

ОПИСАНИЕ ТИПА СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Хроматографы аналитические газовые «Кристаллюкс-4000М»

Назначение средства измерений

Хроматографы аналитические газовые «Кристаллюкс-4000М» (далее по тексту - хроматографы) предназначены для анализа газовых, жидкых и твердых проб сложных органических соединений. Хроматограф применяется в экологии, фармацевтической, пищевой, химической, нефтехимической и других отраслях промышленности, здравоохранении.

Описание средства измерений

Принцип действия хроматографов основан на применении методов газо-адсорбционной и газожидкостной хроматографии в изотермическом режиме и режиме линейного программирования температуры и (или) расхода газа-носителя хроматографических колонок.

Хроматографы представляют собой аналитический блок в виде моноблока со средним или большим термостатом колонок, на котором установлен аналитический модуль с детекторами, инжекторами, дозирующими устройствами, хроматографическими колонками. В состав хроматографа входят также персональный компьютер, программное обеспечение для обработки хроматографической информации «NetChrom V2.1», методики хроматографического анализа.

Увеличенный объем термостата колонок позволяет разместить в нем кроме нескольких колонок, как насадочных, так и капиллярных большей длины, устройства ввода и переключения колонок. Устройства хроматографа обладают высокой инертностью к анализируемым соединениям.

Хроматографы выпускаются в двух исполнениях: исполнение 1 с объемом термостата колонок 6 л. исполнение 2 с объемом термостата колонок 14 л.

Хроматографы комплектуются широким набором детекторов как одиночных, так и соединенных в мультидетектор (до трех детекторов как универсальных, так и селективных): пламенно-ионизационный детектор (ПИД), детектор по теплопроводности (ДТП), электронозахватный детектор (ЭЗД), пламенно-фотометрический детектор (ПФД), термоионный детектор (ТИД), фотоионизационный детектор (ФИД), термохимический детектор (ТХД), гелиевый ионизационный детектор (ГИД), масс-спектрометрический детектор (МСД) или их комбинаций.

Хроматографы обладают высокими уровнями автоматизации управления режимами анализа и работой хроматографа, обработки полученной информации с помощью программы обработки, работающей в сфере Windows, Linux, имеющий совместимый интерфейс с другими программами. Измерение сигналов детекторов осуществляется с помощью 24-х разрядного АЦП. Программа обеспечивает:

- возможность сбора данных и управление в реальном времени одновременно от одного до восьми хроматографов на одном компьютере;
 - самодиагностику узлов хроматографа;
 - автоматическое выявление до 2000 хроматографических пиков с возможностью ручной настройки алгоритма детектирования пиков;
 - идентификацию до 1000 анализируемых соединений и до 500 групп по заранее созданным в процессе градуировок моделям, с использованием абсолютного и относительного времени удерживания, соотношения сигналов одновременно работающих детекторов, индексов удерживания (Ковача), температуры кипения компонентов;
 - расчет концентрации и количества вещества различными методами, а также физических свойств анализируемых соединений;



- построение градуировочной характеристики компонентов до 100 точек, задание различного вида градуировочных характеристик до кривой третьего порядка, расчет отклонения точек от построенной характеристики;
- запись в память компьютера хроматограмм неограниченной длительности, результатов расчета и условий проведения анализа;
- отображение на экране компьютера информации о результатах различных этапов обработки выходных сигналов детекторов, в т.ч., режимов анализа, параметров созданных методик и компонентов, параметров диагностического контроля, результатов статистической обработки;
- редактирование записанных хроматограмм, переработка, переидентификация и вывод на принтер;
- проведение операций над хроматограммами (сложение, вычитание, сравнение, фильтрация), расчет площади зашумленных пиков, флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования, среднего квадратического отклонения;
- параллельное проведение независимых анализов на трех разных каналах с использованием трех капиллярных или насадочных колонок;
- возможность обработки аналогового сигнала детектора другого неавтоматизированного хроматографа.

