

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора по
производственной метрологии
ФГУП "ВНИИМС"



Иванникова

Иванникова Н.В. Иванникова

июни 2016 г.

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

Методика поверки

м.р. 65336-16

Москва 2016 г.

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

¹) При отсутствии НД на методику измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ 8.563 - 09.

²) При наличии НД на методику измерений.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 ГСО № 10532-2014 состава газовой смеси 2-го разряда в гелии: номинальное значение объемной доли Ar 0,5 % (при поверке хроматографов с газом-носителем гелием).

2.2 ГСО № 10532-2014 состава газовой смеси 2-го разряда в аргоне или азоте: номинальное значение объемной доли H₂ 2,0 % (при поверке хроматографов с газом-носителем аргонном и азотом).

2.3 Термометр лабораторный ТЛ4-Б2, ГОСТ 28498-90, диапазон измерений от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,1 °С.

2.4 Психрометр аспирационный МВ-4М, ТУ25.1607.054-85.

2.5 Барометр-анероид БАММ-1 по ТУ 25-11.1513-79.

Примечания:

1 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.

2 Газовые смеси могут содержать другие компоненты, при условии, что все хроматографические пики достаточно разделены на хроматограмме (с выходом на базовую линию).

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5
– 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 ± 2
– 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 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 поверяемый 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).

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 TCD 5XX, TCD 6XX

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

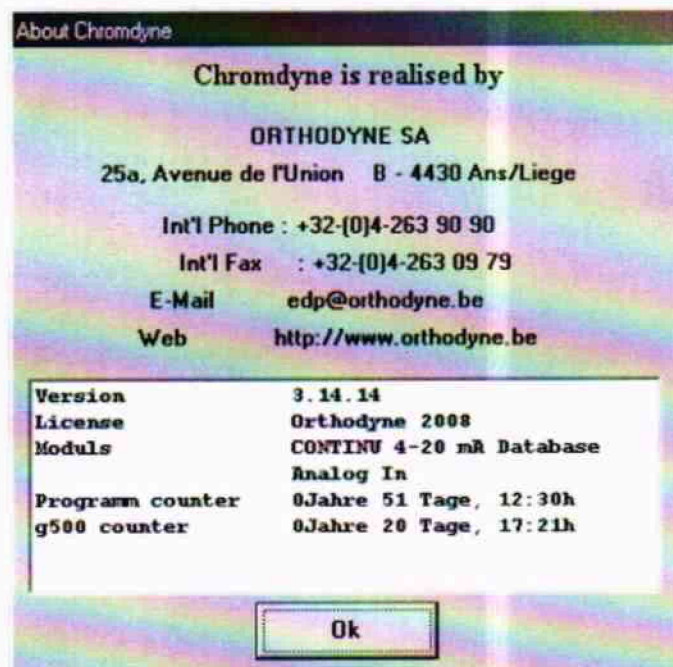


Рис. 1 - Отображение идентификационных данных ПО

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 газовых смесей по п. 2.1 или п. 2.2.

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 Δ_x , мкВ.

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

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^5 S_i}{10} \quad (1)$$

где S_i – результат i -того измерения площади пика компонента, мкВ·с
Предел детектирования C_{\min} , г/с, определяют по формуле (2).

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{zh}}, \quad (2)$$

где Δ_x – экспериментально полученное значение уровня флуктуационных шумов, мкВ;

V_{zh} – расход газа-носителя, см³/с;

\bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика контрольного компонента, мкВ·с;

G – масса контрольного компонента, г, определяемая 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, см³, ("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·см³)/(моль град);

t – температура окружающей среды, °С.

Уровень флуктуационных шумов не должен превышать 500 мкВ, предел детектирования – не более $1,0 \cdot 10^{-8}$ г/см³.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение среднего квадратического отклонения выходного сигнала.

Соответствующий стандартный образец вводят в хроматограф не менее 10 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, $n = 10$.

Значение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала, %, не должно превышать 1,5 %.

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

Условия измерения – в соответствии с п. 3.1. Проводят операции, описанные в п. 6.3.1.

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).

$$\delta_{24} = \frac{X_t - X}{X} \cdot 100 \quad (7)$$

где X и 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%.

6.3.3 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 методики, 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.

С.н.с. ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

Начальник отдела



Ш.Р. Фаткудинова