

Исследовательский институт химии,
Средств и материалов в области химической промышленности

ХРОМАТОГРАММ ГАЗОВЫЕ ЛАБОРАТОРИИ
УНИВЕРСАЛЬНЫЕ АЖС-80

Исполнительное задание по договору

160.284.001

1982

Настоящие методические указания распространяются на хроматографы газовые лабораторные универсальные ЛХМ-110 (в дальнейшем хроматограф ЛХМ-80) и устанавливают методы и средства их первичной и периодической поверок.

Хроматограф ЛХМ-80 подлежит первичной поверке и ответственности с "Номенклатурным перечнем подлежащих обязательной государственной поверке средств измерений, предназначенных и применяемых для целей учета, взаимных расчетов и торговли, обеспечения техники безопасности, охраны окружающей среды "Здоровья населения", утвержденным Госстандартом.

Периодическая государственная поверка хроматографа ЛХМ-80 проводится один раз в шесть месяцев при применении его для охраны окружающей среды и здоровья населения.

В зависимости от модификации в хроматографе используются следующие детекторы:

- У ДТП - детектор теплопроводности;
- ДИП - детектор ионизации в пламени;
- ДИР - детектор ионизационно-резонансный;
- ДЭЗ - детектор электронного захвата;
- ДФФ - детектор пламенно-фотометрический;
- ДТА - детектор термоаэрозольный.

I. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.

I.1. При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл. I.1.

Таблица 1.1.

Наименование операций	Номер пунктов раздела "Проведение поверки"
1. Внешний осмотр	4.1.
2. Определение значения относительной погрешности деления выходного сигнала	4.2.
3. Определение времени выхода хроматографа на режим и определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа при номинальном коэффициенте деления выходного сигнала, устанавливаемом индивидуально для каждой системы детектирования	4.3.
4. Определение минимального значения амплитуды выходного сигнала (А) в максимуме хроматографического пика при одной фиксированной средней концентрации контрольного вещества в детекторе (С), определяемой по концентрации контрольного вещества на входе в хроматограф.	4.4.
5. Определение значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) высот и площадей пиков и времен удерживания	4.5.

II. СРЕДСТВА И МАТЕРИАЛЫ ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны применяться средства поверки, указанные в табл. 2.1.

Таблица 2.1.

Наименование средств поверки	Нормативно-технические характеристики
Бюретка 1-2-100-0,2 ГОСТ20292-74	Кл. точности 2, вместимость 100 см ³ цена деления 0,2 см ³
Секундомер механический СДСпр-1-2 ГОСТ 5072-79	Кл. точности 2, диапазон измерения 0-30 мин.

Продолжение таблицы 2.1.

Наименования средств поверки	Нормативно-технические характеристики
Колонка газохроматографическая Л62.874.004	Входит в комплект сменных частей Л64.071.010-02
Источник регулируемого напряжения ИРН-64 ТУ 25-05.166-67	Предел регулирования напряжения -5-0-100 мВ
Цифровой вольтметр В7-20 И22.710. 005 ТУ	Погрешность измерения в % $\pm (0,5 + 0,1 \frac{U_x}{U_n})$
Термометр ТЛ 4 № 2 ГОСТ 215-73	
Психрометр ПБ-ИЕМ ГОСТ 6353-62	Погрешность измерения 1,5%
Линейка 300 ГОСТ 427-75	Предел измерения 300 мм
Микрошприц "Газохром 101" ТУ 25-05.2152-76	Погрешность дозирования 2%
Лупа ЛМ-3-10 ^X ГОСТ 8309-75	Цена деления 0,01 см

Примечание. Допускается использовать аналогичные средства измерений, обеспечивающие требования таблицы к классу точности в измеряемых диапазонах.