Управление режимами работы хроматографов осуществляется с помощью контроллера хроматографа. Ввод метода анализа, в т.ч. параметров режима анализа, осуществляется с помощью персонального компьютера или выносной панели управления на базе микрокомпьютера типа Pocket PC.

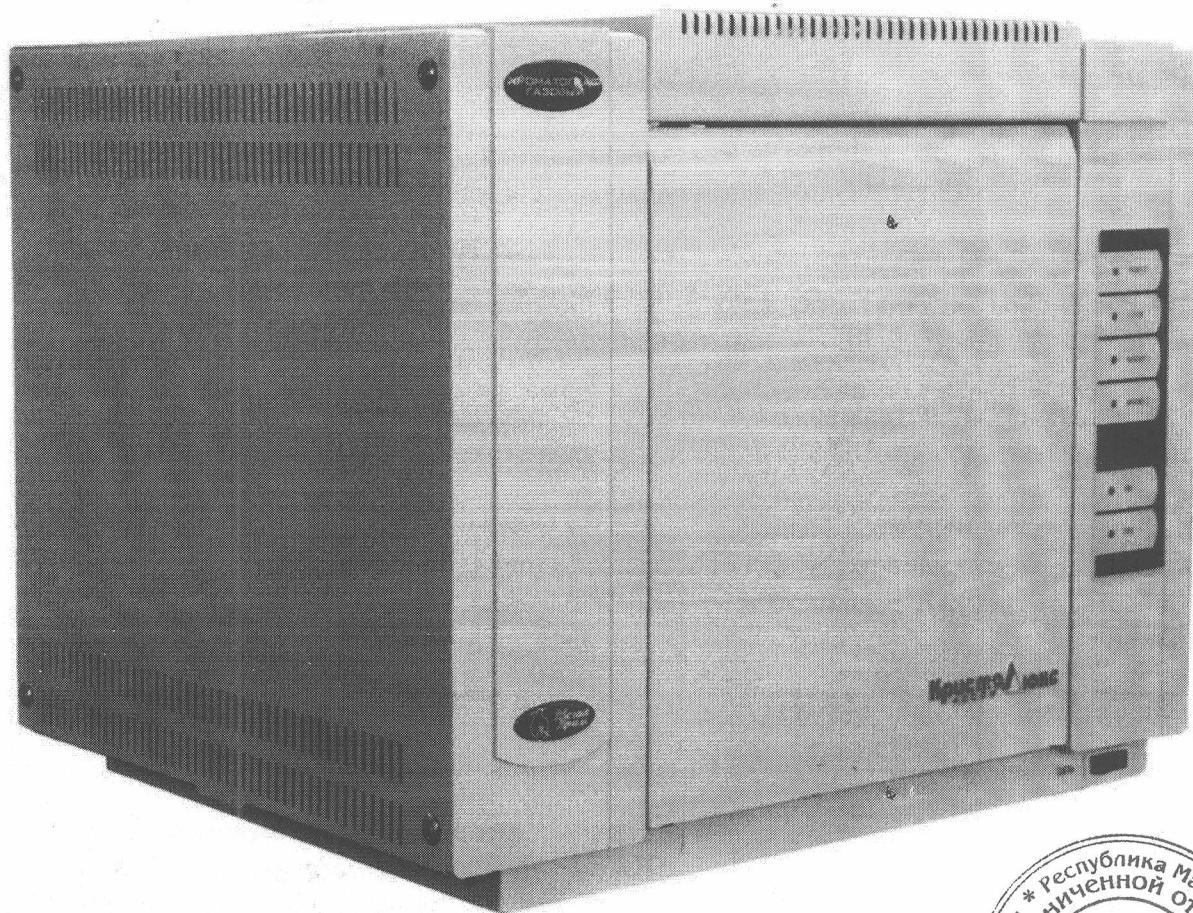
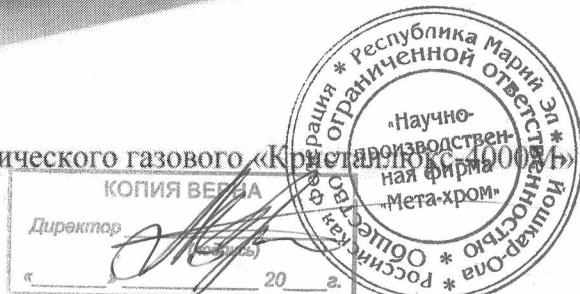


