



УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ЦИ СИ ФГУП "ВНИИМС"

В.Н.Яншин

2010 г.

ИНСТРУКЦИЯ

ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ моделей 4040, 4060

Методика поверки

н.р. 45707-10

Москва 2010 г.

Настоящая инструкция распространяется на хроматографы газовые моделей 4040, 4060 фирмы "Teledyne Analytical Instruments", США, (далее – хроматографы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал - 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении первичной и периодической поверок выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при		
		выпуске из производства	выпуске из ремонта	периодической поверке
Внешний осмотр	5.1	Да	Да	Да
Опробование:	5.2			
– определение предела детектирования.	5.2.2	Да	Да	Да ¹
Определение метрологических характеристик:	5.3			
– определение относительного СКО выходного сигнала;	5.3.1	Да	Да	Да ¹
– определение изменения выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы;	5.3.2	Нет	Да	Да ¹
– определение погрешности (составляющих погрешности) результатов измерений.	5.3.3	Нет	Нет	Да ²

¹⁾ При отсутствии утвержденной в установленном порядке НД на МВИ по ГОСТ 8.563 - 96. При соответствующем обосновании допускается уменьшать время непрерывной работы.

²⁾ При наличии НД на МВИ.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют средства поверки (приборы, оборудование, материалы и реактивы), указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование и тип	Обозначение нормативного документа	Технические характеристики
ГСО состава газовой смеси пропан – азот	ГСО № 7914-2001	Молярная доля пропана 123 млн ⁻¹ . Абс. погрешность не более 9 млн ⁻¹ .
ГСО состава газовой смеси метан – азот	ГСО № 3857-87	Молярная доля метана (25-45) млн ⁻¹ . Абс. погрешность не более 3 млн ⁻¹ .
Генератор газовых смесей ГГС-03-03	ШДЕК.418313.001 ТУ	Пределы допускаемой относительной погрешности ±5%.

2.2 При проведении поверки применяют вспомогательные материалы и оборудование, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Наименование и тип	Обозначение нормативного документа	Технические характеристики
Барометр-анероид БАММ-1	ТУ25-04-1618-72	Диапазон (80-110) кПа
Психрометр аспирационный МВ-4М	ТУ25.1607.054-85	
Термометр лабораторный ТЛ-4	ТУ25-2021.003-88	Диапазон (0-55) °С, цена деления 0,1 °С
Азот особой чистоты, 1 сорт	ГОСТ 9293-74	
Водород технический марки А*	ГОСТ 3022-80	
Воздух класса загрязненности I**	ГОСТ 17433-80	

***) При наличии нормативной документации на МВИ по ГОСТ 8.563-96 технические характеристики колонки должны соответствовать требованиям раздела к средствам измерений МВИ.

2.3 Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены в соответствии с ПР 50.2.006-94.

2.4 Допускается использовать другие средства поверки с соответствующими техническими характеристиками.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При проверке хроматографа должны соблюдаться 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", "Гигиенические требования к устройству и эксплуатации радиоизотопных приборов" (СанПиН 2.6.1.1015-01), "Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности" (ОСПОРБ-99).

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды, °С 20 ± 5 ;
- относительная влажность, % от 30 до 90;
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106, изменяющееся в процессе поверки не более чем на ± 5 кПа;
- напряжение переменного тока В 220 ± 5 ;
- частота переменного тока Гц 50 ± 1 .

4.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- проведена проверка герметичности газовых линий согласно руководства по эксплуатации на хроматограф;

- баллоны с поверочными газовыми смесями должны быть выдержаны при температуре по п.4.1 не менее 24 часов.

При наличии нормативной документации на МВИ по ГОСТ 8.563-96 подготовительные работы должны быть проведены в соответствии с требованиями раздела о подготовке к проведению измерений МВИ.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

5.2 Опробование

5.2.1 При опробовании определяют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа и предел детектирования.

Режим работы хроматографа задают согласно таблице 4.

При наличии нормативной документации на МВИ по ГОСТ 8.563-96 режимы поверки должны соответствовать требованиям раздела МВИ о порядке проведения измерений.

Таблица 4

Наименование параметров	Модель	
	4040	4060 (ПИД, ДТП)
Температура колонки, °С	90±30	90±30
Расход газа-носителя, мл/мин	100-200	100-200
Объем дозы, мл	0,1 (пропан)	0,1 (пропан)
Объемная доля анализируемого компонента, млн ⁻¹ :	1-3	0,1-0,3 (ПИД) 1-3 (ДТП)

5.2.2. Уровень флуктуационных шумов находят следующим образом

Записывают уровень шумов в течение 10 мин (снимают хроматограмму без ввода пробы) для каждого детектора. Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала (Δ_x) детектора принимают равным максимальному значению амплитуды (В) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с полупериодом (длительностью импульса), не превышающим 20 с.

