

**Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ –
ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО
ПРЕДПРИЯТИЯ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)**

СОГЛАСОВАНО

И.о директора УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Е.П. Собина

2021 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ

Agilent 7890В

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 103-223-2020

Екатеринбург
2021

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	4
3 Перечень операций поверки средства измерений.....	5
4 Требования к условиям проведения поверки.....	5
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6 Метрологические и технические требования к средства поверки.....	6
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8 Внешний осмотр средства измерений.....	7
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	7
10 Проверка программного обеспечения средства измерений.....	9
11 Определение метрологических характеристик средства измерений.....	10
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям..	11
13 Оформление результатов поверки.....	13
Приложение А (рекомендуемое). Форма протокола поверки	14

Государственная система обеспечения единства измерений Хроматографы газовые Agilent 7890B Методика поверки	МП 103-223-2020
---	------------------------

Дата введения в действия «__» _____ 2021 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на хроматографы газовые Agilent 7890B (далее – хроматографы Agilent 7890B) производства AC Analytical Controls B.V., Нидерланды, предназначенные для измерений содержания (объемных долей, млн^{-1}) компонентов, входящих в состав анализируемых проб технологических газов и товарного гелия, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок хроматографов Agilent 7890B с зав. № CN20293019 и зав. № CN20303002 с плазменно-эмиссионным детектором (ПЭД). Проверка хроматографов Agilent 7890B с плазменно-эмиссионным детектором должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость хроматографов Agilent 7890B с плазменно-эмиссионным детектором к «Государственному первичному эталону единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах» ГЭТ 154-2019 согласно государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 2664 от 14 декабря 2018 г. посредством использования стандартного образца (СО) состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) – ГСО 10531-2014 (неон в гелии), аттестованные характеристики которого прослеживаются к ГЭТ 154-2019.

1.3 Интервал между поверками – один год.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике использованы ссылки на следующие нормативные документы и нормативные правовые акты:

ГОСТ 12.3.019-80 Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

Приказ Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 декабря 2018 г. № 2664 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах»

Приказ Министерства труда и социальной защиты РФ от 15 декабря 2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок».

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных документов по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке хроматографов Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичной	периодической
Внешний осмотр	8	да	да
Проверка соответствия программного обеспечения средства измерений	9	да	да
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	10	да	да
Определение метрологических характеристик средства измерений:	11		
- определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	11.1	да	да
- определение предела детектирования	11.2	да	да
- определение относительного СКО выходного сигнала	11.3	да	да
- определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы	11.4	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций, указанных в таблице 1, проводится настройка хроматографов Agilent 7890В в соответствии с руководством по эксплуатации (далее – РЭ). Далее необходимые операции повторяют вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, хроматограф Agilent 7890В бракуется, и выполняются операции по п. 13 настоящей методики поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки хроматографов Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором должны быть соблюдены следующие условия поверки:

- температура окружающей среды, °С 23±5;
- относительная влажность воздуха, % не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

4.2 Поверяемый хроматограф Agilent 7890В должен состоять из основного блока, включающего термостат с плазменно-эмиссионным детектором и хроматографическими колонками (насадочной и капиллярной), блока ввода проб с автоматическими дозаторами (краном-дозатором для ввода газовых проб), блока контроля газовых потоков и внешнего компьютера с программным обеспечением OpenLab CDS ChemStation Edition.

4.3 Операции поверки, связанные с опробованием и определением метрологических характеристик, проводят для детектора ПЭД с использованием капиллярной и насадочной колонок, входящих в комплект поставки хроматографа.

Хроматографические колонки (насадочная и капиллярная) газового хроматографа Agilent 7890В, используемые при поверке, должны иметь геометрию и неподвижную

фазу, обеспечивающие разделение анализируемого компонента от остальных компонентов контрольной смеси (разрешение ≥ 1). В качестве газа-носителя используется гелий.

Все подключения, задание режимов работы хроматографа Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором выполняют в соответствии с РЭ поверяемого хроматографа.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке хроматографов Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором допускаются специалисты, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, имеющие техническое образование и вторую квалификационную группу по электробезопасности (до 1000 В), ознакомившиеся с настоящей методикой поверки и РЭ на хроматограф.

5.2 Для снятия данных при выполнении операций поверки допускается участие сервис-инженера изготовителя или его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего хроматограф (под контролем поверителя).