2.2. При проведении поверки должны применяться следующие материалы и реактивы:

- Алюмогель А_I ГОСТ 8136-76,
- Водород ГОСТ 3022-80,
- Кислород ГОСТ 5583-78
- Гексан марки "ч" ТУ 6-09-3375-78,
- Пропан ТУ 51-882-79,
- Пропазин технический ТУ 6-01-712-78,
- Гамма-изомер гексахлорциклогексан (линдан) ТУ 6-01-190-79,

Метафос ТУ 6-09-1189-79,

Хроматон *N-AW DMCS* (фракция 0,125-0,16 см) пропитанный 5%
SE -30 импорт Чехословакия),

Додекан $C_{12}H_{26}$ ТУ 6-09-3704-74,

Тетрадекан $C_{14}H_{30}$ ТУ 6-09-3705-74

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия: температура окружающего воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$; относительная влажность не более 80%; атмосферное давление от 84,0 до 107,0 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.); напряжение сети $(220 \pm 10)\text{В}$; частота сети (50 ± 1) Гц; механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работу хроматографа, должны отсутствовать; наличие примесей в окружающем воздухе не выше нормированных СНиП-74.

3.2. Размещение блоков и устройств хроматографа, электрические и газовые соединения должны соответствовать требованиям чертежей, прилагаемых к руководству по эксплуатации (приложение I).

3.3. Подготовку хроматографических колонок проводить согласно приложению 6 руководства по эксплуатации.

3.4. Перед проведением поверки необходимо проверить герметичность газовых магистралей хроматографа по методике, изложенной в руководстве по эксплуатации.

3.5. Подготовка к работе и включение ДИП, ДТА, ДИФ, ДЭЗ, ДИР, ДТИ в последовательности, изложенной в руководстве по эксплуатации.

Рабочие режимы для каждого детектора указаны в табл. 3.1.

Указанные шкалы ИМТ-05 соответствуют минимальному коэффициенту деления выходного сигнала:

ДИП для анализа пропана в азоте; ДТА для анализа пропана в ацетоне и метафоса в гексане; ДЭЗ для анализа линдана в гексане;

ДФФ для анализа метафоса в гексане; ДТТ для анализа пропана в азоте;
ДМР для анализа линдана в гексане и метафоса в гексане.

Таблица 3.1.

Условия поверки	ДПШ	ДТА	ДЭС	ДФФ	ДПШ	ДМР
Колонки	металлическая длиной 2м, заполненная алюмогелем А1 фракция 0,125-0,5 мм (активная окись алюминия) ГОСТ 8136-76, обработанная 5% двууглекислого натрия ГОСТ 4201-66	стеклянная длиной 1м, заполненная хроматоном (фракция 0,125-0,160мм), пропитанным 5% таннином 5%	стеклянная длиной 1м, заполненная хроматоном (фракция 0,125-0,160мм), пропитанным 5%	стеклянная длиной 1м, заполненная хроматоном (фракция 0,125-0,160мм), пропитанным 5%	насадочная металлическая колонка длиной 2м, заполненная алюмогелем А1 фракция 0,25-0,5мм (активная окись алюминия) ГОСТ 8136-76, обработанная 5% двууглекислого натрия ГОСТ 4201-66	насадочная стеклянная длиной 1м, заполненная хроматоном (фракция 0,125-0,160мм) пропитанным 5% силикона SE-30
Расход газа-носителя (азота) через колонку, см ³ /мин.	30 ± 5	30 ± 5	30 ± 5	60 ± 5	-	35 ± 5
Расход геля	-	-	-	-	25 ± 5	-
Расход водорода	30 ± 5	-	-	-	-	-
Расход воздуха	300 ± 30	-	-	-	-	-
Шкала ИМТ-05, А	5.10-12	2.10-10	5.10-10	2.10-8	-	1.10-10

Продолжение табл. 3.1.

Условия поверки	ДИП	ДТА	ДЭЗ	ДФФ	ДП	ДМР
Температура в термостатах:						
колонок, °С	150 ± 10	210 ± 10	210 ± 10	210 ± 10	150 ± 10	200 ± 10
детектора, °С	150 ± 10	250 ± 10	250 ± 10	200 ± 10	150 ± 10	260 ± 10
испарителя, °С	150 ± 10	230 ± 10	220 ± 10	230 ± 10	150 ± 10	200 ± 10
		напряжение питания - в соответствии с разделом 10 Руководства по эксплуатации Д61.550.027 РЗ			коэффициент ослабления выхода ного сигнала блока питания детектора по теплопроводности равен единице Ток детектора 180-185 мА	напряжение питания выходяется в соответствии с Руководством эксплуатации Д61.550.027 РЗ Расход азота на входе 80-90 мл/мин

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр.

