



**УТВЕРЖДАЮ**

Заместитель директора по качеству

ФГУП «ВНИИМС»

Н.В. Иванникова

*Иванникова*  
*марта* 2016 г.

**ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ ORTHODYNE  
МОДЕЛИ FID 5XX, FID 6XX**

Методика поверки

*н.р. 64275-16*

Москва 2016 г.

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые Orthodyne модели FID 5XX, FID 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	при 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 <sup>1</sup>
Определение метрологических характеристик:	6.3	да	да
– определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	6.3.1	да	да <sup>1</sup>
– определение относительного изменения выходного сигнала за 24 часа непрерывной работы;	6.3.2	да	да <sup>1</sup>
– определение показателей точности результатов измерений.	6.3.3	нет	да <sup>2</sup>

<sup>1)</sup> При отсутствии НД на методику измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ 8.563 - 2009.

<sup>2)</sup> При наличии НД на методику измерений.

## 2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

- ГСО № 10532-2014 состава газовой смеси CH<sub>4</sub>/азот, номинальное значение объемной доли метана 1 млн<sup>-1</sup>.

- ГСО № 10532-2014 состава газовой смеси CO/азот, номинальное значение объемной доли CO 1 млн<sup>-1</sup> (только для модификаций моделей хроматографов с метанатором (блоком UMTR).

- термометр лабораторный ТЛ4-Б2, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0°С до 50°С, цена деления 0,1°С;

- психрометр аспирационный МВ-4М, ТУ25.1607.054-85;

- барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25-11.1513-79.

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.

### 3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	20 ± 2
– 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 ± 4,4
– 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 порядке, 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 на проверяемый 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);
- газообразный водород.

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

5.5 При работе с водородом, проведении анализов горючих, вредных и агрессив-

ных 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 FID 5XX, FID 6XX.

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

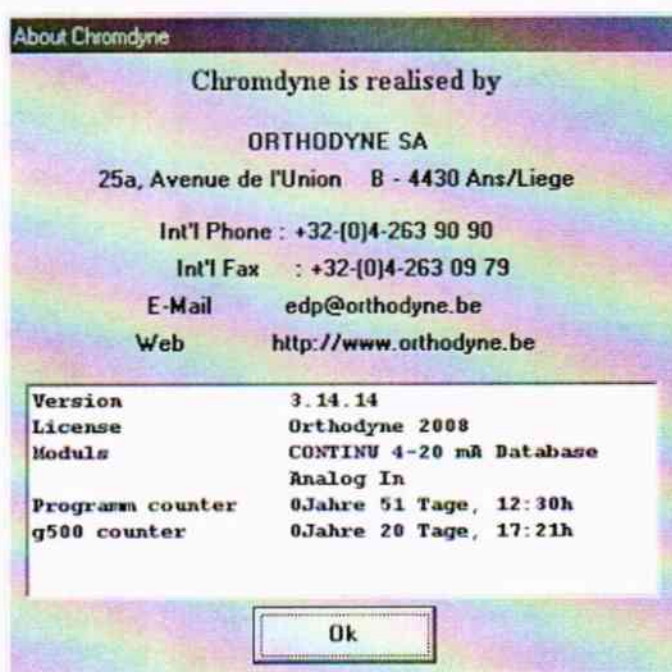


Рис. 1 - Отображение идентификационных данных ПО

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 детектирования проводят с применением ГСО состава газовой смеси CH<sub>4</sub>/азот для модифика-

ций моделей хроматографов без метанатора (блока UMTR), и ГСО состава газовой смеси СО/азот для модификаций моделей хроматографов с метанатором (блок UMTR).

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  $\Delta_x$ , В.

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

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

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, см<sup>3</sup>, ("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·см<sup>3</sup>)/(моль град);

$t$  – температура окружающей среды, °С.

Уровень флуктуационных шумов и предел детектирования должны соответствовать значениям, указанным в НД на хроматографы.

### 6.3 Определение метрологических характеристик

#### 6.3.1 Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Соответствующий стандартный образец (вводят в хроматограф не менее 5 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,  $n = 5$ .

Значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %, не должно превышать 1 %.

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

Условия измерений - в соответствии с п.3.1. Проводят операции, описанные в п. 6.3.1.

6.3.3 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 вначале работы и через 24 часа непрерывной работы соответственно, с (мкВ·с, мкВ).

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

6.3.4 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