Рисунок 1 – Общий вид хроматографа аналитического газового «Кристалл-1000»



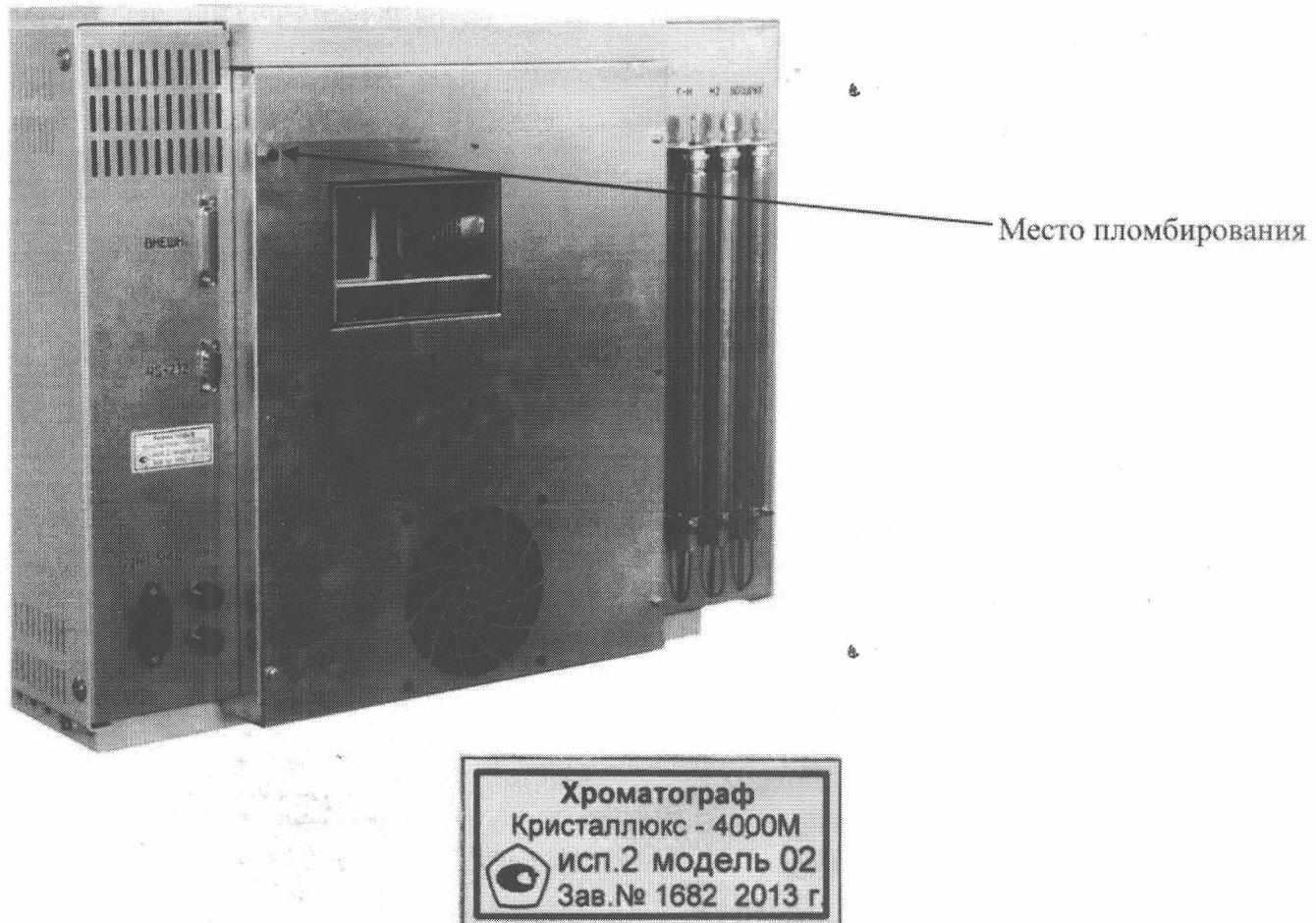


Рисунок 2 - Хроматограф аналитический газовый «Кристаллюкс-4000М», вид сзади (с обозначением места маркировки и пломбирования).

Программное обеспечение

Прикладное программное обеспечение (далее по тексту - ПО) «NetChrom» V2.1 защищено от непреднамеренных и преднамеренных изменений. Уровень защиты – С, согласно МИ 3286-2010.

Наименование, номер версии, цифровой идентификатор и алгоритм вычисления цифрового идентификатора метрологически значимой части ПО представлены в таблице 1.

Таблица 1

| Наименование ПО | Идентификационное наименование ПО | Номер версии (идентификационный номер) ПО | Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода) | Алгоритм вычисления цифрового идентификатора ПО |
|-----------------|-----------------------------------|---|---|---|
| NetChrom V2.1 | NetChromProc.dll | 1.2.1.1 | da232b2b979bb908fab85b6 925117688 | MD-5 |

Метрологические и технические характеристики

- 1 Время выхода на режим, не более 2 ч
- 2 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов хроматографа:
 - пламенно-ионизационный детектор (ПИД) $2 \cdot 10^{-14}$ А;
 - электронозахватный детектор (ЭЗД) $5 \cdot 10^{-13}$ А;
 - пламенно-фотометрический детектор (ПФД) $1 \cdot 10^{-11}$ А;



- детектор по теплопроводности (ДТП) $1 \cdot 10^{-7}$ В;
