. Подп. Дата

II.4.2.840.030 ИЭ

Лист
62

диаграммной ленте высоты пиков h (мм) и с помощью лупы ширину пиков на половине его высоты $\tau_{0,5}$ (мм), пересчитать ширину пиков в секундах (M) по формуле:

$$M = \frac{\tau_{0,5}}{0,5} \quad (II.8)$$

вычислить средние арифметические значения \bar{h} и \bar{M} из числа нормальных наблюдений.

Предел детектирования рассчитать по формуле:

$$C_{min,p} = \frac{2 \cdot \Delta X' \cdot 10^{-6} \cdot V_g \cdot C_H \cdot C_o}{\bar{M} \cdot M \cdot \bar{h}}, \quad (II.9)$$

где $\Delta X'$ - уровень флуктуационных шумов, измеренный согласно п. II.4.2 (мм); по диаграммной ленте в мм.

M - коэффициент деления аттенкатора, установленный при измерении h ;

C_o - коэффициент, учитывающий содержание фосфора и серы в метафосе при проверке ПД и равный соответственно 0,118 и 0,122.

Предел детектирования и относительное СКО не должны быть более значений, указанных для соответствующих каналов в табл. II.7.

Таблица II.7

Детектор	Предел детектирования	Относительное СКО, %
ПИД	$5 \cdot 10^{-12}$ г.с ⁻¹	2
ЭЗД	$5 \cdot 10^{-14}$ г.с ⁻¹	4
ПД-Р	$1,2 \cdot 10^{-12}$ гр.с ⁻¹	6
ПД-9	$1,2 \cdot 10^{-11}$ г.с.с ⁻¹	6 -

II.4.4. Для определения значения изменения выходного сигнала хроматографа за 48 ч непрерывной работы при фиксированной концен-

Изм. № подл. 30810 Изм. 30.06.88
 Изм. № докум. 4233 0
 Подп. и дата 14.01.83

трации контрольного вещества осуществить следующие операции.

В начале и конце 48 ч непрерывной работы хроматографа не менее

пяти (n) раз ввести контрольную смесь и определить при этом
(*высоту и площадь для моделей хроматографа с ДВК-3*)
высоту пиков и время удерживания для ~~каждого~~ ^{одного} из детекторов

ПИД-1, ЭЗД, ПВД-Р согласно п. II.4.3, определить средние арифметические значения высоты пиков (\bar{h}_0, \bar{h}_t) и времени удерживания (\bar{t}_0, \bar{t}_t).

Определить значение систематического изменения выходного сигнала (δ_{ht}, δ_{tt}) за 48 ч непрерывной работы по формулам:

$$\delta_{ht} = \frac{\bar{h}_0 - \bar{h}_t}{\bar{h}_0} 100 \% \quad (\text{II.10})$$

$$\delta_{tt} = \frac{\bar{t}_0 - \bar{t}_t}{\bar{t}_0} 100 \% \quad (\text{II.11})$$

Значение отклонения выходного сигнала за 48 ч не должно быть более, для:

- 1) ПИД - $\pm 5\%$;
- 2) ЭЗД, ПВД - $\pm 10\%$,

II.4.5. Для определения значения относительной погрешности деления выходного сигнала каналов ПИД1, ПИД2, ПВД-S, ПВД-Р и аттенкуатора осуществить следующие операции.

Подключить к разъему Выход хроматографа аттенкуатор, а к выходу аттенкуатора вольтметр В7-28. Отсоединить кабель усилителя ПИД от разъема ПИД1 мультidetектора и подсоединить к источнику малых токов ИТ-12. Установить нулевой выходной ток ИТ-12. Переключатель аттенкуатора ОСЛАБ установить в положение "x32", переключатель коэффициента деления в положение "x128", переключатель входов соответствующего канала в положение "ПИД-1".

Изм. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инд. № инв.	Подп. и дата
30810	30.06.88		423	10.08.89

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

II.4.2.840.030 ИЭ

Лист

64

Подстроечным резистором КОМПЕНС аттенкуатора установить выходное напряжение по вольтметру В7-28, равное $(0 \pm 0,01)$ мВ, после чего переключатель коэффициента деления аттенкуатора установить в положение "x128". Установить выходной ток ИТ-12, равный $1 \cdot 10^{-9}$ А (J_1). Установить чувствительный предел измерения усилителя $M_1 = 1$ (ручка ОСЛАБ аттенкуатора в положение "-x1"). Вольтметром В7-28 измерить ~~Установить выходной ток ИТ-12 $1 \cdot 10^{-9}$ А (J_1). Измерить напряжение (L_0) на выходе аттенкуатора.~~ напряжение (L_0) на выходе аттенкуатора. Переклчуть усилитель ~~аттенкуатора~~ * СМ. НИЖЕ. на грубый предел на время от 1 до 3 с, затем возвратить его в исходное состояние. Зарегистрировать показания вольтметра (L_{12}). Операцию повторить 5 раз, затем вычислить среднее арифметическое значение показаний вольтметра (L_1).