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки хроматографов Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором применяют стандартные образцы, средства измерений и вспомогательные технические средства согласно таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Средства поверки

Наименование	Метрологические и технические требования
Поверочная газовая смесь для ПЭД: СО состава искусственной газовой смеси на основе инертных и постоянных газов (ИП-М-1) – ГСО 10531-2014 (неон в гелии)	Объемная доля неона в гелии от 1 до 10 мл ⁻¹ (от 0,0001 до 0,0010 об. %), ПГО ± 4 % (P=0,95), рекомендуемое содержание определяемого компонента 2,01 мл ⁻¹ (0,0002 об. %), ПГ $\pm 0,08$ мл ⁻¹ (P=0,95).
Гелий газообразный (сжатый) высокой чистоты, марка 6.0	Содержание гелия не менее 99,9999 %
Термогигрометр ИВА-6А-КП-Д (регистрационный номер в ФИФ ОЕИ 46434-11)	Диапазоны измерений температуры, относительной влажности и давления не менее требуемых по п. 4

П р и м е ч а н и е – При проведении поверки хроматографа ввод пробы осуществляется через кран-дозатор из состава хроматографа, одновременно выполняющий роль крана обратной продувки.

6.2 Эталоны, применяемые для поверки хроматографа должны быть поверены, если представлены средствами измерений утвержденного типа, или аттестованы, если представлены средствами измерений неутвержденного типа; стандартные образцы (СО) и средства измерений (СИ) должны быть утвержденного типа, СИ на момент использования должны быть поверены.

6.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единицы содержания (объемной доли, мл⁻¹) поверяемому хроматографу.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки хроматографов Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором должны быть соблюдены требования Приказа Министерства труда и социальной защиты РФ от 15 декабря 2020 г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.3.019, а также условия по обеспечению безопасности, изложенные в РЭ хроматографа.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре должно быть установлено:

- наличие заводского или серийного номера на корпусе поверяемого хроматографа Agilent 7890В, обеспечивающих идентификацию каждого экземпляра средств измерений, и возможность прочтения номера в процессе эксплуатации средства измерений;
- соответствие внешнего вида и комплектности хроматографа Agilent 7890В сведениям, приведенным в РЭ и описании типа;
- отсутствие видимых повреждений корпуса хроматографа Agilent 7890В и всех его составных частей, соединительных кабелей и сетевых разъемов;
- четкость обозначений и маркировки хроматографа Agilent 7890В.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре хроматографа Agilent 7890В выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Проверка соответствия программного обеспечения средства измерений

9.1 Хроматографы Agilent 7890В оснащаются встроенным и автономным ПО (OpenLab CDS ChemStation Edition) и сервисным ПО (LDChroma).

Встроенное ПО предназначено для сбора и передачи данных в автономное ПО и для задания параметров хроматографа с помощью панели управления и дисплея на корпусе хроматографа.

Программное обеспечение OpenLab CDS ChemStation Edition является метрологически значимой частью ПО хроматографов Agilent 7890В, которое выполняет следующие функции:

- управление хроматографом;
- настройка режимов работы;
- получение хроматограмм;
- обработка и хранение результатов измерений;
- построение градуировочных графиков;
- проведение диагностических проверок блока хроматографа.

Сервисное программное обеспечение LDChroma используется однократно для первоначальной настройки ПЭД и установления оптимальных настроек детектора и не является метрологически значимым.

9.2 При выполнении поверки выполняют проверку соответствия следующих идентификационных данных автономного ПО (OpenLab CDS ChemStation Edition) и сервисного ПО (LDChroma) хроматографов Agilent 7890В:

- идентификационное наименование ПО;
- номер версии (идентификационный номер) ПО.

9.2.1 Определение идентификационных данных автономного ПО (OpenLab CDS ChemStation Edition) осуществляют при включении поверяемого хроматографа и запуска ПО с рабочего стола внешнего компьютера следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help» («Справка»), в открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About» («О программе»), в результате чего откроется окно, в котором приведены идентификационное наименование ПО и номер версии. Вид информационного окна с идентификационными данными автономного ПО приведен на рисунке 1.

