

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

Право патентирования и реализации МВИ принадлежит разработчику.

Разработчик: ОАО НПО «Химавтоматика»

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/дм<sup>3</sup> для гелия и 0,001 – 1,0 г/дм<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$ , %, при $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Предел повторяемости, г, %, $P=0,95$ , $n=2$
$C(\text{He})$ 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/см<sup>3</sup> 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 электропроводность последней порции промывной воды не должна превышать удельную электропроводность исходной бидистиллированной воды более чем на 5 %.

### 7.2 Приготовление градуировочных смесей гелия с концентрацией 0,0005 – 0,02 г/дм<sup>3</sup> и азота с концентрацией 0,001 – 1,0 г/дм<sup>3</sup>

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 стандарта 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 стандарта СПГС.

8.3 Для отобранной пробы выполнить три последовательных измерения последовательного сигнала (площади пика) анализируемого соединения. Вычислить средний результат измерений  $C_i^x(\text{He})$  и  $C_i^x(\text{N}_2)$ .

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

8.5 Значения  $C_i^x(\text{He})$  и  $C_i^x(\text{N}_2)$  использовать в качестве истинных значений массовых концентраций растворенных газов при определении для каждого значения концентрации пределов основной погрешности стандарта СПГС по формулам:

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

$$\delta_i(\text{N}_2) = \pm [5 + 5 \cdot 10^{-2} / C_i^x(\text{N}_2)] \%$$

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

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

$$\Delta i^u(\text{N}_2) = \frac{C_i^u(\text{N}_2) - C_i^x(\text{N}_2)}{C_i^x(\text{N}_2)} 100 \%$$