

"УТВЕРЖДАЮ"

**Заместитель директора по
производственной метрологии
ФГУП "ВНИИМС"**



Н.В. Иванникова

" 22 " 06 2020 г.

Государственная система обеспечения единства измерений.

Хроматограф газовый Agilent 6850A

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 205-11-2020

**Москва
2020 г.**

Настоящая методика поверки распространяется на хроматограф газовый Agilent 6850А заводской № CN11233005 и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверки.

Межповерочный интервал – 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

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

Таблица 1 - Операции поверки

№ п/п	Наименование операций	Номер пункта методики	Проведение операций поверки при	
			первичной поверке	периодической поверке
1	Внешний осмотр.	6.1	да	да
2	Опробование:	6.2		
	– проверка соответствия ПО	6.2.1		
	– определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	6.2.2	да	да ¹⁾
	– определение предела детектирования	6.2.3	да	да ¹⁾
3	Определение метрологических характеристик:	6.3	да	да ¹⁾
	– определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов	6.3.1	да	да ¹⁾
	– определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы	6.3.2	да	да ¹⁾
	- определение показателей точности результатов измерений	6.4	нет	да ²⁾

Примечания:

¹⁾ При отсутствии НД на методики измерений (МИ), утвержденных в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563-09.

²⁾ При наличии НД на МИ.

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки применяют средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2

№ п/п	Наименование, тип, марка эталонного средства измерений или вспомогательного средства поверки.	Номер пункта МП	ГОСТ, ТУ или основные технические и (или) метрологические характеристики
1	СО состава гексадекана	5.1	ГСО 7289-96
2	Весы лабораторные	5.1	ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 20 или 200 г
3	Микрошприцы "Газохром - 101"	5.1	Вместимостью $1 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$, ТУ25.05-2152-75.
4	Микрошприцы "МШ-10"	5.1	Вместимостью $10 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$, ТУ 4321-011-12908609-08
5	Колбы мерные 2-100-2	5.1	ГОСТ 1770-74
6	Пипетки 6-2-2	5.1	ГОСТ 29227-91
3	Термогигрометр TESTO мод. 608-H1	4.1	Диапазон измерений относительной влажности от 15 до 85 %. Абсолютная погрешность ± 3 %. Диапазон измерений температуры от 0 °С до плюс 50 °С, абсолютная погрешность $\pm 0,5$ °С
4	Барометр-анероид БАММ-1	4.1	Диапазон измерений от 80 до 120 кПа, абсолютная погрешность ± 200 Па.
5	Секундомер	6.2-6.3	Абсолютная погрешность $\pm 0,1$ с

2.2 Допускается применение других средств поверки, имеющих метрологические и технические характеристики не хуже указанных в таблице 2.

2.3 Все средства поверки должны иметь действующие свидетельства о поверке, а ГСО – действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

3.1 К проведению поверки допускают лиц, достигших 18-летнего возраста, прошедших производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа, имеющих квалификацию не ниже лаборанта, изучивших настоящую инструкцию, ознакомленных с руководством по эксплуатации.

3.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией и удовлетворять требованиям ГОСТ 12.1.005-88.

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- | | |
|---------------------------------------|-----------------------|
| – температура окружающего воздуха, °С | от плюс 15 до плюс 25 |
| – относительная влажность, % | от 5 до 90 |
| – атмосферное давление, кПа | от 84 до 106 |

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1 Перед проведением поверки выполняют следующие подготовительные работы:

- хроматограф и внешний компьютер подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации.
- контрольные растворы гексадекана в н-гексане с массовой концентрацией гексадекана в диапазоне (100 -250) мг/дм³ приготавливают согласно Приложению А;

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1 Внешний осмотр.

6.1.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки, включая наличие на хроматографе обозначения (наименования) и заводского номера;
- отсутствие внешних повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность хроматографа;

6.1.2 Хроматограф считается выдержавшим внешний осмотр, если он соответствует всем требованиям, перечисленным в п. 6.1.1.

6.2 Опробование

При опробовании проводят проверку соответствия программного обеспечения, определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и предела детектирования.

6.2.1 Проверка соответствия программного обеспечения.

Запускают ПО, открывают вкладку HELP INFO и считывают идентификационные данные ПО.

