

Подлежит публикации
в открытой печати

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального
директора ВНИИМ ин.

Д. И. Менделеева

В. С. Александров

12 1994 г.



ОПИСАНИЕ

ТИПА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА

Хроматограф жидкостной
Integral 4000

Внесены в Государств-
енный реестр средств
измерений

Регистрационный №

14528-95

Взамен №

Выпускается по техническим условиям фирмы-изготовителя
"Perkin Elmer" (США).

Назначение и область применения.

Хроматограф жидкостной Integral 4000 предназначен для определения состава проб веществ и материалов в производственных процессах, при выполнении различных исследований в агрохимии, биологии, клиническом анализе, фармакологии, при аналитической контроле объектов окружающей среды, в соответствии с методиками выполнения измерений аттестованными в установленном порядке.

Описание.

Хроматограф жидкостной Integral 4000 представляет из себя многоцелевую автоматизированную систему, обеспечивающую дозировку пробы, измерение, обработку и регистрацию выходной информации.

Хроматограф выполнен в виде моноблочной конструкции включающей следующие узлы.

Градиентный насос обеспечивающий высокую стабильность потока элюента и создавший любой состав подвижной фазы. Диапазон скоростей элюента от 0,01 до 10,00 см³/мин.

Терmostатированный 109 позиционный автосampler позволяющий осуществлять произвольное обращение к ячейкам для налировки и рутинного анализа.

Инжектор с переменным объемом.

Терmostат колонок позволяющий поддерживать температуру в диапазоне от 5°C выше температуры окружающей среды до 60°C. Время выхода на режим терmostата от температуры окружающей среды до 60°C -30 мин.

Двухлучевой программируемый ультрафиолетовый детектор. Диапазон длин волн от 195 до 365 нм, ширина щели от 5 до 175 нм с инкрементом 10 нм. Уровень шума 5·10⁻⁶ единиц оптической плотности от пика к пику при 240 нм, ширина щели 15 нм, установка ширины пика за 16 сек. Дрейф 2·10⁻⁴ единиц оптической плотности в час.

Система контроля и управления хроматографом. Система позволяет осуществлять постоянное тестирование и протоколирование состояния блоков прибора, условий и результатов анализов, исключаящее возможность последующего изменения данных. Система быстро реагирует на ошибки во время анализа на всех стадиях работы оператора, позволяет получать высокую воспроизводимость результатов.

Цветной 12 дюймовый дисплей.

Стойку для растворителей.

Дополнительно хроматограф может комплектоваться следующими устройствами.

Автоматизированное устройство подготовки и введения проб

IES-200. Это устройство позволяет использовать ячейки различного объема (100 ячеек, 1800 мкл; 25 ячеек, 7000 мкл; 85 ячеек, 5x7000мкл и 80x1800 мкл; 145 ячеек, 10x1800 мкл и 135x25мкл; 150 ячеек, 250мкл) Диапазон вводимых объемов от 1 до 250 мкл или от 1 до 1500 мкл с шагом 1 мкл. Количество вводов из одной ячейки от 1 до 99. Воспроизведимость объемов вводимых проб находится в пределах от 1,5 до 0,3 % относительных в зависимости от величины объема пробы. Время анализа может быть установлено от 0 до 99,99 мин с шагом 0,1 мин. Время проведения химической реакции может быть установлено в пределах от 0 до 99,99 мин с шагом 0,1 мин. Максимальное рабочее давление крана дозатора 35 МПа.

Контроллер 1022 LC PLUS представляет из себя специализированный компьютер разработанный на базе интегратора PE Nelson. Контроллер предназначен для работы со следующими модулями: бинарный или четырехградиентный насос серии 200; автосampler IES-200; детектор LC-135/235C. С помощью контроллера возможна обработка выходного сигнала и контроль за параметрами работы хроматографа. Контроллер имеет возможность параллельной обработки информации по двум каналам. Возможна обработка хроматографических линий по высотам или по площадям. Контроллер позволяет проводить градуировку хроматографа для линейной, квадратичной или кубической формы выходного сигнала по 10 уровням концентрации. На экране монитора возможно отображение двух хроматограмм в реальном режиме времени, параметров работы хроматографа, результатов обработки хроматограмм. Возможна многократная обработка хроматограмм хранящихся в памяти компьютера. Контроллер позволяет увеличить надежность получаемых результатов и упростить процедуру включения, контроля и управления хроматографом.

Термостат колонок Model 101 LC предназначен для термостатирования трех больших (3/8"х30 см) колонок и крана дозатора или четырех больших колонок. Диапазон температур термостата от 10°C выше температуры окружающей среды до 99°C. Рекомендуемая скорость изменения температуры 8 см²/мин. Стабильность поддержания температуры +/-0,1°C при расходе элюента 2 см²/мин. Время выхода на режим 30 мин при нагреве термостата от комнатной температуры до 99°C. Среднее время охлаждения термостата до температуры на

10°C выше температуры окружающей среды Зонии.

В автоматизированной аналитической системе возможно использование следующих детекторов.

1. Ультрафиолетовый детектор с диодной матрицей LC-235С. С помощью этого детектора можно получать хроматографическую и спектральную информацию без использования внешнего компьютера. Область длин волн 135-365 нм, точность установки длины волны 1 нм, ширина щели 5 нм. Источник света-действиевая лампа. Линейная область от 0 до 1,5 единиц оптической плотности. Число методов в памяти-10 программ. Число спектров-1000, спектральная библиотека-21 спектр.