Установить грубый предел измерения усилителя $M_2 = 32$ (ручка ОСЛАБ в положение "x32"). Установить выходной ток ИТ-12 $2 \cdot 10^{-8}$ А (J_2). Произвести описанные выше операции для значения тока и определить среднее арифметическое значение новых показаний вольтметра (L_2).

Относительную погрешность деления выходного сигнала (5M) определить по формуле:

$$5M = \left(1 - \frac{L_2 \cdot M_2 \cdot J_1}{L_1 \cdot M_1 \cdot J_2 (L_1 - L_0)} \right) \cdot 100\% \quad (II.12)$$

Повторить измерения для остальных каналов ПИД2, ПД-С, ПД-Р, сделав при этом соответствующие переключения ИТ-12 и аттенкуатора. Значения выходного тока ИТ-12 для проверки каналов ПД-С и ПД-Р $J_1 = 2 \cdot 10^{-8}$, $J_2 = 9,99 \cdot 10^{-7}$, коэффициент деления аттенкуатора "x16".

Отключить аттенкуатор от разъема ВЫХОД хроматографа. На контакты 5, 6 разъема XI аттенкуатора относительно контактов 16, 6 подать напряжение $(15 \pm 0,1)$ В на контакты 7, 16 относительно контактов 16, 6 напряжение минус $(15 \text{ В} \pm 0,1)$ В.

* Вольтметром В7-28 измерить напряжение (L_0) на выходе аттенкуатора. Установить выходной ток ИТ-12 $2 \cdot 10^{-8}$ А (J_1). Измерить напряжение (L_{11}) на выходе аттенкуатора.

Изм. № подл. 30810
 Подп. и дата 17/03/06.88
 Взм. кн. № 49
 Изм. № лубл. 49
 Подп. и дата 17.01.19

Переключатель каналов аттенжатора установить в положение ПИД-1, переключатель коэффициентов деления в положение "x1" (M_1^i). Подстроечным резистором КОМПЕНС аттенжатора установить выходное напряжение по вольтметру В7-28 равное (0 ± 1) мВ, после чего к контактам I_7 , I_9 относительно контактов 6 , I_6 подключить источник напряжения постоянного тока типа Б5-46. Переключатель Б5-46 установить в положение 0,2 В, измерить вольтметром В7-28 напряжение на выходе Б5-46 (U_1). Измерить напряжение на выходе аттенжатора (U_1^i). На короткое время изменить коэффициент деления аттенжатора и затем вернуть к исходному значению, зарегистрировать показания вольтметра на выходе аттенжатора (U_{12}^i). Операцию повторить пять раз и затем определить среднее арифметическое значение показаний вольтметра (U_1^i).

При каждом значении коэффициента деления сигнала (M_i^i) провести описанные выше операции и определить средние арифметические значения показаний вольтметра (U_1^i) при соответствующих им значениях напряжений (U_i). Соответствие положений переключателя выходного напряжения источника Б5-46 положению переключателя коэффициентов деления аттенжатора приведено в табл. II.8.

Относительную погрешность деления сигнала (δM_i^i) аттенжатора следует определить по формуле:

$$\delta M_i^i = \left(1 - \frac{U_i \cdot M_i^i \cdot U_1}{U_1^i \cdot M_1^i \cdot U_i} \right) \cdot 100\% \quad (II.13)$$

Таблица II.8

Положение переключателя выходного напряжения источника Б5-46	Положение переключателя коэффициентов деления аттенжатора
0,2	x1
0,2	x2
0,4	x4
0,8	x8

Изм. № 30810
 Подп. и дата: 30.06.88
 Вып. инв. №: 42
 Инв. №: 42
 Подп. и дата: 11.01.85

Продолжения табл. II.8

Положение переключателя выходного напряжения источника Б5-46	Положение переключателя коэффициентов деления аттенюатора
1,6	x16
3,2	x32
6,4	x64
6,4	x128
8,0	x256
9,0	x512
9,0	x1024

Значение погрешности деления выходного сигнала не должно быть более $\pm 1,5\%$. * См. лист 68.

II.4.6. Для определения коэффициента преобразования функционального преобразователя температура-напряжение осуществить следующие операции.

