

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП ВНИИМС



В.Н.Яншин

2001 г.

ИНСТРУКЦИЯ

**ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ Agilent
модели 6890, 6890plus, 6890N, 6850
фирмы "Agilent Technologies", США**

Методика поверки

л.р. 15448-01

Москва 2001 г.

Настоящая инструкция распространяется на хроматографы газовые Agilent модели 6890, 6890plus, 6890N, 6850 с пламенно-ионизационным, электроннозахватным, по теплопроводности, термоионным, пламенно-фотометрическим и масс-селективным детекторами фирмы "Agilent Technology", США, (далее – хроматографы) и устанавливает методику их первичной и периодической проверок.

Межповерочный интервал 1 год.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении проверки должны выполняться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1.

Наименование операции	Номер пункта методических указаний	Обязательное проведение операции при	
		выпуске после ремонта	эксплуатации
Внешний осмотр	4.1.	да	да
Опробование:	4.2.	Да	да
– определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	4.2.1.–4.2.2.	да	да
– определение предела детектирования	4.2.3.– 4.2.4.	да	да
Определение метрологических характеристик:	4.3.	да	да
– определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов	4.3.1.– 4.3.3.	да	да
– определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы	4.3.4.– 4.3.5.	да	а

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Контрольные вещества:

ПВД	ГСО 7289–96 состава н-гексадекана,
ДТП	ГСО 7289–96 состава н-гексадекана,
ЭЗД	ГСО 1855–91П состава линдана,
ТИД	ГСО 1854–91П состава метафоса,
МСД	ГСО 7495–98 состава гексахлорбензола ГСО 4254–88 состава додекана
ПФД	ГСО 1854–91П состава метафоса

Газообразный гелий по ТУ 51–940–80.

Газообразный азот по ГОСТ 9293–74.

н-Гексан ТУ 6–09 3375–78.

Колонка НР–5 (5% фенил-метил-силикон) 30 м/0,32 мм/0,25 мкм.

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

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	$84 \div 106,7$
– относительная влажность воздуха, %	$30 \div 90$
– 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 контрольные смеси, назначение и содержание анализируемых компонентов которых приведены в таблице 2.

Таблица 2.

Наименование смеси	Содержание анализируемого компонента	Детектор
1. н-Гексадекан в н-гексане	(0,033–0,060) масс.доля, %	ПИД
2. н-Гексадекан в н-гексане	(0,33–0,60) масс.доля, %	ДТП
3. Линдан в изо-октане	$(3,3–5,0) \cdot 10^{-5}$ мг/мл	ЭЗД
4. Метафос в изо-октане	$(1,5–2,0) \cdot 10^{-3}$ мг/мл	ТИД
5. Додекан в изо-октане	0,01 мг/мл	МСД
6. Гексахлорбензол в изо-октане	0,01 ppm	МСД

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 нулевого сигнала и предела детектирования.

4.2.1. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала определяют после выхода хроматографа на режим. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (ΔX) принимают равным амплитуде (h) повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 секунд.

4.2.2. Нулевой сигнал регистрируют в условных единицах в течение 30 мин при минимальном значении коэффициента деления выходного сигнала хроматографа. Значение уровня флуктуационных шумов рассчитывают по соотношениям:

для ДТП $\Delta X = 1 \cdot 10^{-7} \cdot h$, В

для ПИД $\Delta X = 4 \cdot 10^{-15} \cdot h$, А

для ЭЗД $\Delta X = 0,04 \cdot h$, Гц

для ТИД $\Delta X = 4 \cdot 10^{-15} h$, А

для ПФД $\Delta X = 4 \cdot 10^{-15} h$, А

h – высота пика в условных единицах.

