

МОСКОВСКИЙ ОПЫТНЫЙ ЗАВОД "ХРОМАТОГРАФ"



ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ ПЕРЕНОСНЫЙ

Х П М - 4

Методика поверки

1.550.153 МУ

Настоящие методические указания распространяются на хроматограф газовый переносный ХПМ-4 и устанавливают методы и средства их первичной и периодической поверок.

### 1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта стандарта	Обязательность проведения операции при		
		выпуске из производства	выпуске из ремонта	эксплуатации и хранении
1. Внешний осмотр	4.1	да	да	да
2. Опробование	4.2	да	да	да
3. Определение метрологических характеристик:	4.4			
определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	4.4.1	да	да	да <sup>2</sup>
определение изменений выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа	4.5	да <sup>1</sup>	да	да <sup>2</sup>

1) Для хроматографов, подвергаемых периодическим испытаниям.

2) При отсутствии нормативно-технической документации на методику выполнения измерений хроматографом.

П. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки должны применяться следующие средства поверки и материалы, указанные в табл. 2.

Таблица 2

Наименование	ГОСТ, ТУ	Кол-во
1. Манометр образцовый МО-250-0,25 кл.0,4	ГОСТ 6521-72	1
2. Манометр образцовый МО-250-0,1 кл.0,4	ГОСТ 6521-72	1
3. Секундомер класса I	ГОСТ 5072-79	1
4. Устройство для измерения расхода газов УИРГ	ЭКО.283.000 ТУ	1
5. Водород технический марки А	ГОСТ 3022-80	3 м <sup>3</sup>
6. Гелий газообразный очи- щенный марки А	ТУ 51-940-80	3 м <sup>3</sup>
7. Смесь эт. 0,1 до 1,0% об. пропана в гелии	ТУ 5-21-24-79	0,3 м <sup>3</sup>
8. Силохром С-80 фракции 0,25 + 0,5 мм	ТУ 6-09-17-48-74	10 г
9. Воздух сжатый	ГОСТ 17433-80	
10. Колба вместимостью 200 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770-74	1

2.2. Средства измерений, используемые при проведении проверки хроматографов, должны быть приведены в соответствии с требованиями ГОСТ 8.002-86.

### III. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия, по ГОСТ 24313-80.<sup>①</sup>

3.2. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

подготовка колонок;

проверка герметичности газовых линий хроматографа.

3.2.1. При проверке используются колонки длиной 1 м, внутренним диаметром 2 мм, металлические, заполненные силохромом С-80 (фракция 0,25 - 0,5 мм), прокаленные при температуре 523 К (250 °С) в течение 2 часов.

3.2.2. Проверка герметичности газовых линий хроматографа проводится:

линии газа-носителя и водорода - водородом давлением 0,2 МПа (2 кгс/см<sup>2</sup>);

линии воздуха и анализируемого газа - воздухом давлением 0,02 МПа (0,2 кгс/см<sup>2</sup>).

Проверка производится от внешних источников водорода и воздуха.

Снять ячейку ПИД (или ДТП) и установить вместо нее переходник 6.453.545. К ниппелю переходника ГАЗ-НОСИТЕЛЬ подсоединить образцовый манометр на 0,4 МПа (4 кгс/см<sup>2</sup>), а к ниппелю переходника ВОЗДУХ - на 0,1 МПа (1 кгс/см<sup>2</sup>). Ниппель переходника ВОДОРОД заглушить. К ниппелю хроматографа СЕРОС подсоединить образцовый манометр на 0,1 МПа (1 кгс/см<sup>2</sup>).

Подать давление по гибким шлангам на регулятор давления - водород, на дроссель воздушной линии и на ниппель хроматографа АНАЛИЗ.ГАЗ - воздух.

После установки постоянного давления, пережать гибкие шланги линий подачи. Герметичность определяется по изменению давления на

образцовых манометрах. Допустимый спад давления не более 2 % в течение 15 мин.

При проверке линии анализируемого газа кран-дозатор проверяется в обоих положениях (ОТБОР и АНАЛИЗ).

3.2.3. Требования безопасности - по разделу 2 ТУ6-85  
БЕ1.550.153 ТУ.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

##### 4.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

соответствие комплектности хроматографа и номера паспортным данным;

четкость маркировки;

исправность механизмов и крепежных деталей.

##### 4.2. Опробование

При первом включении необходимо провести приработку хроматографа. Для этого хроматограф вывести на режим согласно инструкции по эксплуатации. После прогрева и холостой работы в течение 4 часов хроматограф выключить, после охлаждения включить и приступить к измерению параметров.

##### 4.2.1. Проверку уровня флуктуационных шумов.

Для определения уровня шумов используется сигнал хроматографа, контролируемый на цифровом табло прибора.

Хроматограф выводится на рабочий режим в соответствии с указаниями инструкции по эксплуатации. Параметры режима работы, по которым контролируется уровень флуктуационных шумов, приведены ниже.