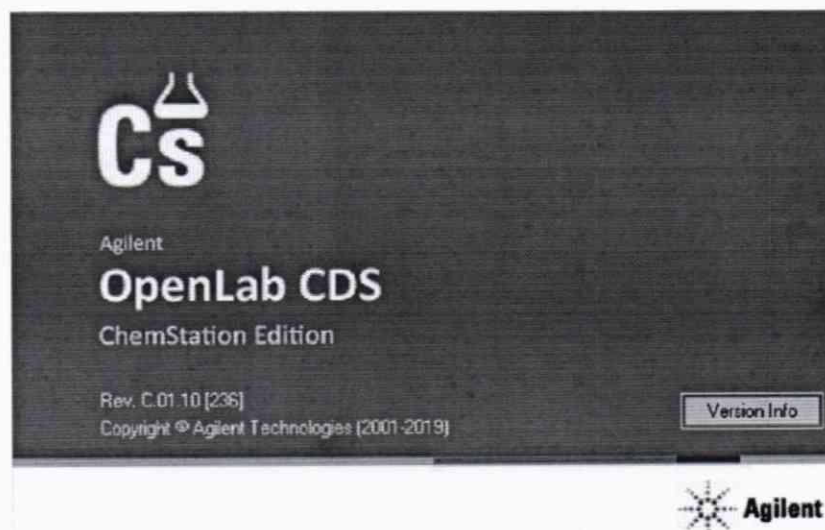


Рисунок 1 – Информационное окно с идентификационными данными автономного ПО

9.2.2 Определение идентификационных данных сервисного ПО (LDChroma) осуществляют при включении поверяемого хроматографа и запуска ПО с рабочего стола внешнего компьютера следующим образом:

- в главном окне программы в строке команд щелкнуть мышью на команде «Help» («Справка»), в открывшемся окне щелкнуть мышью по строке «About» («О программе»), затем снова о «About» («О программе») для просмотра номера версии ПО. Вид информационного окна с идентификационными данными сервисного ПО приведен на рисунке 2.

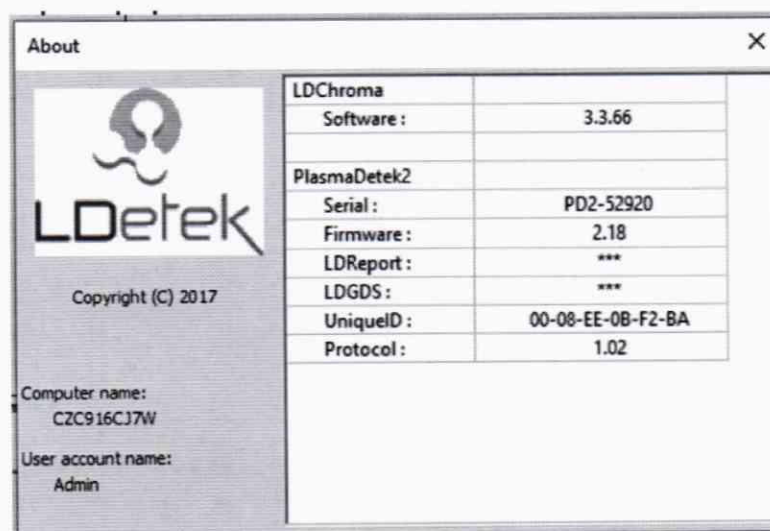


Рисунок 2 – Информационное окно с идентификационными данными сервисного ПО

9.3 Хроматографы Agilent 7890B с плазменно-эмиссионным детектором считаются выдержавшими поверку по п.9, если идентификационные наименования и номера версий ПО

соответствуют данным, указанным в описании типа средства измерений и приведенным в таблице 3.

Т а б л и ц а 3 – Идентификационные данные ПО хроматографа Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	OpenLab CDS ChemStation Edition	LDChroma
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже С.01.10	не ниже 3.3.66

10 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

10.1 Перед проведением поверки проводят проверку герметичности газовых линий хроматографа, подготавливают к работе хроматографические колонки согласно РЭ.

10.2 Готовят поверяемый хроматограф к работе в соответствии с РЭ. Рекомендуемые условия и режимы работы хроматографа (температура термостата колонок, температура инжектора и детектора и т.д.) указаны в таблице 4. Рекомендуемое время выхода детектора ПЭД на рабочий режим не менее (0,5-2) ч.

