

УТВЕРЖДАЮ

**ФГУП «ВНИИМС»
Первый заместитель
директора по науке**

**Ф.В. Булыгин
2019 г.**



**ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ СТАЦИОНАРНЫЕ
МАЛОГАБАРИТНЫЕ МХ МОДЕЛИ МХК-1**

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 205 - 09 -2019

Москва, 2019 г.

Настоящая методика распространяется на хроматографы газовые стационарные малогабаритные МХ модели МХК-1 (далее - хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверки.

Поверка производится при выпуске хроматографа из производства, в период эксплуатации, после хранения и ремонта.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операций при первичной и периодической поверках
1. Внешний осмотр	5.1.	да
2. Опробование:	5.2	
- проверка идентификационных данных программного обеспечения	5.2.3	да
- проверка уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала	5.2.1	да
- проверка предела детектирования	5.2.2	да ¹⁾
3. Определение метрологических характеристик:	5.3	
- определение относительного СКО выходных сигналов	5.3.1	да ¹⁾
- определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы хроматографа	5.3.2	да ¹⁾
- определение показателей точности	5.3.3	да ²⁾

¹⁾ При эксплуатации хроматографа без применения аттестованных (в соответствии с ГОСТ 8.563) или стандартизованных методик измерений

²⁾ При эксплуатации хроматографов с применением аттестованных (в соответствии с ГОСТ 8.563) или стандартизованных методик измерений определение метрологических характеристик выполняют в соответствии с разделом, регламентирующим контроль точности (правильности) измерений документа на методику измерений

1.2 При получении первого отрицательного результата поверка хроматографа прекращается, хроматограф признается негодным к употреблению.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют следующие средства измерения и вспомогательное оборудование и реактивы.

- Ареометр стеклянный АСП-3 (рег. № 69567-17), диапазон измерений объемной доли спирта от 70 до 100 %, абсолютная погрешность $\pm 0,5$ %;

- Микрошприц Агат М-10 (рег. № 54826-13), зав. № 02, диапазон дозирования до 1 мкл, систематическая погрешность ± 3 %.

- Барометр-анероид БАММ-1, (рег. № 5738-76) диапазон измерений от 80 до 106 кПа, абсолютная погрешность ± 200 Па.

- Термогигрометр TESTO мод. 608-H1, (рег. № 53505-13) диапазон измерений температуры от 0 до 100 С, абсолютная погрешность $\pm 0,5$ С, диапазон измерений относительной влажности от 15 до 85 %, абсолютная погрешность ± 3 %.

- Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962-2013, объемная доля этилового спирта (этанола) 96 %.

- Персональный компьютер с установленным ПО «Z-Lab».

2.2 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик, поверяемых СИ с требуемой точностью.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 При поверке хроматографа должны соблюдаться действующие правила устройства электроустановок (ПУЭ), правила эксплуатации электроустановок потребителей (ПЭЭП), правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей для напряжения до 1000 В постоянного и переменного тока (ПТБ), правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением. При проведении анализов горючих, вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться меры пожарной безопасности и правила техники безопасности, предусмотренные в специальных инструкциях.

3.2 Источниками опасности хроматографа являются:

- токоведущие части, находящиеся под напряжением;
- газовые магистрали высокого давления (до 0,4 МПа);

- внутренние поверхности термостатов хроматографа, имеющие высокую температуру.

3.3 Хроматограф должен быть заземлен. Заземление осуществляется с помощью медного провода сечением не менее 1,5 мм².

3.4 При открытом термостате, запрещается прикасаться руками к нагретым частям термостатов, а также производить замену колонок, детекторов и т.д. до их полного остывания.

3.5 К проведению испытаний допускаются лица, имеющие необходимую квалификацию и аттестованные в качестве поверителей, ознакомленные с РЭ на средство измерений и техникой безопасности при работе с хроматографами. Допускается выполнение операций с хроматографами (введение проб, получение хроматограмм) при поверке операторами, эксплуатирующими средство измерений, или сотрудниками сервисных центров под контролем поверителя.

При эксплуатации хроматографов с применением аттестованных (в соответствии ГОСТ 8.563) или стандартизованных методик измерений измерения при определении метрологических характеристик выполняют операторы (лаборанты), эксплуатирующие хроматограф.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|---|----------------|
| - температура окружающей среды, °С | (20±5) °С; |
| - относительная влажность, % | от 30 до 80; |
| - атмосферное давление, кПа | от 84 до 106,7 |
| изменение атмосферного давления в процессе поверки, кПа, не более | ±5 |

4.2 Регламентные работы и настройка хроматографа должны быть выполнены до начала поверки. Поверяемый хроматограф включают и подготавливают в соответствии с его руководством по эксплуатации. Задают параметры хроматографирования в соответствии с Таблицей 2

Таблица 2 - Параметры хроматографирования

Колонка	Температура, °С		Расход газа-носителя, см ³ /с	Контрольная смесь		
	детектора	термостата		Определяемый компонент	Нормативный документ	Объем пробы, см ³
2 м×3 мм, ПЭГ-1500, 20 %, на ИНЗ-600 + Ag	90	90	1,5	этанол	ГОСТ 5962-2013	0,0002

4.3 С помощью ареометра определяют содержание (объемную долю) этанола (этилового спирта) в контрольном образце спирта этилового ректифицированного по ГОСТ 5962-2013. Результат измерений должен быть не ниже 95,5 %.

4.4 Средства поверки подготавливают в соответствии с их руководствами по эксплуатации.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр.

Внешний осмотр проводят без включения питания хроматографа. Проверяют соответствие внешнего вида и маркировки хроматографа описанию типа. Не допускается к поверке хроматограф, имеющий вмятины, нарушения кабелей, штуцеров, разъемов, неисправность переключателей, повреждения лампочек индикации и пломб изготовителя.