Уровень флуктуационных шумов принимается менее нормируемого значения ( $5 \cdot 10^{-2}$  мВ для ПИД и  $10^{-2}$  мВ для ДТП), если на цифровом табло не регистрируется порядковый номер хроматографического пика в течение 10 минут. Допускаются случайные выбросы, но не более трех.

Проверка уровня флуктуационных шумов при работе с ДТП.

Условия проверки: колонка стальная 1 м, с внутренним диаметром 2 мм, заполненная чистым прокаленным силихромом марки С-80, зернением

0,25-0,5 мм, температура колонки-окружающая; расход гелия (газа-носителя)  $(25 \pm 1)$  см<sup>3</sup>/мин; объем пробы 0,125 см<sup>3</sup>; электропитание от сети переменного тока, газовое питание от внешнего баллона с гелием, давление на входе в хроматограф 0,2 МПа (2 кгс/см<sup>2</sup>). С помощью клавиатуры задается порог - 10, подбирается интервал времени от 4 до 5, в зависимости от характеристик пика.

Проверка уровня флуктуационных шумов при работе с ПИД. Условия проверки: колонка стальная 1 м,  $\phi$  3 мм, заполненная чистым прокаленным силохромом С-80 зернением 0,25 + 0,5 мм; температура колонки 323 К (50 °С); расход водорода (газа-носителя)  $(10 \pm 1)$  см<sup>3</sup>/мин, расход водорода на горение  $(10 \pm 1)$  см<sup>3</sup>/мин, расход воздуха  $(250 \pm 1)$  см<sup>3</sup>/мин, объем пробы 0,125 см<sup>3</sup>, электропитание от сети переменного тока, газовое питание от внешнего баллона с водородом, давление на входе в хроматограф 0,2 МПа (2 кгс/см<sup>2</sup>). С помощью клавиатуры задаются: интервал времени - 5, порог - 50.

4.3. Определение минимального значения амплитуды выходного сигнала.

Для определения минимального значения амплитуды выходного сигнала используется сигнал хроматографа, регистрируемый на цифровом табло прибора.

Хроматограф выводится на режим в соответствии с указаниями инструкции по эксплуатации.

Для определения минимального значения амплитуды выходного сигнала на вход хроматографа 5 раз подают смесь пропана  $1 \cdot 10^{-2}$  мг/мл в гелии. Условия проверки указаны в п. 4.2.1 настоящих МУ. Измеряют пять реализаций выходного сигнала (высоты) и определяют среднее арифметическое значение  $\bar{h}$ .

Нормируемое значение высоты (А норм.) определяется через коэффициент преобразования (К) средней концентрации ( $\bar{C}$ ) контрольного вещества в детекторе в сигнал высоты по формуле:

$$A_{\text{норм.}} = K \cdot \bar{C}$$

где  $A_{\text{норм}}$  - нормируемое значение высоты;  
 $K$  - коэффициент преобразования;  
 $\bar{C}$  - средняя концентрация контрольного вещества в детекторе.

$$K = I \cdot 10^6 \text{ для ПИД ед.сч./} \frac{\text{мг}}{\text{мл}}$$

$$K = I \cdot 10^6 \text{ для ДТН ед.сч./} \frac{\text{мг}}{\text{мл}}$$

$$\bar{h} \geq h_{\text{н}}$$

Фактическое значение высоты должно быть равно или больше нормируемого значения.

Среднее значение концентрации контрольного вещества в детекторе ( $\bar{C}$ ) следует определять по формуле:

$$\bar{C} = \frac{G \cdot \bar{h}}{\bar{S} \cdot Q}$$

где  $\bar{h}$  и  $\bar{S}$  - средние значения высот и площадей пиков, ед.счета;

$G$  - количество введенного в хроматограф контрольного вещества, мг;

$Q$  - расход газа-носителя через колонку, см<sup>3</sup>/с.

Количество контрольного вещества следует определять по формуле:

$$G = \frac{7,06 \cdot 10^{-3} \cdot P \cdot (V_d \cdot C_0)}{T}$$

где  $P$  - атмосферное давление, мм рт.ст.;

$V_d$  - объем дозы, см<sup>3</sup>;

$T$  - температура окружающей среды, К;

$C_0$  - концентрация контрольного вещества в пробе, % об.

Для расчета  $\bar{C}$  следует использовать значения  $\bar{h}$  и  $\bar{S}$ , полученных при измерениях.