Т а б л и ц а 4 – Рекомендуемые режимы и условия работы хроматографа

Тип детектора хроматографа	ПЭД
Насадочная колонка	- неподвижная фаза: Molsieve или пористые полимеры
Капиллярная колонка	- неподвижная фаза: Rtx-1, Rtx-5, WAX, PLOT или аналогичная - длина: (10-100) м, диаметр (0,18-0,53) мм; - толщина пленки: (0,1-5) мкм.
Расход газа-носителя в: - насадочной колонке - капиллярной колонке	(20-40) см ³ /мин (4,5-10) см ³ /мин
Газ поддува	30 см ³ /мин
Температура инжектора	75 °С (возможно до 320 °С) при использовании в качестве автоматического дозатора ДРП (120-150) °С
Температура детектора	45 °С (возможный диапазон (40-300) °С)
Температура термостата колонок	Изотерма (40-300) °С Программа до 300 °С
Ослабление сигнала	1-64
Газ-носитель	Гелий
*Газ-носитель может быть гелий или азот в зависимости от практики лаборатории, требований рабочих методик измерений и руководства по эксплуатации на хроматограф.	

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

11.1.1 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на рабочий режим и принимают равным максимальной амплитуде (размаху) повторяющихся колебаний нулевого (без ввода пробы) сигнала с периодом не более 20 с.

11.1.2 За дрейф нулевого сигнала принимают наибольшее смещение уровня нулевого сигнала в течение 1 ч.

Для определения дрейфа нулевого сигнала Δ'_y в течение 1 ч регистрируют хроматограмму без ввода пробы.

11.2 Определение предела детектирования

11.2.1 Для определения предела детектирования подключить к хроматографу баллон с поверочной газовой смесью категории СО состава утвержденного типа (ГСО), указанной в таблице 2 – ГСО 10531-2014 (неон в гелии), с рекомендованным содержанием определяемого компонента $2,01 \text{ млн}^{-1}$ (0,0002 об. %).

В качестве газа носителя используется гелий. Все подключения, задание режимов работы хроматографа выполняют в соответствии с РЭ (рекомендуемые условия и режимы работы указаны в таблице 4).

11.2.2 Для определения предела обнаружения с помощью крана-дозатора вводят в поверяемый хроматограф $0,5 \text{ см}^3$ поверочной газовой смеси, соответствующей типу детектора хроматографа Agilent 7890В и указанной в п.11.2.1. Пробу в хроматограф вводят не менее 10 раз, воспроизводят хроматограммы на дисплее управляющего компьютера. По полученным хроматограммам определяют площади пика контрольного вещества, выраженные для детектора ПЭД в вольтах в секунду (В/с).

11.3 Определение относительного СКО выходного сигнала

11.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала проводят после выхода хроматографа Agilent 7890В на режим в условиях, указанных в п.11.2, используя поверочную газовую смесь, указанную в п.11.2.1.

Примечание – Допускается определять относительное СКО выходного сигнала хроматографа одновременно с пределом детектирования по 11.2 настоящей методики поверки.

11.3.2 Относительное СКО выходного сигнала определяют для всех нормируемых информативных параметров выходного сигнала: времени удерживания, высоты и площади пика.

Для определения относительного СКО выходного сигнала с помощью крана-дозатора вводят в хроматограф $0,5 \text{ см}^3$ поверочной газовой смеси, соответствующей типу детектора хроматографа Agilent 7890В и указанной в п.11.2.1.

Пробу в хроматограф вводят не менее 10 раз, воспроизводят хроматограммы на дисплее управляющего компьютера. По полученным хроматограммам определяют значения выходного сигнала (по площади и высоте пика, по времени удерживания) и вычисляют соответствующие среднее арифметические значения выходного сигнала по каждому информативному параметру (\bar{X}).

11.4 Определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы

11.4.1 Определение относительного изменения выходного сигнала хроматографа (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы проводят в условиях и режимах измерений, указанных в п.10.2 настоящей методики поверки. Проводят операции, описанные в п.11.3.2, только пробу поверочной газовой смеси вводят в хроматограф не менее 3 раз.

Воспроизводят хроматограммы на дисплее управляющего компьютера хроматографа. По полученным хроматограммам определяют значения выходного сигнала по информативным параметрам и вычисляют среднее арифметические значения выходного сигнала по площади пика.