- термохимический детектор (ТХД) $1 \cdot 10^{-5}$ В;
- термоионный детектор (ТИД) $2 \cdot 10^{-13}$ А;
- фотоионизационный детектор (ФИД) $1 \cdot 10^{-13}$ А;
- гелиевый ионизационный детектор (ГИД) $1 \cdot 10^{-12}$ А.

3 Пределы детектирования, не более:

- ПИД $2 \cdot 10^{-12}$ г/с по углероду в углеводородах (гептане, пропане и др.);
- ЭЗД $2 \cdot 10^{-14}$ г/с по линдану;
- ПФД-Р $1 \cdot 10^{-13}$ г/с по фосфору в метафосе;
- ПФД-С $1 \cdot 10^{-12}$ г/с по сере в метафосе;
- ДТП $1 \cdot 10^{-9}$ г/мл по гептану;
- ТХД $5 \cdot 10^{-10}$ г/мл по водороду;
- ТИД $2 \cdot 10^{-14}$ г/с по фосфору в метафосе;
- ФИД $5 \cdot 10^{-13}$ г/с по бензолу;
- ГИД $3 \cdot 10^{-13}$ г/с по углероду в метане;
- МСД отношение сигнал/шум не менее 50:1 при вводе $1 \cdot 10^{-11}$ г/мкл октафторнафтилина в изооктане.

4 Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала хроматографа (высота, площадь и время удерживания пиков) в изотермическом режиме, не более:

- ПИД, ДТП, ТХД – 2%;
- ЭЗД, ТИД, ФИД, ГИД – 4%;
- ПФД, МСД – 6%.

5 Относительное изменение выходного сигнала хроматографа (высота, площадь и время удерживания пиков) за 48 ч непрерывной работы при фиксированной концентрации контрольного вещества, не более:

- ПИД, ДТП - $\pm 5\%$;
- ЭЗД, ПФД, ТХД, ТИД, ФИД, ГИД - $\pm 10\%$;
- МСД - $\pm 10\%$ (за 8 ч.).