5.2.3 Для определения предела детектирования вводят в хроматограф пять или более раз соответствующую проверяемой модели прибора газовую смесь. Режимы поверки - в соответствии с таблицей 4.

Проверку допускается совмещать с определением значения относительного СКО выходного сигнала.

Пределы детектирования для детектора ПИД C_{\min} в г/с, рассчитывают по формуле

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S}},$$

где G – масса контрольного компонента, г;

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

для ДТП в г/см³ – по формуле

$$C_{\min} = \frac{2\Delta_x \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{2H}},$$

где V_{2H} – расход газа-носителя, см³/с.

Массу контрольного компонента ($G, \text{г}$) определяют по формуле

$$G = 0,0415 \cdot 10^{-6} \cdot V_2 \cdot M \cdot C,$$

где V_2 – объем пробы, см^3 ;

M – молярная масса контрольного компонента (для пропана $M = 44$, для метана $M = 16$);

C – объемная доля контрольного компонента в газовой смеси, млн^{-1} .

Предел детектирования детекторов должен быть не более:

- 4040, г/с	$5 \cdot 10^{-12}$ (по пропану)
- 4060 ПИД, г/с	$5 \cdot 10^{-12}$ (по пропану)
- 4060 ДТП, г/см ³	$5 \cdot 10^{-9}$ (по пропану)

5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1 Относительное СКО выходного сигнала определяют при условиях, указанных в таблице 4.

Проверку допускается совмещать с определением предела детектирования.

В хроматограф вводят пробу 5 – 10 раз.

Значение относительного СКО, %, определяют по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{Y}} \sqrt{\frac{\sum (Y_i - \bar{Y})^2}{(n-1)}}$$

где Y_i, \bar{Y} – i -тое и среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания), соответственно.

n – число результатов наблюдений.

Значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала для каждого детектора не должно превышать 2%.

5.3.2 Определение изменения выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы выполняют следующим образом.

Проводят операции по п. 6.3.1 и определяют среднее арифметическое значение площади пика – Y .

Через 8 ч непрерывной работы хроматографа снова проводят измерения по п.6.3.1 и определяют среднее арифметическое значение площади пика Y_i .

Изменение выходного сигнала δ_i , %, за 8 ч непрерывной работы определяют по формуле

$$\delta_i = \frac{Y_i - Y}{Y} \cdot 100.$$

Изменение выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы хроматографа для каждого детектора должно находиться в пределах $\pm 5\%$.

5.3.3 Определение погрешности результатов измерений проводят в условиях и на образцах для контроля, указанных в НД на МВИ.

На вход хроматографа подают образец для контроля.

Результат измерений содержания (добавки) контрольного компонента (С) должен удовлетворять условию

$$C - C_q \leq K,$$

где C_q – действительное значение содержания (добавки) компонента;

K – норматив оперативного контроля точности.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки хроматографов моделей 4040, 4060 заносят в протокол по форме приложения А.

6.2 При положительных результатах поверки оформляют свидетельство установленной формы по ПР 50.2.006-94

6.3 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей инструкции, к выпуску в обращение и применению не допускаю и на них выдают извещение по ПР 50.2.006-94 с указанием причин непригодности.

Начальник отдела ФГУП "ВНИИМС"

Инженер ФГУП "ВНИИМС"



Ш.Р. Фаткудинова

Т.О.Никифоров

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Форма протокола поверки хроматографа

Протокол № _____
Поверки хроматографа, принадлежащего _____
наименование организации

Изготовитель _____ Год изготовления _____
Порядковый номер по системе нумерации изготовителя _____
Наименование и номера блоков _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ К (°C)
атмосферное давление _____ кПа
относительная влажность _____ %
напряжение питания _____ В

1 Определение предела детектирования

Детектор	Значение уровня шумов нулевого сигнала	Значение выходного сигнала	Значение предела детектирования

2 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Детектор	Значение выходного сигнала		Среднее арифметическое значение выходного сигнала	Относительное СКО выходного сигнала, σ	Действительное значение по паспорту $\sigma_{t,d}$
	Y_i	\bar{Y}			

3. Определение изменения выходного сигнала за 8 ч непрерывной работы

Детектор	Начальное значение выходного сигнала, Y	Конечное значение выходного сигнала, Y_t	Значение по паспорту, δ_t	Действительное значение, $\delta_{t,d}$

4 Определение погрешности результатов измерений

Результат измерений содержания (добавки) контрольного компонента	Значение содержания контрольного компонента по паспорту (расчетное значение добавки)	Норматив оперативного контроля погрешности по НД на МВИ

5 Особые отметки (контрольные смеси, режимы, колонки и др.)

6 Приложение (хроматограммы, полученные при поверке).

Заключение по результатам поверки _____

Выдано свидетельство (извещение о непригодности)

№ _____ от _____ 20 ____ г.

Поверку проводил _____
подпись

" ____ " _____ 20 ____ г.