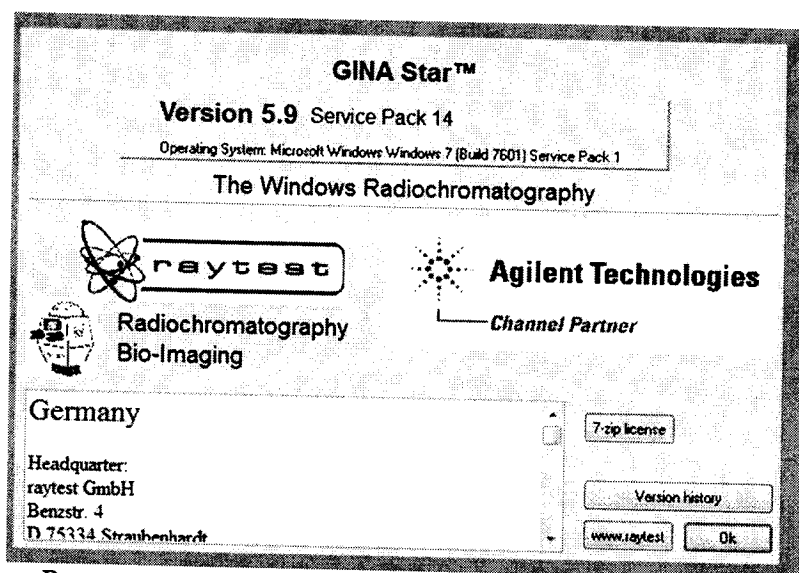


Рисунок 1- Окно с идентификационным номером ПО

Для расчета контрольной суммы по алгоритму MD5 используется программа HashTab версии 4.0.0 или выше или аналогичная. При использовании программы HashTab руководствуются следующим порядком действий:

- в папке, в которой находятся файлы программы, находят файл gina_nt.exe и устанавливают на него курсор;
- нажимают правую кнопку мыши и выбирают пункт «свойства»;
- в открывшемся окне выбирают вкладку «Хэш-сумма файлов», в которой выбирают строку MD5;

- из указанной строки считывают значение хэш-суммы (цифрового идентификатора ПО).

Результат проверки соответствия программного обеспечения считают положительным, если идентификационные данные соответствуют указанным в таблице 3.

Таблица 3 - Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Наименования программного обеспечения	GINA Star
Идентификационное наименование ПО	gina nt.exe
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 5.9 Service Pack 14
Цифровой идентификатор ПО	C928DFBAA981244EDD1F0DC96A63A58D
Алгоритм вычисления	MD5

6.2.2 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

6.2.2.1 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала хроматографа газового Agilent 6850A с пламенно-ионизационным детектором (далее ПИД) определяют при условиях, указанных в п.4. Настройку параметров хроматографа газового и детектора проводят в соответствии с руководством по их эксплуатации.

6.2.2.2 После выхода хроматографа на режим регистрируют нулевой сигнал на самом чувствительном диапазоне в течение 1 часа.

6.2.2.3 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (Δ_x) принимают равным максимальному значению амплитуды (размаха: peak to peak) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с.

6.2.3 Определение предела детектирования

6.2.3.1 Определение предела детектирования выполняют с использованием контрольных растворов гексадекана в н-гексане приготовленных по методике, являющейся Приложением А к настоящей методике поверки.

6.2.3.2 Вводят в инжектор-испаритель вручную микрошприцом 1 мкл контрольного раствора.

6.2.3.3 Измеряют уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала на участке хроматограммы, предшествующем выходу контрольного вещества. Уровень флуктуационных шумов (Δ_x) принимают равным максимальной амплитуде повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 с (при этом единичные выбросы не учитываются).

6.2.3.4 Регистрируют выходной сигнал - площадь пика контрольного вещества S .

6.2.3.5 Предел детектирования (C_{\min}) в г/с вычисляют по формуле:

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

где Δ_x - значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, pA

G - масса вещества, г; $G = C \cdot V \cdot 10^{-9}$ (C - массовая концентрация контрольного вещества, мг/дм³, V - объем пробы, мм³);

\bar{S} - среднее арифметическое значение площади пика, pA·с;

k - коэффициент деления потока, $k=1$, если проба подается без деления потока.

Значения Δ_x и \bar{S} могут измеряться в мкВ и мкВ·с или усл. ед. и усл. ед·с соответственно.

6.3 Определение метрологических характеристик

k – коэффициент деления потока, $k=1$, если проба подается без деления потока. Значения Δ_x и \bar{S} могут измеряться в мкВ и мкВ·с или усл. ед. и усл. ед·с соответственно.

6.3 Определение метрологических характеристик

6.3.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала.