11.4.2 Через 4 часа непрерывной работы поверяемого хроматографа повторяют измерения по 11.4.1.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 Значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала Δ'_x для плазменно-эмиссионного детектора хроматографа вольтах (В) определяют по формуле

$$\Delta'_x = \frac{\Delta_x}{K_{\text{пр}}}, \quad (1)$$

где Δ_x – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала в вольтах с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора. Колебания, имеющие характер одиночных импульсов длительностью не более 1 с, не учитывают;

$K_{\text{пр}}$ – коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала в соответствии с РЭ на хроматограф.

12.2 Значение дрейфа нулевого сигнала для ПЭД хроматографа Δ'_y в вольтах в час (В/ч) определяют по формуле

$$\Delta'_y = \frac{\Delta_y}{K_{\text{пр}}}, \quad (2)$$

где Δ_y – смещение уровня нулевого сигнала, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора, мкВ.

Примечание – Допускается проводить расчет уровня флуктуационного шума и дрейфа нулевого сигнала при помощи программного обеспечения поверяемого хроматографа.

12.3 Полученные значения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала детектора хроматографа не должны превышать значений, указанных в таблице 5.

Т а б л и ц а 5 – Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Детектор	Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	Дрейф нулевого сигнала, В/ч, не более
ПЭД	$5 \cdot 10^{-6}$	$25 \cdot 10^{-5}$

12.4 Предел детектирования ПЭД хроматографа – C_{min} , г/с, рассчитывают по формуле

$$C_{\text{min}} = \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S}} \cdot \frac{1}{A}, \quad (3)$$

где G – масса контрольного вещества, г;

Δ_x – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого (без ввода пробы) сигнала с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 10 с, зарегистрированное на выходе усилителя выходного сигнала детектора или с помощью системы обработки данных ПО (функция анализа шума базовой линии), при этом колебания, имеющие характер одиночных импульсов, не учитываются, В;

\bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика по 10 измерениям по 11.2.2, В·с;

A – ослабление сигнала.

При использовании функции анализа шума базовой линии в ПО хроматографа Agilent 7890В, полученное значение усредненного шума (RMS) умножается на 3,18 ($\Delta_x = \text{RMS} \times 3,18$).

Массу контрольного вещества G (массу определяемого компонента в стандартном образце) при использовании газовой пробы определяют по формулам:

- для концентраций в %:

$$G = V_r \cdot \frac{0,01 \cdot P \cdot M \cdot C_r}{R \cdot (t+273)}, \quad (4)$$

- для концентраций в млн^{-1} (ppm):

$$G = V_r \cdot \frac{0,01 \cdot P \cdot M \cdot C_{\text{млн}}}{R \cdot (t+273)} \cdot 10^{-4}, \quad (5)$$

- для концентраций в млн^{-1} (ppm) при 25 °C и 101 кПа:

$$G = V_r \cdot \frac{M \cdot C_{\text{млн}}}{24,5} \cdot 10^{-9}, \quad (6)$$

где V_r – объем газовой пробы, см^3 ;

P – атмосферное давление, Па;

M – молярная масса определяемого компонента, г/моль, $M=20,1797$ г/моль – молярная масса неона (в соответствии с «Atomic weights of the elements 2013. (IUPAC Technical Report)»);

C_r – объемная, молярная или массовая доля контрольного компонента в газовой смеси, %;

$C_{\text{млн}}$ – концентрация определяемого компонента в газовой смеси в миллионных долях (ppm);

R – газовая постоянная, $R = 8,3 \cdot 10^6 \frac{\text{Па} \cdot \text{см}^3}{\text{моль} \cdot \text{К}}$;

t – температура окружающей среды, °C.

12.5 Полученное значение предела детектирования хроматографа Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором должно быть не более $3,5 \cdot 10^{-12}$ г/с.

12.6 Относительное СКО выходного сигнала по каждому информативному параметру рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum(\bar{X} - X_i)^2}{(n-1)}}, \quad (7)$$

где X_i – i -ое значение выходного сигнала (по площади пика, высоте пика, времени удерживания);

\bar{X} – среднее значение выходного сигнала (по площади пика, высоте пика, времени удерживания);

$n=10$ – число результатов измерений.

12.7 Полученные значения относительного СКО выходного сигнала (по площади и высоте пика, времени удерживания) хроматографа Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором не должны превышать значений, указанных в таблице 6.