При внешнем осмотре проверяется комплектность, четкость и правильность маркировки, чистота прибора, целостность механизмов и монтажа, исправность крепежных деталей, четкость отметок и цифр на лицевых панелях блоков.

4.2. Определение значения относительной погрешности деления выходного сигнала.

4.2.1. Ко входу блока питания детектора теплопроводности подключить вместо детектора источник регулируемого напряжения, например ИРН-64, снабженный цифровым вольтметром, к выходу блока питания подключить потенциометр КСП4.

4.2.2. Ко входу блока питания детектора теплопроводности допускается подключать другие приборы с аналогичными характеристиками класса не хуже 0,5.

4.2.3. Установить минимальный коэффициент деления выходного сигнала M_T блока питания.

4.2.4. Подать на вход блока питания напряжение от источника ИРН-64, при котором показания потенциометра КСП4 установятся на значении, соответствующем 80-95 % рабочей части шкалы.

4.2.5. Зарегистрировать значение напряжения U_T , в вольтах, подаваемое на блок питания, и измерить линейкой с ценой деления 1 мм показания потенциометра КСП4 в миллиметрах с точностью до 0,5 мм.

4.2.6. Кратковременно изменить коэффициент деления и возвратить к исходному значению. Операцию повторить j раз, регистрируя каждый раз показания потенциометра КСП4 L_{ij} в миллиметрах, и вычислить среднее арифметическое значение показаний потенциометра L_i , в миллиметрах:

$$i = 5$$

(4.1.)

4.2.7. При каждом значении коэффициента деления сигнала M_i произвести операции по пп 4.2.4 - 4.2.6. и определить средние арифметические значения показаний потенциометра КСП4 L_i , в миллиметрах, и соответствующие им значения напряжений U_i , в вольтах.

4.2.8. Относительную погрешность деления выходного сигнала блока питания ΔM_i определить по формуле:

$$\Delta M_i = \left(1 - \frac{L_i \cdot M_i \cdot U_i}{L_i \cdot M_i \cdot U_i}\right) \cdot 100 \quad (4.2.)$$

где: ΔM_i - в %.

4.2.9. Полученные значения относительной погрешности деления выходного сигнала должны быть по абсолютной величине не более 5%.

4.3. Определение времени выхода на режим и уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа производить при различных условиях в зависимости от системы детектирования хроматографа, согласно табл. 3.1;

4.3.1. Время выхода на режим проверять при скорости диаграммной ленты 600 мм/ч следующим образом. Включить хроматограф в изотермическом режиме. Через 2 ч для моделей с ДИП, ДТП, ДЭЗ, ДТА, ДДФ и через 2,5 ч для модели с ДИР определить уровень шумов нулевого сигнала хроматографа и СКО высот пиков. Полученные значения должны быть: уровень шумов не более 1% шкалы потенциометра КСП4;

СКО высот пиков в изотермическом режиме:

с ДИП, ДТП при контрольном веществе пропан не более 1,0%;

с ДИР не более 5%;

с ДЭЗ, ДТА, ДДФ не более 5,0%.

4.3.2. Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа производить в изотермическом режиме после выхода хроматографа на режим при скорости диаграммной ленты 600 мм/ч.

4.3.3. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа ΔX принять равным ширине полосы, ограничивающей максимальный размах нулевого сигнала частотой не менее 0,05 Гц.

Примечание. Единичные возмущения нулевого сигнала хроматографа длительностью не более 1 с на протяжении анализа стандартного образца и в количестве не более десяти в течение часа не учитывать.

4.3.4. Полученные значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа должны быть не более 1% шкалы потенциометра КСП4.

4.4. Определение амплитуды выходного сигнала (A) в максимуме хроматографического пика при одной фиксированной средней концентрации контрольного вещества в детекторе (\bar{C}), значения относительного СКО высот пиков в изотермическом режиме, значения относительного СКО площадей пиков в изотермическом режиме, значения относительного СКО времен удерживания в изотермическом режиме.