#### 4.4. Определение метрологических характеристик

##### 4.4.1. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов (СКО).

В качестве выходных сигналов принимаются высота, площадь и время удерживания пиков, регистрируемые на цифровом табло хроматографа. Условия проверки указаны в п. 4.2.1 настоящих МУ. Проверка производится в соответствии с указаниями технического описания и инструкции по эксплуатации 5E1.550.153 Т0 п.14.4 в режиме градуировки. Время выхода пропана определяется предварительно, оно лежит в диапазоне: 25 - 30 с при работе с ПИД и 15 - 25 с - при работе с ДТН. Дозируется смесь  $\text{C}_4\text{H}_{10}/\text{об}$  пропана в гелии с погрешностью  $\pm 2,5\%$ . Объем пробы  $0,125 \text{ см}^3$ . Не допускается переключение крана во время выхода пика контрольного вещества. Производится последовательно десять дозирования контрольной смеси для регистрации высот, площадей и времен удерживания на цифровом табло. Допускается отбрасывать до двух результатов из десяти наиболее отличающихся, и расчет СКО определять по оставшимся.

Значение относительного СКО выходных сигналов определяют по формуле:

$$\delta_x = \frac{100}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}{n-1}},$$

где  $x_i$  - выходной сигнал (высота пика, площадь пика, время удерживания пика) в  $i$ -том измерении;  
 $\bar{x}$  - среднее арифметическое значение выходного сигнала;  
 $n$  - число наблюдений, полученное после исключения нормальных результатов наблюдений.

Среднее квадратическое отклонение выходного сигнала не должно превышать по высотам и временам удерживания 1,5 %, а по площадям - 2 %.

4.5. Определение изменения выходного сигнала за ~~8 ч~~ непрерывной работы хроматографа

4.5.1. Вывести хроматограф на режим согласно инструкции по эксплуатации.

После выхода хроматографа на режим произвести десять последовательных измерений выходных сигналов и определить их средние значения ( $\bar{X}_0$ ). Через каждые 2 ч в течение 8 ч непрерывной работы хроматографа измерения повторить и вновь определить средние значения ( $\bar{X}_0, \bar{X}_1 \dots \bar{X}_4$ ) выходных сигналов. Изменение выходного сигнала ( $\delta_z$ ) за 8 ч непрерывной работы определяется по формуле:

$$\delta_z = \frac{100}{\bar{X}_0} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{X} - X_i)^2}{4}}$$

где  $\bar{X}$  - среднее арифметическое значение выходного сигнала из средних арифметических значений за каждые 2ч;  
 $X_i$  - среднее арифметическое значение выходного сигнала за десять измерений

В течение 8 ч не допускается корректировка рабочих условий (расходов газов и температуры колонок).

Изменение выходного сигнала не должно превышать  $\pm 4$  % по площади и  $\pm 3$  % по высоте и времени удерживания за 8 ч.

## 5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки хроматографа заносят в протокол по форме обязательного приложения 2.

5.2. Результаты поверки хроматографа (с двумя и более детекторами) заносят в отдельные протоколы для хроматографа с каждым из детекторов).

① 5.3. Положительные результаты государственной первичной поверки оформляют записью в паспорте, удостоверенной подписью поверителя, и опломбируют крепежные винты на корпусах блоков прибора.

5.4. Положительные результаты ведомственной первичной поверки оформляют метрологической службой.

5.5. Положительные результаты государственной периодической поверки оформляют выдачей свидетельства установленной формы и вновь опломбируют крепежные винты на корпусах блоков хроматографа.

5.6. Положительные результаты ведомственной периодической поверки оформляют в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.

5.7. Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящего стандарта к выпуску в обращение и применению не допускают и на них выдают извещение с указанием причин непригодности.

① *Васильев*

ПРИЛОЖЕНИЕ I

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 (°C)  
атмосферное давление \_\_\_\_\_ кПа  
относительная влажность \_\_\_\_\_ %  
напряжение питания \_\_\_\_\_ В

I. Определение уровня флукуационных шумов нулевого сигнала

Наименование параметра	Значения параметра	
	по паспорту	действительное

2. Определение амплитуды выходного сигнала

Значение выходного сигнала	Среднее арифметическое значение выходного сигнала	Значение амплитуды выходного сигнала, полученное при измерении	Максимально допустимое значение амплитуды выходного сигнала

3. Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Среднее квадратическое отклонение выходного сигнала		
$t_i$	$f_i$	$S_i$	$\bar{t}$	$\bar{f}$	$\bar{S}$	$\delta_t$	$\delta_f$	$\delta_S$

4. Определение изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы

Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			Значение по паспорту			Действительное значение		
$t_i$	$f_i$	$S_i$	$\bar{t}$	$\bar{f}$	$\bar{S}$	$\delta_{t,п}$	$\delta_{f,п}$	$\delta_{S,п}$	$\delta_{t,д}$	$\delta_{f,д}$	$\delta_{S,д}$

Заключение по результатам проверки \_\_\_\_\_

Выдана свидетельstwo (извещение о непригодности)

№ \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_ 19 \_\_\_\_ г.

Проверку производил \_\_\_\_\_

подпись

\_\_\_\_\_ 19 \_\_\_\_ г.