Т а б л и ц а 6 – Допускаемые значения относительное СКО выходного сигнала

Детектор	Относительное СКО выходного сигнала, %, не более при вводе пробы с помощью газового крана-дозатора	
	по времени удерживания	по площади или высоте пика
ПЭД	0,3	5

12.8 Относительное изменение выходного сигнала хроматографа (по площади пика) за 4 часа непрерывной работы рассчитывают по формуле

$$\delta_t = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (8)$$

где \bar{X} – среднее арифметическое значение выходного сигнала по площади пика в начальный момент времени;

\bar{X}_t – среднее арифметическое значение выходного сигнала площади пика через 4 часа непрерывной работы.

12.9 Полученное значение относительного изменения выходного сигнала детектора (по площади пика) хроматографа Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором должно находиться в интервале $\pm 10\%$.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки хроматографа Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором заносят в протокол поверки, форма которого приведена в рекомендуемом приложении А, или оформляют протоколом произвольной формы.

13.2 Положительные результаты поверки оформляют в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31 июля 2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке» или в соответствии с порядком, действующим на момент проведения поверки.

13.3 В случае отрицательных результатов поверки поверяемый хроматограф Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором признают непригодным к применению в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и оформляют результаты в соответствии с действующим на момент проведения поверки порядком.

Разработчики:

Зав. лабораторией 223 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.В. Соби́на

Ведущий инженер лаб. 223 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



Н.А. Ки́м

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

Наименование организации, проводившей поверку
Аттестат аккредитации, № _____

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ № _____
от «__» _____ 20__ г.

Наименование и тип СИ _____

Изготовитель _____

Принадлежит _____

Регистрационный номер в ФИФ ОЕИ: _____

Зав. №, дата выпуска _____

Детектор _____

Контрольное вещество _____

Проверка проведена по методике поверки _____

Средства поверки: _____

Условия поверки:

- температура окружающей среды, °С
- относительная влажность воздуха, %
- атмосферное давление, кПа

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

A.1 Внешний осмотр _____

A.2 Проверка соответствия программного обеспечения _____

Идентификационное наименование и номер версии ПО поверяемого хроматографа соответствуют (не соответствуют) заявленным в описании типа и методике поверки.

A.3 Опробование _____

A.3.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Результат определения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, В	Допускаемое значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, В, не более	Результат определения значения дрейфа нулевого сигнала, В/ч	Допускаемое значение дрейфа нулевого сигнала, В/ч, не более
	$5 \cdot 10^{-6}$		$25 \cdot 10^{-5}$

А.3.1 Определение предела детектирования

Данные для расчета предела детектирования:

Максимальное значение амплитуды шума Δ_x (из графика) _____ В;
 Среднее значение площади пика по 10 измерениям _____ В·с;
 Объем введенной газовой пробы _____ см³;
 Объемная доля контрольного компонента в газовой смеси _____ %;
 Ослабление сигнала (А) _____.

Результат определения предела детектирования, г/с	Допускаемое значение предела детектирования, г/с, не более $3,5 \cdot 10^{-12}$
---	--

А.4 Определение метрологических характеристик средства измерений

А.4.1 Определение относительного СКО выходного сигнала

Номер измерения по порядку	Время удерживания, мин	Площадь пика, мкВ·с	Высота пика, мкВ
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
Среднее арифметическое значение			
Относительное СКО, %			
Допускаемое значение отн. СКО выходного сигнала, %, не более	0,3	5	5

А.4.2 Определение относительного изменения выходного сигнала (по площади пика) за 4 ч непрерывной работы

Номер измерения по порядку	Площадь пика, мкВ·с	
	в начальный момент времени	через 4 ч
1		
2		
3		
Среднее арифметическое значение		
Отн. изменение выходного сигнала за 4 ч непрерывной работы, %		
Пределы допускаемого отн. изменения выходного сигнала (по площади пика), %	±10	

Заключение:

Хроматограф газовый Agilent 7890В с плазменно-эмиссионным детектором, зав. № _____, признан пригодным (непригодным) к применению.

Выдано свидетельство о поверке (извещение о непригодности) № _____ от _____.
Срок действия свидетельства до _____.

Поверитель

(подпись)

(Ф. И. О.)

Организация, проводившая поверку _____.