4.4.1. Порядок проведения испытаний следующий:

Условия испытаний хроматографа должны соответствовать условиям, указанным в разделе 3 за исключением шкал ИМТ-05 и коэффициента ослабления выходного сигнала блока питания детектора теплопроводности. Скорость диаграммной ленты 1800 мм/ч, режимы работы по табл. 3.1. Приготовить поверочные смеси, указанные в табл. 4.2.

Таблица 4.2.

Наименование детектора	Поверочная смесь	Концентрация контрольного вещества C , мг/см ³	Примечание
ДТП	пропан в гелии	$2,0 \cdot 10^{-2}$ - $4,0 \cdot 10^{-2}$ (1,00-2,00 % об)	Смесь готовится в соответствии с "Методикой приготовления контрольных газовых смесей" АМЖО.284.002.Д. Допускается использование смесей, приобретенных на

Продолжение табл. 4.2.

Наименование детектора	Поверочная смесь	Концентрация контрольного вещества С, мг/см ³	Примечание
			соответствующих заводах-изготовителях, имеющих указанное содержание пропана в гелии и чистоту, не превышающую 5%.
ДИП	пропан в азоте	$0,2 \cdot 10^{-3} - 0,5 \cdot 10^{-3}$ (0,01-0,025 % об.)	То же Чистота до 10%
ДТА	метафос в гексане	$6,8 \cdot 10^{-3} - 16,5 \cdot 10^{-3}$ (1,0 · 10 ⁻³ - 2,5 · 10 ⁻³ % мас.)	Смесь готовится в соответствии с инструкцией "Приготовление поверочных смесей пестицидов" ДАХО.284.003
ДТА	пропазин в гексане	$0,64 \cdot 10^{-1} - 1,62 \cdot 10^{-1}$ (1,0 · 10 ⁻² - 2,5 · 10 ⁻² % мас.)	То же
ДЭЗ	линдан в гексане	$3,3 \cdot 10^{-4} - 5,95 \cdot 10^{-4}$ (5 · 10 ⁻⁵ - 9 · 10 ⁻⁵ % мас.)	То же
ДИР	линдан в гексане	$2,0 \cdot 10^{-4} - 6,0 \cdot 10^{-4}$ (3,0 · 10 ⁻⁵ - 9,0 · 10 ⁻⁵ % мас.)	" "
ДИР	метафос в гексане	$3,0 \cdot 10^{-3} - 7,0 \cdot 10^{-3}$ (4,5 · 10 ⁻⁴ - 10,5 · 10 ⁻⁴ % мас.)	" "
ДИФ	метафос в гексане	$1,8 \cdot 10^{-2} - 2,2 \cdot 10^{-2}$ (2,7 · 10 ⁻³ - 3,3 · 10 ⁻³ % мас.)	" "

Ввод жидких смесей производить вручную с помощью микрошприца "Газохром 101", объем вводимой пробы $1 \cdot 10^{-3}$ см³;

Ввод газовых смесей производить вручную газовым дозатором, ходящим в блок термостата, объем газовой дозы $0,5$ см³;

Положение переключателей коэффициента ослабления выходного сигнала блока питания детектора теплопроводности и шкалы ИМТ-05 установить такими, при которых высоты хроматографических пиков, соответствующих контрольному веществу, превышают 40% шкалы прибора

КСП4;

В процессе проведения испытаний фиксировать на диаграммной ленте прибора КСП4 хроматографический пик, соответствующий контрольному веществу;

Определить время удерживания этого вещества и измерить высоту и ширину пика на половине его высоты.

Для определения времени удерживания измерить интервал времени между моментом ввода пробы в испаритель и моментом, соответствующим вершине хроматографического пика контрольного вещества.

Измерение времени производить косвенно по хроматограмме, линейкой с ценой деления 1 мм.

Измерение ширины пика на половине высоты производить лупой с ценой деления 0,1 мм с точностью до 0,1 мм;

Измерение значения высоты пика d , в миллиметрах, пересчитать в значения высоты пика h , в процентах шкалы потенциометра КСП4, по формуле:

$$h = \frac{d}{2,5} \quad (4.3)$$

Измеренные значения ширины пика на половине высоты τ 0,5 мм, пересчитать в значения ширины пика на половине высоты M , в секундах по формуле:

$$M = \frac{\tau 0,5}{0,5} \quad (4.4)$$

Определение площади пика производить только для модели I с помощью интегратора И-02 в условных единицах счета. Расчеты характеристик по площадям пиков для других моделей не проводить.

