

ОАО НПО «Химвавтоматика»

Утверждаю

Генеральный директор

ОАО НПО «Химвавтоматика»

Рыжнев В.Ю.

» 2008г.



Методика выполнения измерений содержания растворенных в этиловом спирте азота
и гелия газохроматографическим методом.

Москва

2008

A large handwritten signature in black ink, likely belonging to the General Director mentioned in the text above.

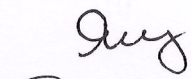
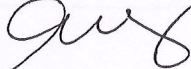
Право тиражирования и реализации МВИ принадлежит разработчику.

Разработчик: ОАО НПО «Химвавтоматика»

Адрес: 129226, г. Москва, ул. Сельскохозяйственная, 12 А

Телефон: 181 53 27

Исполнители: Начальник отдела, к.х.н.
Ведущий инженер

Яшин А.Я.

Яшин Е.Я.

Государственная система обеспечения единства измерений

Методика выполнения измерений содержания растворенных в этиловом спирте азота и гелия газохроматографическим методом

Дата введения 2009 -

Назначение и область применения

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации (массовой доли) растворенных газов (МВИ – МКРГ) азота и гелия в этиловом спирте с помощью газового хроматографа Цвет-800 в диапазоне от 0,0005 до 0,02 г/дм³ для гелия и 0,001 – 1,0 г/дм³ для азота.

МВИ – МКРГ предназначена для использования в качестве образцового СИ при первичной поверке стенда лабораторного аналитического СПГС (МЕКВ.414700.002)

1 Метод измерений

Массовую концентрацию гелия и азота измеряют, используя градуировочный график зависимости выходного сигнала от концентрации гелия и азота.

2 Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и ее составляющих) результатов измерений, не превышают значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации (массовой доли), г/дм ³	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %, при $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Предел повторяемости, r , %, $P=0,95$, $n=2$
$C(\text{He})$ 0,0005 - 0,02 $C(\text{N}_2)$ 0,001-1,0	28	10	14	28

3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

3.1.1 Газовый хроматограф Цвет-800 с детектором по теплопроводности:

предел детектирования – $5 \cdot 10^{-10}$ г/см³ по гептану

предел допускаемого значения относительного среднеквадратического отклонения (СКО) результатов последовательных измерений проб не более 5 %.

3.1.2 Процессорный блок на базе Pentium-4, операционная система Windows XP и специальное программное обеспечение типа «ЦветАналитик».

3.1.3 Приставка для равновесного пара «Фаза».

3.1.4 Азот высшего сорта по ГОСТ 9293-74.

3.1.5 Гелий очищенный марки А или Б по ТУ 51-940-80.

3.1.6 Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300-87.

3.1.7 Шприц на 10 мкл.

3.1.8 Шприц на 1 мл.

3.2 Реактивы и материалы

3.2.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.2.2 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.

Примечание - Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательных устройств с техническими данными, а также реактивов и других материалов не хуже указанных выше.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения.

Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021-88.

5 Требования к квалификации

Выполнение измерений и обработку результатов проводят инженеры-химики,

имевшие: высшее образование или средне - техническое специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшие специальное обучение, изучившие нормативную документацию на прибор Цвет-800, и на стенд лабораторный аналитический поверочный СПГС.

6 Условия измерения

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды $(25 \pm 10)^\circ \text{C}$;
- относительная влажность окружающего воздуха от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;
- Электрическое питание прибора Цвет-800.

напряжение переменного тока $(220^{+22}_{-33}) \text{ В}$;

- частота переменного тока $(50 \pm 1) \text{ Гц}$;

- содержание агрессивных веществ в воздухе помещения не должно превышать санитарных норм по СанПиН 2.3.2.560-96;

- механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работоспособность, должны быть исключены (см. руководство по эксплуатации прибора Цвет-800).

7 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений выполняются следующие работы: подготовка посуды, приготовление растворов, подготовка прибора Цвет-800 к работе и его градуировка.

7.1 Подготовка посуды

Новую и загрязненную стеклянную посуду тщательно промывают раствором хромовой смеси, которую готовят по ГОСТ 4517-87. После промывания многократно споласкивают сначала водопроводной, а затем несколько раз дистиллированной водой. Окончательно посуду трижды ополаскивают бидистиллированной водой. Удельная электропроводимость последней порции промывной воды не должна превышать удельную электропроводимость исходной бидистиллированной воды более чем на 5 %.

7.2 Приготовление градуировочных смесей гелия с концентрацией $0,0005 - 0,02 \text{ г/дм}^3$ и азота с концентрацией $0,001 - 1,0 \text{ г/дм}^3$

Смеси готовятся в специальных очищенных вакуумированных баллонах методом парциального давления, либо заказываются специализированным организациям, имеющим лицензию на право приготовления таких смесей.

7.3 Подготовка прибора Цвет-800 к работе

7.3.1 Включают прибор, устанавливают соответствующий режим. После выхода прибора на режим измеряют уровни флуктуационных шумов, предел детектирования и СКО последовательных измерений. Если эти показатели соответствуют значениям в ТУ, то на приборе можно проводить измерения.

7.4 Градуировка прибора по азоту и гелию

Дозируют краном калибровочные смеси и строят градуировочные графики зависимости сигналов прибора от концентрации, используя программное обеспечение верхнего уровня (см. описание на «ЦветАналитик»).

8. Проведение анализа

8.1 Перед выполнением измерений к выходному штуцеру крана для отбора пробы стандарта СПГС пристыковывают параллельно шприцы по п.п. 3.1.7 и 3.1.8.

8.2 При наличии разрешительного сигнала, возникающего на стенде СПГС в процессе приготовления смеси (см. МЕКВ.413421.012 РЭ) выполнить следующие операции:

- открыть кран отбора пробы стенда СПГС;
- отобрать в шприц объемом 1 мл жидкость из застойных зон пробоотборочных коммуникаций;
- произвести отбор пробы в шприц объемом 10 мкл;
- закрыть кран отбора пробы стенда СПГС.

8.3 Для отобранной пробы выполнить три последовательных измерения последовательного сигнала (площади пика) анализируемого соединения. Вычислить средний результат измерений $C_i^x(He)$ и $C_i^x(N_2)$.

8.4 Операции по п.п. 8.1 – 8.3 выполнять при приготовлении каждой смеси в соответствии с методикой поверки стенда СПГС (см. МЕКВ. 414700.002 ДЛ).

8.5 Значения $C_i^x(He)$ и $C_i^x(N_2)$ использовать в качестве истинных значений массовых концентраций растворенных газов при определении для каждого значения концентрации пределов основной погрешности стенда СПГС по формулам:

$$\delta_i(He) = \pm [5 + 5 \cdot 10^{-3} / C_i^x(He)] \%$$

$$\delta_i(N_2) = \pm [5 + 5 \cdot 10^{-2} / C_i^x(N_2)] \%$$

А также при определении конкретного значения основной погрешности приготовления смеси по формулам:

$$\Delta t^u(He) = \frac{C_i^u(He) - C_i^x(He)}{C_i^x(He)} 100\%$$

$$\Delta t^u(N_2) = \frac{C_i^u(N_2) - C_i^x(N_2)}{C_i^x(N_2)} 100\%$$