6 Диапазоны температур термостата колонок – от температуры, равной температуре окружающей среды от плюс 4 до 450 °C. При комплектовании хроматографа устройством криогенного охлаждения нижний предел температуры термостата колонок составляет минус 100°C. При комплектовании хроматографа холодильной установки нижний предел температуры термостата колонок составляет минус 10 °C. Диапазоны температур испарителей от 50 до 450 °C, диапазоны температур детекторов от 50 до 450 °C.

7 Относительное отклонение среднего установившегося значения температуры термостатов от заданного значения температуры не более $\pm 1,5\%$

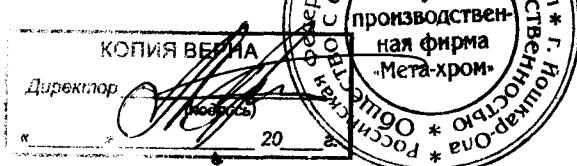
8 Диапазоны рабочих расходов газа-носителя от 0 до 100 мл/мин (в отдельных случаях до 500 мл/мин), диапазоны рабочего давления газа-носителя (для капиллярной колонки) от 0 до 0,40 МПа (в отдельных случаях до 1,0 МПа).

9 Относительное отклонение расхода и давления газа-носителя от среднего значения при многократной установке заданного расхода или давления не более $\pm 1,5\%$ для давления и расходов в диапазоне от 50 до 100 мл/мин и $\pm 0,5$ мл/мин для расходов в диапазоне от 3 до 49,9 мл/мин.

10 Электрическое питание хроматографа осуществляется от однофазной сети переменного тока напряжением в пределах от 187 до 242 В, частотой (50 ± 1) Гц. Максимальная мощность, потребляемая хроматографом (без сервисных устройств и МСД), не более 0,9 кВ·А.

11 Габаритные размеры хроматографа без сервисных устройств, упаковки и МСД, не более (Ш×Г×В) для исполнений 1 и 2 – (550 × 445 × 405) мм и (550 × 500 × 500) мм соответственно.

12 Масса хроматографа без сервисных устройств, упаковки и МСД, не более для исполнений 1 и 2 – 33 кг и 39 кг соответственно.



13 Эксплуатация хроматографа осуществляется в закрытых взрыво- и пожаробезопасных лабораторных помещениях при температуре окружающего воздуха от 10 до 35°C, относительной влажности не более 80%, атмосферном давлении от 84 до 107 кПа (от 630 до 800 мм. рт. ст.), содержание примесей в окружающем воздухе в пределах санитарных норм, регламентированных ГОСТ 12.1.005-88.

14 Средняя наработка на отказ одного канала формирования сигнала аналитической информации хроматографа (без сервисных устройств), не менее 10000 ч.

15 Средний полный срок службы хроматографа, не менее 6 лет.

Знак утверждения типа

наносится на специальную табличку на задней панели хроматографа методом шелкографии, на титульный лист руководства по эксплуатации типографским способом.

Комплектность средства измерений

В комплект поставки хроматографа в зависимости от заявки потребителя входят:

- руководство по эксплуатации МКУБ.415338.001 РЭ;
- методика поверки;
- блок аналитический (исполнение 1 или 2), укомплектованный одним или несколькими детекторами и испарителями, комплектом запасных частей;
- хроматографические колонки (насадочные, капиллярные в зависимости от метода анализа);
- устройства ввода и подготовки пробы различного агрегатного состояния для анализа, в т.ч. автоматический дозатор жидких проб типа НТ-3000А;
- персональный компьютер типа IBM PC;
- принтер;
- программа обработки хроматографической информации «NetChrom» V2.1;
- устройства газового питания, в т.ч. генераторы водорода, воздуха, азота.

Комплектация хроматографа одним или несколькими модулями, комплектация модуля детекторами и инжекторами, комплектация хроматографа сервисными устройствами, например, дозаторы проб различного агрегатного состояния (газ, жидкость, равновесный пар), термодесорбер, пиролизер, краны переключения колонок, обратной продувки, трубопроводы для подключения хроматографа к газовым магистралям, вентили, хроматографические колонки, генератор водорода, компрессор для подачи воздуха и др., определяется потребителем.