Перед проведением испытаний допускается произвести несколько технологических анализов. Количество технологических анализов ограничивается прекращением нарастания следующих друг за другом пи

контрольного вещества, но должно быть не более десяти.

4.4.2. На вход хроматографа с каждым детектором n раз подать соответствующую поверочную смесь ($n=10$). Для каждого из полученных хроматографических пиков определить высоту h_i , в процентах шкалы потенциометра КСП4, определить время удерживания t_i , в секундах, определить ширину пика на половине высоты M_i , в секундах, и определить площадь пика S_i , в условных единицах счета.

4.4.3. Допускается из результатов испытаний исключить аномальные результаты наблюдений.

Оценку аномальности результатов наблюдений производить в соответствии с ГОСТ II.002-73.

Составить упорядоченные выборки результатов наблюдений

$$h_1 \leq h_2 \dots \leq h_n \quad (4.5)$$

$$S_1 \leq S_2 \dots \leq S_n \quad (4.6)$$

$$t_1 \leq t_2 \dots \leq t_n \quad (4.7)$$

$$M_1 \leq M_2 \dots \leq M_n \quad (4.8)$$

Определить выборочные средние по формулам:

$$\bar{h} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n h_i \quad (4.9)$$

$$\bar{S} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n S_i \quad (4.10)$$

$$\bar{t} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n t_i \quad (4.11)$$

$$\bar{M} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n M_i \quad (4.12)$$

где: $\bar{h}, \bar{S}, \bar{t}, \bar{M}$ - средние арифметические из всех наблюдений значения высот пиков, площадей пиков, времен удерживания и ширины пика на половине высоты соответственно.

Определить выборочные среднеквадратические отклонения (СКО) по формуле:

$$\sigma_h = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}} \quad (4.13),$$

$$\sigma_s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - \bar{s})^2}{n-1}} \quad (4.14),$$

$$\sigma_t = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}} \quad (4.15)$$

$$\sigma_M = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (M_i - \bar{M})^2}{n-1}} \quad (4.16)$$

где: $\sigma_h, \sigma_s, \sigma_t, \sigma_M$ - СКО высот пиков, площадей пиков, времен удерживания и ширины пика на половине высоты соответственно.

Чтобы оценить принадлежность результатов наблюдений к данной нормальной совокупности и принять решение об исключении или оставлении результатов наблюдения в составе выборки, найти отношения

$$V_{h_i} = \frac{(\bar{h} - h_i)}{\sigma_h} \quad (4.17)$$

$$V_{s_i} = \frac{(\bar{s} - s_i)}{\sigma_s} \quad (4.18)$$

$$V_{t_i} = \frac{(\bar{t} - t_i)}{\sigma_t} \quad (4.19)$$

$$V_{M_i} = \frac{(\bar{M} - M_i)}{\sigma_M} \quad (4.20)$$

где V_{h_i} - отношение для высот пиков,

V_{s_i} - отношение для площадей пиков,

V_{t_i} - отношение для времен удерживания

V_{M_i} - отношение для ширины пика на половине высоты.

Результаты сравнить с величиной β , взятой из табл. 4.3.

Таблица 4.3.

n	12	11	10	9	8	7	6	5	4	3
---	----	----	----	---	---	---	---	---	---	---

β 2,29 2,23 2,18 2,11 2,08 1,94 1,82 1,67 1,46 1,15

Если $\left. \begin{array}{l} |h_i| \geq \beta \\ |s_i| \geq \beta \\ |t_i| \geq \beta \\ |M_i| \geq \beta \end{array} \right\}$ по результатам наблюдения h_i, s_i, t_i, M_i аномален и должен быть исключен из дальнейших расчетов.

Проверке на аномальность подвергать результаты наблюдений, максимально отличающиеся от результатов наблюдений, полученных на одной поверочной смеси.

Примечание. В табл. 4.3. использованы данные из раздела 2 ГОСТ II.002-73 (уровень значимости принят $\alpha = 0,05$).