Уровень шумов не должен превышать:

для ДТП $5 \cdot 10^{-6}$ В

для ПИД $1 \cdot 10^{-13}$ А

для ЭЗД 0,2 Гц

для ТИД $5 \cdot 10^{-14}$ А

для ПФД $0,8 \cdot 10^{-9}$ А

4.2.3. Определение предела детектирования

Определение предела детектирования ПИД, ЭЗД, ТИД, ДТП выполняют при дозировании 1 мкл соответствующей контрольной смеси (таблица 2). Контрольную смесь № 1 необходимо разбавить в 100 раз. Определяют высоту и ширину на половине высоты пика анализируемого компонента.

Предел детектирования для ПИД, ЭЗД, ТИД и ПФД рассчитывают по зависимости:

$$C = \frac{2 \cdot h \cdot G}{H \cdot \mu_{0,5}}$$

где: G – масса контрольного вещества, г;

H – высота пика контрольного вещества, условные ед.;

h – уровень флуктуационных шумов, условные ед. (определяется по п.4.2.1.);

$\mu_{0,5}$ – ширина пика на половине его высоты, сек.

Полученные значения не должны превышать:

для ПИД – $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с в пересчете на содержание углерода;

для ЭЗД – $4 \cdot 10^{-14}$ г/с по линдану;

для ТИД – $2 \cdot 10^{-12}$ гР/с в пересчете на содержание фосфора.

для ПФД – $1 \cdot 10^{-12}$ гР/с в пересчете на содержание фосфора.

Предел детектирования для детектора по теплопроводности рассчитывают по формуле:

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot h \cdot G}{H \cdot \mu_{0,5} \cdot V_{г-н}}$$

где: $V_{г-н}$ – скорость газа-носителя, $\text{см}^3/\text{с}$.

Полученное значение не должно превышать $5 \cdot 10^{-10}$ г/см³.

4.2.4. Определение предела детектирования масс-селективного детектора

Определение предела детектирования МСД выполняют при дозировании смеси № 6 (таблица 2). Вводят такой объем раствора № 6, чтобы количество введенного гексахлорбензола составляло примерно $200 \cdot 10^{-15}$ г. Определяют соотношение сигнал/шум. Полученное значение должно быть не менее 10:1.

4.3. Определение метрологических характеристик

4.3.1. Определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов.

Измерения проводят после выхода хроматографа на режим, используя контрольные смеси №№ 1–5 (таблица 2). Условия выполнения измерений должны соответствовать п.3.1.

4.3.2. Соответствующую контрольную смесь (таблица 2.) объемом 1 мкл вводят в хроматограф не менее 10 раз, измеряют значения выходных сигналов и вычисляют среднее арифметическое значение выходных сигналов ($\bar{X}$).

4.3.3. Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов рассчитывают по формуле

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

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

Значения относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов (площадей пиков и времен удерживания) не должны превышать:

	При автоматическом дозировании		При ручном дозировании	
	по площадям пиков	по времени удерживания	по площадям пиков	по времени удерживания
для ДТП	2%	0,01	3%	0,1
для ДИП	2%	0,02	3%	0,1
для ЭЗД	3%	0,07	5%	0,3

	по площадям пиков	по времени удерживания	пиков	удерживания
для ТИД	3%	0,04	5%	0,2
для МСД	4%	0,08	6%	0,1
для ПФД	3%	0,07	5%	0,3

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

$$\delta_i = \frac{\bar{X}_i - \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100$$

4.3.5. Значения относительного изменения выходных сигналов (площадей пиков) не должны превышать:

для ДТП 3%

для ДИП 3%

для ЭЗД 5%

для ТИД 5%

для МСД 5%

для ПФД 5%

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты поверки хроматографа заносят в протокол.

5.2. Положительные результаты поверки хроматографа оформляют выдачей свидетельства в соответствии с ПР 50.2.006.

5.3. Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускают. Хроматографы изымают из обращения, свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин в соответствии с ПР 50.2.006.

5.4. После ремонта хроматографы подвергают поверке.

Начальник отдела ВНИИМС



Ш.Р.Фаткудинова

Начальник сектора ВНИИМС



О.Л.Рутенберг