Отсоединить провода, идущие к рабочим ЭСП термостатов (открыть винты от колодки для термостата колонок, снять разъем с проводами сечением $0,5\text{мм}^2$ и длиной не более 1м модуля) и подсоединить вместо ЭСП магазин сопротивлений P4830/I, к выходу соответствующего преобразователя (разъем Выход), подключить вольтметр В7-28. Задать последовательно для каждого преобразователя, магазином сопротивления, соответствующие температурам (Т) 50, 100, 200, 300, 400 °С для ЭСП градуировка 100П по ГОСТ 6651-78 соответственно 119,71; 139,10; 177,03; 213,78; 249,36 Ом. На вольтметре зафиксировать напряжение (U) в мВ, которое должно находиться в пределах определенных по формуле;

$$U = T (20 \pm 0,05), \quad \begin{matrix} 50 \cdot 20 = 1000 \pm 5 = 15 \\ 400 \cdot 20 = 8000 \pm 5 = 80 \end{matrix} \quad (\text{II.14})$$

Рабочие ЭСП проверяются ~~отдельно по ГОСТ 8.461-82, а~~ *в составе термостатов по одной точке при температуре окружающей среды. Во время проверки следить за температурой в зоне панели преобразователя*

II.4.2.840.030 ИЭ

Лист

67

Изм. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Изм. № убо.	Подп. и дата
30810	10/30.06.88		4531	10/30.06.88

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

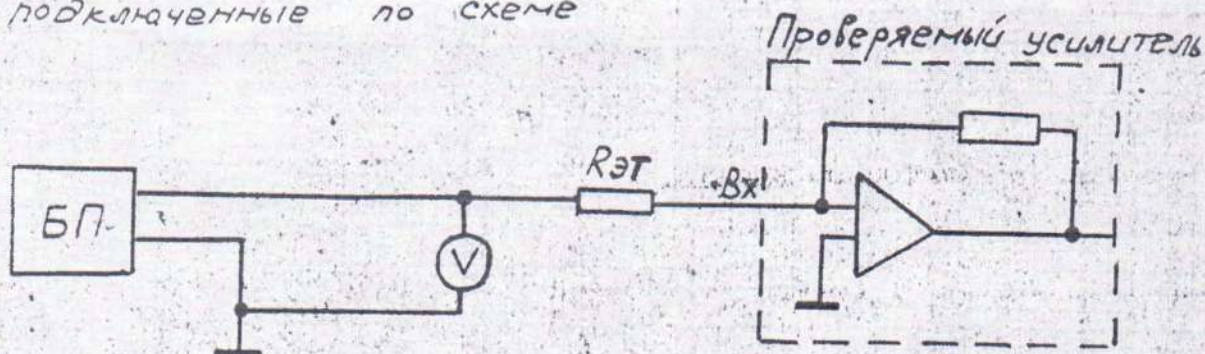
хроматографа, она не должна изменяться более чем на $\pm 5^\circ\text{C}$ за время испытаний. *)

II.5. Оформление результатов поверки

II.5.1. Результаты поверки необходимо занести в формуляр ИА.2.840.030 Ф0 и заверить подписью поверителя, кроме того при ~~проведении периодической~~ ~~положительных результатах~~ поверки оформить протокол (приложение 2), который хранится вместе с хроматографом. Хроматограф, не выдержавший поверку, к эксплуатации не пригоден, о чем необходимо произвести запись в ИА.2.840.030 Ф0, а хроматограф подвергнуть ремонту.

* К листу 67

Примечание. Для обеспечения требуемых токов на входе усилителей вместо ИТ-12 допускается использовать аттестованные по величине сопротивления с точностью $\pm 0,5\%$ резисторы (РЭТ) и источники постоянного напряжения (БП), подключенные по схеме



V - вольтметр Ш1516 (В7-46/1)

$R_{ЭТ} = 10 \text{ ГОм} \pm 20\%$ при контроле ПИД

$R_{ЭТ} = 100 \text{ МОм} \pm 10\%$ при контроле ПФД

диапазон напряжений БП

1 - 300 В при контроле ПИД

1 - 100 В при контроле ПФД

величина входного тока определяется по формуле $I_{Вх} = \frac{U}{R_{ЭТ}}$

*) Хроматограф перед поверкой рабочего ЭСП должен находиться в выключенном состоянии не менее 24 часов.

Температура, измеренная в термостатах, через 5 мин после включения хроматографа должна отличаться от показаний термометра, измеряющего температуру окружающей среды помещения, не более, чем на $\pm 0,5^\circ\text{C}$.

Изм. № подл.

Подп. и дата

Изм. № док.

Подп. и дата

Изм. № док.

Изм. № док. 19

Изм. № док. 19

Изм. № док. 19

Изм. № док. 19

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ИА.2.840.030 ИЭ

Лист

68

ПРИЛОЖЕНИЕ I

ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНЫХ СМЕСЕЙ

1. Контрольные вещества и растворитель выдержать в течение 2 ч в помещении, где готовятся смеси.

2. Температура окружающего воздуха при приготовлении контрольных смесей (20 ± 2) °С.