4.4.4. Определить средние арифметические значения выходных сигналов $\bar{h}_i, \bar{s}_i, \bar{t}_i$ и ширины пика на половине высоты \bar{M}_i , при работе с каждым детектором по формулам:

$$\bar{h}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{l=1}^n h_{li} \quad (4.21)$$

$$\bar{t}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{l=1}^n t_{li} \quad (4.22)$$

$$\bar{s}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{l=1}^n s_{li} \quad (4.23)$$

$$\bar{M}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{l=1}^n M_{li} \quad (4.24)$$

где: h_l, t_l, s_l, M_l — l -тые значения высоты пиков, времени удерживания, площади пиков и ширины пика на половине высоты соответственно после исключения аномальных результатов наблюдений;

n_i — количество результатов наблюдений, полученное на каждой поверочной смеси после исключения аномальных результатов наблюдений.

4.4.5. Определить значение концентрации контрольного вещества в детекторе по формуле:

$$\bar{C} = \frac{G}{M_i} \quad (4.25)$$

где: \bar{C} - в г/см³;

G - количество контрольного вещества в г.

Количество контрольного вещества (G) в граммах для жидких смесей определить по формуле:

$$G = 10^{-3} \cdot V_g \cdot C \quad (4.26)$$

где: V_g - объем дозы в см³;

C - концентрация контрольного вещества в пробе в мг/см³

Количество пропана (G) в граммах для газовых смесей определять по формуле:

$$G = \frac{0,01 \cdot P \cdot V_{гг} \cdot M \cdot C_{гс}}{R(t + 273)} \quad (4.27),$$

где: P - атмосферное давление в Па;

$V_{гг}$ - объем газовой пробы в см³;

M - молекулярная масса пропана в г/моль (44 г/моль);

$C_{гс}$ - концентрация пропана в смеси в % об.

R - газовая постоянная - $8,3 \times 10^6$; $\frac{\text{Па} \cdot \text{см}^3}{\text{моль} \cdot \text{градус}}$

t - температура окружающей среды в °C.

4.4.6. Определить минимальное допустимое значение амплитуды выходного сигнала A в максимуме хроматографического пика при средней концентрации контрольного вещества в детекторе \bar{C} по формуле:

$$A = K \cdot \bar{C} \quad (4.28)$$

где: A - в % шкалы потенциометра КСИ4;

K - коэффициент, нормируемый для каждого детектора по соответствующим контрольным веществам и имеющий следующие значения:
для ДП при контрольном веществе пропан $1 \cdot 10^{11} \frac{\text{С. \% шкалы}}{\text{г}}$

для ДП при контрольном веществе пропан $2 \cdot 10^8 \frac{\text{С. \% шкалы}}{\text{г}}$

для ДЭЗ при контрольном веществе линдан $3 \cdot 10^{12}$ $\frac{\text{С. \% шкалы}}{\text{г}}$

для ДИР при контрольном веществе линдан $5 \cdot 10^{11}$ $\frac{\text{С. \% шкалы}}{\text{г}}$

для ДИР при контрольном веществе метафос $5 \cdot 10^{10}$ $\frac{\text{С. \% шкалы}}{\text{г}}$

для ДТА при контрольном веществе метафос $3 \cdot 10^{12}$ $\frac{\text{С. \% шкалы}}{\text{г}}$

для ДТА при контрольном веществе пропазин $5 \cdot 10^{11}$ $\frac{\text{С. \% шкалы}}{\text{г}}$

для ДИФ при контрольном веществе метафос $5 \cdot 10^9$ $\frac{\text{С. \% шкалы}}{\text{г}}$

4.4.7. Действительное значение амплитуды выходного сигнала в максимуме хроматографического пика при средней концентрации контрольного вещества в детекторе \bar{C} следует определять по формуле:

$$A_g = \frac{M_i}{M_1} \cdot h_1 \quad (4.29)$$

где A_g - в % шкалы потенциометра КСП4,

M_i - положение переключателей коэффициента ослабления выходного сигнала блока питания детектора теплопроводности или ИМТ-05 по п. 3.5.

M_1 - положение переключателей коэффициента ослабления выходного сигнала блока питания детектора теплопроводности или шкалы ИМТ-05 по п. 3.5.