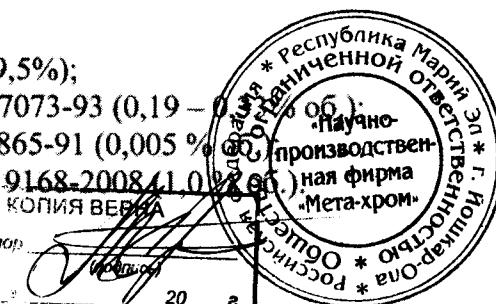
Проверка

осуществляется по документу МКУБ.415338.001 МП «Хроматографы аналитические газовые «Кристаллокс-4000М». Методика поверки», утвержденному ГЦИ СИ ФБУ «Марийский ЦСМ» 24.11.2011 г.

Основные средства поверки:

Стандартные образцы состава:

- метафоса МСО 1133-2005 (99,4%);
- линдана МСО 1134-2005 (99,5%);
- гептана ТУ 6-4520-77 (99,5%);
- бензола ТУ 6-09-779-76 (99,92%);
- октафторнафтилин GS/MS Test kit OFN & BZPH p/n kit 120450-Test («сч»);
- гексан «хч» ТУ 6-09-4521-84 (99,0%);
- октан «хч» ТУ 6-09-661-76 (99,8%);
- изооктан «хч» ТУ 2631-026-44493179-98 (99,5%);
- калибровочная смесь пропана в гелии ГСО 7073-93 (0,19 – 0,21 % об.);
- калибровочная смесь метана в гелии ГСО 5865-91 (0,005 % об.);
- калибровочная смесь водорода в азоте ГСО 9168-2008 41,0 (0,05 % об.).



Директор

А.Н. Борисов

20

Сведения о методиках (методах) измерений

Метод измерений описан в Руководстве по эксплуатации МКУБ.415338.001 РЭ «Хроматографы газовые аналитические лабораторные».

Нормативные и технические документы, устанавливающие требования к хроматографам аналитическим газовым «Кристаллюкс 4000М»

1 ГОСТ 4.163-85 «Анализаторы газов и жидкостей хроматографические. Номенклатура показателей»;

2 ГОСТ 26703-93 «Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний»;

3 Технические условия ТУ 9443-003-41390585-2010 «Хроматографы аналитические газовые «Кристаллюкс-4000М»

4 МИ 2402-97 «Рекомендация. ГСО. Хроматографы газовые аналитические лабораторные. Методика поверки».

5 «Хроматографы аналитические газовые «Кристаллюкс-4000М». Методика поверки. МКУБ.415338.001 МП».

Рекомендации по областям применения в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений

- при осуществлении деятельности в области здравоохранения;
- при осуществлении деятельности в области охраны окружающей среды;
- при выполнении работ по оценке соответствия промышленной продукции и продукции других видов, а также иных объектов установленным законодательством Российской Федерации обязательным требованиям;
- при осуществлении мероприятий государственного контроля (надзора).

Изготовитель

Общество с ограниченной ответственностью Научно-производственная фирма «Мета-хром» (ООО НПФ «Мета-хром»)

Адрес: г. Йошкар-Ола, 424000, ул. Баумана д.100

Тел/факс: (836-2) 42-49-97, 42-22-66

E-mail: m_chom@mari-el.ru

Испытательный центр

Государственный центр испытаний средств измерений ФБУ «Марийский ЦСМ»

Адрес: 424006, г. Йошкар-Ола, ул. Соловьева, 3

Тел. 8 (8362) 41-20-18, факс 41-16-94

Аттестат аккредитации ГЦИ СИ ФБУ «Марийский ЦСМ» по проведению испытаний средств измерений в целях утверждения типа № 30118-11 от 08.08.2011 г.

Заместитель

Руководителя Федерального
агентства по техническому
регулированию и метрологии