3. Определить массу тщательно вымытой и высушенной мерной колбы вместимостью 100 см³ в граммах (m_1) с погрешностью $\pm 0,1$ мг.

4. Для приготовления исходных растворов с максимальными концентрациями 1,0 мг.см⁻³ для пестицидов и 10,0 мг.см⁻³ для гептана контрольные вещества в количестве $\sim 0,1$ г и $\sim 1,0$ г соответственно поместить в мерную колбу и определить массу колбы с контрольным веществом в граммах (m_2) с погрешностью $\pm 0,1$ мг.

4.1. Массу контрольного вещества (m_i) определить по формуле:

$$m_i = m_2 - m_1 \quad (1)$$

4.2. В колбу с взвешенным контрольным веществом внести (20 ± 3) см³ растворителя, тщательно перемешать и разбавить растворителем до круговой риски так, чтобы нижний край мениска касался верхнего края отметки шкалы. Содержимое колбы тщательно перемешать.

4.3. Рассчитать массовую концентрацию приготовленных растворов по формуле:

$$C_0 = \frac{m_i}{V} \quad (2)$$

где m_i - масса растворенного контрольного вещества, г;

V - объем приготовленного раствора, см³.

5. Из исходных растворов методом последовательного разбавления готовить контрольные смеси с меньшими массовыми концентрациями контрольного вещества.

Изм. № 30510
 Подп. в дата 19/03/06.88
 Взам. инв. № 4631
 Инв. № 4631
 Дата в дата 14.01.09

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ИИ4.2.840.030 ИЗ

Лист

69

69

5.1. Рассчитать объем (V_2) контрольного вещества концентрацией C_0 (п.4.3), необходимый для приготовления раствора с заданной концентрацией C_x , по формуле:

$$V_2 = \frac{C_x \cdot V_3}{C_0} \quad (3)$$

где V_3 - объем приготовленной контрольной смеси с массовой концентрацией C_x , см³.

5.2. В мерную колбу вместимостью V_3 перенести с помощью пипетки рассчитанный объем (V_2) и разбавить по способу, указанному в п.4.2.

6. Исходные растворы стабильны при хранении в холодильнике при температуре 0-5°C в плотно закрытой посуде в течение одного года. Контрольные растворы готовы непосредственно перед применением, они могут храниться в холодильнике не более ~~одной недели~~ ^{30 дней}.

7. Все работы по приготовлению контрольных растворов проводить, соблюдая правила по технике безопасности при работе с пестицидами, являющимися токсичными веществами 2-го класса опасности, правила по технике безопасности с легковоспламеняющимися растворителями и правила личной гигиены в соответствии с требованиями

ГОСТ 12.1.004-85 и ГОСТ 12.1.007-76.

* классу 50

Определение расходов производить по формуле:

$$Q_{изм} = \frac{V_{об} \cdot \tau}{T}$$

где - $Q_{изм}$ - расход газа, см³·мин⁻¹.

$V_{об}$ - объем бюретки, см³.

T - измеренное значение времени прохождения мыльной пленки объема $V_{об}$.

Измеренные значения расходов не должны отличаться от заданных более чем на:

± 2 см ³ ·мин ⁻¹	в диапазоне	от 10 до 49 см ³ ·мин ⁻¹
± 10 см ³ ·мин ⁻¹		от 49 до 99 см ³ ·мин ⁻¹
± 20 см ³ ·мин ⁻¹		от 100 до 399 см ³ ·мин ⁻¹
± 100 см ³ ·мин ⁻¹		от 400 до 700 см ³ ·мин ⁻¹

Изм. № подл. 30810 Подп. и дата 30.06.88
 Взам. инв. № Инв. № суб. 49 Инв. № дубл. 49
 Попр. и дата 14.01.88

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
-----	------	----------	-------	------

ИИ4.2.840.030 ИЭ

Лист

70

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ПРОТОКОЛ

поверки хроматографа, принадлежащего

наименование организации

Тип хроматографа _____ Детектор _____

Изготовитель _____ Год изготовления _____

Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя _____

Наименование и номера блоков _____

Условия поверки :

температура окружающего воздуха _____ К (°С);

атмосферное давление _____ кПа ;

относительная влажность _____ %;

напряжение питания _____ В.

I. Определение уровня флуктуационных шумов ^{и дрейфа} нулевого сигнала ②

Наименование параметра	Значение параметра	
	по паспорту	действительное

2. Определение значения предела детектирования

Значение выходного сигнала	Среднее арифметическое значение выходного сигнала	Значение предела детектирования, полученное при измерении	Максимальное допустимое значение предела детектирования

Изм. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Изм. № рубл.	Подп. и дата
50810	19/06/08.88		4058	19 Авг 14.01.88

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ИИ4.2.840.030 ИЗ

Лист

71