2. Программируемый двухлучевой ультрафиолетовый фотометр LC-135С. Диапазон длин волн 195-365 нм, точность установки длины волны 1 нм, ширина щели 5 нм. Источник света-действиевая лампа. Линейная область от 0 до 1,5 единиц оптической плотности. Число методов в памяти-10 программ.

3. Программируемый с переменной длиной волны УФ/ВИД двухлучевой детектор LC-295. Диапазон длин волн от 195 до 600 нм, точность установки длины волны 1 нм, ширина щели 7 нм. Источник света-действиевая лампа. Число программ 10.

4. Двухлучевой абсорбционный детектор модель 759А. Диапазон длин волн от 190 до 700 нм, точность установки длины волны 1 нм, ширина щели 5 нм. Источник света-действиевая лампа (190-360 нм) или tungsten лампа (360-700 нм).

5. Двухлучевой программируемый абсорбционный детектор модель 785А. Диапазон длин волн от 190 до 700 нм, точность установки длины волны 1 нм, ширина щели 5 нм. Источник света-действиевая лампа (190-360 нм) или tungsten лампа (360-700 нм). Количество программы детектора-8, количество шагов в программе-32, скорость сканирования от 0,2 до 1,0 нм/сек.

6. Рефрактометрический детектор серии 200. Высокостабильный и чувствительный детектор, имеющий широкое применение в жидкостной хроматографии для соединений, которые не поглощают в УФ области спектра (полимеры, сахара, органические кислоты). Источник света-tungsten. Диапазон коэффициентов преломления от 1,00 до 1,75.

При выполнении анализа реальных объектов погрешность из-

мерения является суммой инструментальной погрешности, погрешности определения компонентов в стандартных образцах, используемых для градуировки и погрешность, обусловленной взаимным влиянием компонентов пробы. Инструментальная погрешность в большинстве случаев значительно меньше погрешности, обусловленной особенностю методики. Поэтому погрешность результатов анализа определяется точностью измерения содержания компонентов в стандартных образцах и погрешностью методики.

Предел обнаружения также может определяться в определенных случаях матрицей пробы, чистотой исходных реагентов и чистотой помещения, где проводится анализ.

Основные технические характеристики.

1. Диапазон температур термостата

колонки: $T_{окн} + 5^{\circ}\text{C} - 60^{\circ}\text{C}$

где $T_{окн}$ — температура окружающей среды.

2. Технические характеристики детекторов:

2.1. Фотометрический детектор модель 753А

диапазон длин волн 190-700 нм,
дрейф $1 \cdot 10^{-4}$ ед. опт.
плотности в час
уровень флуор. шумов $4 \cdot 10^{-3}$ ед. опт.
плотности

2.2. Фотометрический программируемый детектор модель 785А

диапазон длин волн 190-700 нм,
дрейф $1 \cdot 10^{-4}$ ед. опт.
плотности в час
уровень флуор. шумов $2 \cdot 10^{-3}$ ед. опт.
плотности

2.3. Программируемый двухлучевой ультрафиолетовый детектор модель LC-135C

диапазон длин волн 195-365 нм,
дрейф $2 \cdot 10^{-4}$ ед. опт.
плотности в час
уровень флуор. шумов $2 \cdot 10^{-3}$ ед. опт.
плотности

| | |
|--|--|
| 2.4. Программируемый с переменной длиной волны УФ/ВИД | |
| детектор модель LC-235 | |
| диапазон длин волн | 195-600 нм, |
| дрейф | $5 \cdot 10^{-4}$ ед. опт. |
| уровень флуор. шумов | плотности в час $2 \cdot 10^{-9}$ ед. опт. |
| | плотности |
| 2.5. Фотонетрический двухлучевой детектор с диодной матрицей | |
| модель LC-235C | |
| диапазон длин волн | 195-365 нм, |
| дрейф | $2 \cdot 10^{-4}$ ед. опт. |
| уровень флуор. шумов | плотности в час $5 \cdot 10^{-9}$ ед. опт. |
| | плотности |
| 2.6. Рефрактометрический детектор серии 200 | |
| дрейф | $2 \cdot 10^{-7}$ ед. показ. |
| уровень флуор. шумов | преломл. в час $5 \cdot 10^{-9}$ ед. показ. |
| | преломл. в час |
| 3. Масса основного блока: | 72 кг |
| Габариты основного блока: | 724 X 700 X 850 мм |

Знак утверждения типа средства измерений

Знак утверждения типа средства измерений наносится на типовой лист технического паспорта прибора.

Комплектность

1. Инженерный прибор
2. Комплект эксплуатационных документов.
3. Комплект ЗИП.

Проверка

Проверка приборов осуществляется в соответствии с согласованными ВНИИМ именем Д.И. Менделеева методическими указаниями.

Периодичность поверки один раз в год.

Средства поверки:

Для поверки используются ГСО 5377-90 и эталоны сравнения аттестованные ГП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева".

Нормативные документы

Изучены

ГОСТ 12997-84 "ГСП. Общие технические требования".

ГОСТ 26703-85 "Аналитаторы газов и жидкостей хроматографические".

Заключение

Жидкостной хроматограф Integral 4000 соответствует требованиям ГОСТ 26703-85, а также требованиям документации изгото- вителя.

Изготовитель

Фирма "Perkin Elmer" (США).

761 Main Ave., Norwalk, CT 06859-0012 U.S.A.

Тел.: (203) 762-1000; Факс: (203) 762-6000

Начальник лаборатории
ГП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Л. А. Конопелько

Ведущий инженер
ГП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

Г. Н. Котов