6.3.1.1 Определение относительного среднего квадратичного отклонения выходного сигнала выполняют при условиях, указанных в п.4 и в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации хроматографа газового Agilent 6850А с ПИД. Измерения проводят после выхода хроматографа на режим.

6.3.1.2 Контрольную смесь вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходных сигналов (времен удерживания и площадей пиков), вычисляют среднее арифметическое значение выходных сигналов (\bar{X}).

6.3.1.3 Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов площади пика δ_s и времени удерживания δ_t рассчитывают по формулам (2-3):

$$\delta_s = \frac{100}{\bar{S}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где S_i – i -тое значение площади пика;

\bar{S} – среднее арифметическое значение площади пика;

n – число измерений.

$$\delta_t = \frac{100}{\bar{t}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_i (t_i - \bar{t})^2}{n-1}}, \quad (3)$$

где t_i – i -тое значение времени удерживания;

\bar{t} – среднее арифметическое значение времени удерживания;

n – число измерений.

6.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы.

6.3.2.1 Проводят операции по п.6.3.1.2 Через 8 часов непрерывной работы хроматографа повторяют измерения по п.6.3.1.2 Относительное изменение выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы δ_r хроматографа рассчитывают по формуле (4):

$$\delta_r = \frac{|\bar{X}_r - \bar{X}|}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (4)$$

где \bar{X} – среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика) в серии экспериментов;

\bar{X}_r – среднее значение параметра выходного сигнала (площади пика) в серии экспериментов через 8 часов непрерывной работы.

6.3.3 Результаты поверки считают удовлетворительными, если полученные метрологические характеристики соответствуют характеристикам, указанным в описании

6.4 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на МИ, отвечающим требованиям ГОСТ 8.563-09, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на МИ.

7. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

7.1 Результаты поверки хроматографа заносят в протокол в соответствие с приложением Б.

7.2 Положительные результаты поверки хроматографа 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).

7.3 На хроматограф, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, 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).

7.4 Знак поверки наносится на боковую панель хроматографа в виде наклейки.

Начальник отдела 205 ФГУП «ВНИИМС»



С.В. Вихрова

Начальник сектора ФГУП «ВНИИМС»



О.Л. Рутенберг

Методика приготовления контрольных растворов

1 Средства измерений, посуда, реактивы

ГСО 7289-96 состава гексадекана;

Колбы мерные 2-100-2, ГОСТ 1770-74;

Пипетки 6-2-2, ГОСТ 29227-91.

Весы лабораторные, ГОСТ OIML R 76-1-2011 с пределом взвешивания 20 или 200

г.

2 Процедура приготовления растворов гексадекана в н-гексане

2.1 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией гексадекана от 100 мг/дм³ до 250 мг/дм³.

В бюкс, помещённый на чашку аналитических весов, вносят от 10 до 20 мг гексадекана.

2.2 Массу гексадекана (m) определяют по разности масс пустого бюкса (m_1) и бюкса с гексадеканом (m_2):

$$m = m_2 - m_1$$

2.3 Пипеткой вместимостью 2 см³ добавляют в бюкс 2 см³ н-гексана. Переливают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³. Повторяют операцию 2-3 раза для полного переноса контрольного вещества в колбу. Доводят объём раствора в колбе до метки н-гексаном.

2.4 Массовую концентрацию гексадекана (c) рассчитывают по формуле:

$$c = \frac{m}{V_{100}},$$

где V_{100} – вместимость мерной колбы. $V_{100} = 100 \text{ см}^3$.

Контрольный раствор может храниться в герметично закрытом сосуде не более 30 дней.

Протокол поверки

Дата поверки:

Средство измерений: Хроматограф газовый Agilent 6850А, зав. № CN11233005.

Методика поверки: МП 205-11-2020 «Хроматограф газовый Agilent 6850А. Методика поверки».

Вид поверки: Первичная / периодическая.

Средства поверки: ГСО 7289-96 состава гексадекана.

Условия поверки:

– температура окружающей среды ____ °С;

– давление ____ кПа;

– относительная влажность воздуха ____ %.

Результаты поверки

1. Результаты внешнего осмотра: соответствуют / не соответствуют.

2. Результаты опробования:

– Соответствие программного обеспечения: соответствует / не соответствует;

– Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала _____ А;

– Предел детектирования по гексадекану _____ г/с.

3. Результаты определения метрологических характеристик:

– Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов:

по площади пика _____ %;

по времени удержания _____ %;

– Относительное изменение выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы _____ %.

Заключение: _____

Поверитель: _____