5.2 Опробование.

Опробование включает в себя определение уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевого сигнала детектора и предела детектирования, проверку идентификационных данных ПО.

5.2.1 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

После выхода хроматографа на режим выполняют запись хроматограммы без введения пробы в течение 30 минут. С помощью ПО определяют уровень флуктуационных шумов Δ_x , мВ и дрейф нулевого сигнала $\Delta_{др}$, мВ/ч.

5.2.2. Определение предела детектирования.

С помощью микрошприца в инжектор хроматографа вводят не менее трех раз пробу контрольного вещества - этанола (спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962-2013). Объем дозирования пробы 0,2 мкл (0,0002 см³).

Предел детектирования в для детектора ДТП C_{min} , г/см³ рассчитывают по формуле (1).

$$C_{min} = \frac{2 \cdot \Delta_x \cdot G}{\bar{S} \cdot V_{гн}}, \quad (1)$$

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

$V_{гн}$ – расход газа-носителя, см³/с;

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

G - масса контрольного компонента, г, определяемая по формуле (2).

$$G_i = 0,8 \cdot 0,01 \cdot C_{жс} \cdot V_{жс} \quad (2)$$

где $V_{жс}$ - объем жидкой пробы, см³;

$C_{жс}$ - объемная доля вещества (этанола) в контрольной смеси, определенная с помощью ареометра, %;

0,8 - плотность этанола с объемной долей 96 % (справочное значение), г/см³;

0,01 – коэффициент пересчета

Примечание - Определение предела детектирования допускается совмещать с определением относительного СКО выходных сигналов хроматографа (п. 5.3.1).

5.2.3 Проверяют идентификационные данные ПО.

Идентификационные данные при запуске программы должны соответствовать данным, приведенным в описании типа: идентификационное наименование - «Z-lab», версия - не ниже 3.0.

Идентификационные данные ПО находятся в левом верхнем углу окна интерфейса (рисунок 1).

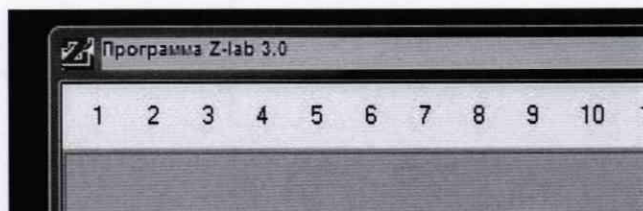


Рисунок 1 - Идентификационные данные ПО

5.2.4 Результаты опробования считают положительными, если уровень шумов нулевого сигнала не превышает 0,1 мВ, дрейф нулевого сигнала - не более 3 мВ, предел детектирования не превышает $2,0 \cdot 10^{-8}$ г/см³, идентификационные данные ПО соответствуют описанию типа.

5.3 Определение относительного среднеквадратического отклонения параметров выходных сигналов

5.3.1 С помощью микрошприца в инжектор хроматографа вводят не менее 10-ти раз пробу контрольного вещества - этанола (спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962-2013). Объем дозирования пробы 0,2 мкл.

Обрабатывают с помощью ПО хроматограммы, полученные по п. 5.3.1. Определяют время удерживания, высоту и площадь пика. Рассчитывают средние арифметические значения по формулам (3) - (5) и значения СКО выходных сигналов, % - по формулам (6) - (8).

Допускается исключать аномальные результаты испытаний при уровне значимости 0,05

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i=1}^{10} t_i}{10} \quad (3)$$

$$\bar{h} = \frac{\sum_{i=1}^{10} h_i}{10} \quad (4)$$

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

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \sqrt{\frac{\sum (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (6)$$

$$\sigma_h = \frac{100}{\bar{h}} \sqrt{\frac{\sum (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

$$\sigma_s = \frac{100}{\bar{S}} \sqrt{\frac{\sum (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (8)$$

где $\bar{t}, \bar{h}, \bar{S}$ - средние значения выходных сигналов (времени удерживания, высоты и площади пика контрольного компонента), с (мВ·с, мВ),

n – число измерений, $n=10$.

Относительное СКО выходных сигналов не должно превышать $\pm 3\%$.

5.3.2 Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы хроматографа.

Операции по 5.3.1 повторяют через 8 часов непрерывной работы хроматографа, обрабатывают хроматограммы и рассчитывают средние значения выходных сигналов по формулам (3) - (5). Допускается проводить меньшее количество измерений, но не менее 5.

Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле (9)

$$\delta_{12} = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (9)$$

где \bar{X} и \bar{X}_1 - средние значения выходного сигнала вначале работы и через 8 часов непрерывной работы соответственно.

Значение относительного изменения выходных сигналов не должно превышать $\pm 5\%$.

5.3.3 При поверке хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563, метрологические характеристики хроматографов проверяют на базе характеристик погрешности (неопределенности), установленных в НД на методику.

Контроль показателей точности выполняют в соответствии с требованиями нормативных документов на методики измерений (МИ), в составе которых эксплуатируются поверяемые хроматографы. В случае эксплуатации хроматографов по двум или более МИ, контроль метрологических характеристик выполняют для каждой из применяемых МИ.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Результаты поверки хроматографов заносят в протокол.


6.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей Свидетельства о поверке в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815) с указанием поверенного детектора (детекторов).

Знак поверки наносят в свидетельство о поверке.

6.3 На хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей методики, выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с Порядком проведения поверки средств измерений, требования к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке (утв. приказом Министерства промышленности и торговли РФ от 2 июля 2015 г. № 1815).

6.4. После ремонта хроматографы подвергают поверке.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Старший научный сотрудник ФГУП «ВНИИМС»



Е.Г. Оленина