4.4.8. Действительное значение амплитуды выходного сигнала должно быть не менее минимально допустимого значения амплитуды выходного сигнала (A), рассчитанного по формуле (4.28)

4.4.9. Определить значение относительного СКО высот пиков δ_{h_i} , СКО площадей пиков δ_{S_i} , СКО времен удерживания δ_{t_i} при работе с каждым детектором по формулам:

$$\delta_{h_i} = \frac{100}{h_i} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_i} (\bar{h}_i - h_i)^2}{n_i - 1}} \quad (4.30)$$

$$\delta_{S_i} = \frac{100}{S_i} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_i} (\bar{S}_i - S_i)^2}{n_i - 1}} \quad (4.31)$$

$$\delta t_i = \frac{100}{t_i} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_i} (\bar{t}_i - t_i)^2}{n_i - 1}} \quad (4.32)$$

где: $\delta h_i, \delta s_i, \delta t_i$ - в %

Полученные значения δh_i должны быть не более:

для ДИП и ДТП - 1,0%

для ДИР - 5,0%

для ДЭЗ, ДТА, ДПФ - 5%

Полученные значения δs_i , должны быть не более 3%.

Полученные значения δt_i , должны быть не более:

для ДИП и ДТП - 1,0%,

для ДИР, ДЭЗ, ДТА, ДПФ - 1,5%.

4.5. Определение значения относительного СКО высот пиков, СКО площадей пиков, и СКО времен удерживания в режиме программирования температур с детектором ионизации в пламени.

4.5.1. Проверку произвести при следующих условиях:

Насадочные металлические колонки (2шт.) длиной 1 м, заполненные хроматоном *N-AW-DMCS* (фракция 0,125 - 0,160 мм), пропитанным 5% *SE - 30*.

Расход газа-носителя через колонки по (30 ± 5) см³/мин

Расход водорода для ДИП (30 ± 5) см³/мин.

Расход воздуха для ДИП (300 ± 50) см³/мин

Температура начальной ступени термостата колонок 140°C.

Выдержка времени на начальной ступени 2 мин.

Температура конечной ступени термостата колонок 200°C.

Выдержка времени на конечной ступени 2 мин.

Скорость подъема температуры 12°C/мин.

Температура детекторов 220°C.

Температура испарителей 250°C.

Контрольная смесь - гексановый раствор додекана и тетрадекана концентрацией для ДИП - додекан 0,8 мг/см³, тетрадекан 1,28 мг/см³

для ДТП - додекан 20 мг/см^3 , тетрадекан 32 мг/см^3 .

Гексановые растворы смеси готовятся в соответствии с методикой АМЖО.284.004 Д.

Ввод смеси осуществлять согласно пункту 4.4.1.

Положение переключателей блока питания детектора теплопроводности и шкалы ИМТ-0,5 установить такими, при которых высоты хроматографических пиков соответствующих додекану и тетрадекану превышают 40% шкалы потенциометра КСП-4.

Скорость диаграммной ленты на потенциометре КСП4 - 1800 мм/ч.

4.5.2. Определение высот хроматографических пиков, времен удерживания и площадей пиков и исключение аномальных результатов наблюдений производить согласно п. 4.4.3.

Перед проведением испытаний допускается произвести несколько технологических анализов. Количество технологических анализов ограничивается прекращением нарастания следующих друг за другом пиков контрольных веществ, но не должно быть более десяти.

4.5.3. На вход хроматографа в режиме программирования температур n раз подать поверочную смесь ($n = 10$) и определить средние арифметические значения высот пиков \bar{h}_i , времен удерживания \bar{t}_i , площадей пиков \bar{S}_i , контрольных веществ по формулам (4.21), (4.22), (4.23).

4.5.4. Определить СКО выходных сигналов по формулам (4.30), (4.31), (4.32)

Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) высот пиков должны быть не более 4%.

Полученные значения относительного СКО площадей пиков должны быть не более 6%.

Полученные значения относительного СКО времен удерживания должны быть не более 3%.

Б. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

Б. I. Положительные результаты поверки должны оформляться путем записи в паспорте на хроматограф результатов поверки, заверенной поверителем, с нанесением оттиска поверительного клейма согласно ГОСТ 8.042-72.