

УТВЕРЖДАЮ

Начальник ЦЕНТРАЛЬНОЙ МЕТОДИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ МО РФ

В.Н. Храменков



27 апреля 1997 г.

ИНСТРУКЦИЯ

ХРОМАТОГРАФ ЖИДКОСТНЫЙ

"СЕСИЛ 1100"

Методика поверки

Москва – 1997 г.

Настоящая инструкция распространяется на жидкостные хроматографы "SECIL 1100" с абсорбционным детектором SE 1200 и устанавливает методы и средства их периодических поверок. Межповерочный интервал 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методических указаний	Обязательное проведение операций	
		при эксплуатации	после ремонта
Внешний осмотр	4.1.	да	да
Опробование:	4.2.	да	да
– определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	4.2.1.	да	да
– определение дрейфа нулевого сигнала	4.2.1.	да	да
Определение метрологических характеристик:	4.3	да	да
– определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	4.3.1.– 4.3.3.	да	да
– определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы	4.3.4.– 4.3.5.	да	да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Контрольные вещества:

ГСО 6425-92 состава раствора антрацена, содержание антрацена в ацетонитриле 50мг/л

Ацетонитрил для жидкостной хроматографии ТУ 6-09-14-2167-84

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1. При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

– температура окружающего воздуха, С	20 ± 5
– атмосферное давление, кПА	$30 \div 90$
– относительная влажность воздуха, %	$84 \div 106,7$
– напряжение переменного тока, В	220 ± 22
– частота сети, Гц	50 ± 1

3.2. Подготовительные работы следует выполнять в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

3.3. Перед проведением поверки готовят контрольную смесь антрацена в ацетонитриле с концентрацией анализируемого компонента -50 мг/л.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1. Внешний осмотр

При внешнем осмотре должно быть установлено:

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

4.2. Опробование

При опробовании проводят определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала.

4.2.1. Уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевого сигнала определяют при соблюдении следующих условий:

фотометрическая ячейка сухая (без элюента);

длина волны – 250 нм;

постоянная времени – 0,5 сек;

нулевой сигнал измеряют в течение 60 мин.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (X) принимают равным амплитуде (h) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд.

Полученные значения не должны превышать 10^{-5} е.о.п.

Дрейф нулевого сигнала определяется максимальным расхождением значений результатов измерений оптической плотности за установленное время измерений. Полученное значение не должно превышать 10^{-4} е.о.п./час.

4.3. Определение метрологических характеристик

4.3.1. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов.

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать п.3.1.

4.3.2. Контрольную смесь (п. 3.3) в объеме 20 мкл вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходных сигналов и вычисляют среднее арифметические значения выходных сигналов: высоты пика, площади пика и времени удерживания.

4.3.3. Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитывают по формуле

$$\sigma = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{X} - X_i)^2}{n-1}} \quad (1),$$

где X_i – измеренное значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (площади, высоты пика и времени удерживания) не должны превышать данных, приведенных в табл. 6.

Таблица 2

Относительное СКО, %		
по площади пика	по высоте пика	по времени удерживания
0,5	1	0,6

4.3.4. Определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы.

Условия измерения аналогичны, описанным в п.3.1. Проводят операции, описанные в п.4.3.2. Через 8 часов непрерывной работы повторяют измерения по п.4.3.2.

Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\bar{X}_1} \cdot 100, \quad (2)$$

где \bar{X}_1 - среднее арифметические значения выходных сигналов: высоты пика, площади пика и времени удерживания первой серии измерений;

\bar{X}_2 - среднее арифметические значения выходных сигналов: высоты пика, площади пика и времени удерживания после 8 часов работы.

4.3.5. Значение относительного изменения выходных сигналов (площадей пиков) не должно превышать 2%.

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки хроматографа заносят в протокол.

5.2. Положительные результаты поверки хроматографа оформляют выдачей свидетельства установленной формы.

5.3. Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускаются. Хроматографы изымаются из обращения и после ремонта подвергаются повторной поверке.

Начальник отдела



С.С. Калинин