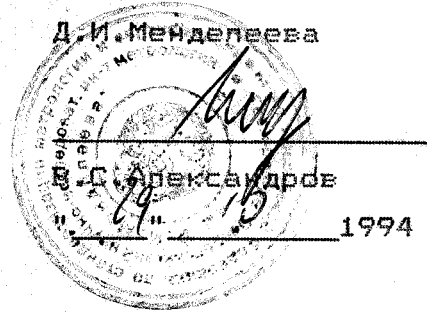


Подлежит публикации  
в открытой печати

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального  
директора ВНИИМ им.

Д. И. Менделеева



1994 г.

### ОПИСАНИЕ

### ТИПА СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО РЕЕСТРА

---

Хроматограф газовый марки  
AutoSystem GC

Внесены в Государст-  
венный реестр средств  
измерений

Регистрационный N

14529-95

Взамен N \_\_\_\_\_

---

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

#### Назначение и область применения.

Хроматограф газовый марки AutoSystem GC предназначен для  
определения состава проб веществ и материалов при аналитичес-  
ком контроле объектов окружающей среды и производственных про-  
цессов, в соответствии с методиками выполнения измерений ат-  
тестованными в установленном порядке.

Описание.

Хроматограф газовый AutoSystem GC представляет из себя многоцелевую автоматизированную систему, обеспечивающую дозировку пробы, измерение, обработку и регистрацию выходной информации.

Система состоит из следующих частей:

- 1) основной блок;
- 2) термодесорбер ATD 400;
- 3) интегратор PE Nelson модель 1022;
- 4) квадрупольный масс-спектрометр Q-Mass 910;
- 5) блок автоматического дозатора равновесного пара HS 40.

В состав основного блока входит термостат колонок, инжекторы, автоматический дозатор жидких проб, детекторы и система контроля и регулирования газовых потоков.

Термостат колонок контролируется микропроцессором, диапазон температур от 30°C до 450°C или от -99°C до 450°C с криогенной системой. Программирование температуры термостата колонок может осуществляться в следующих режимах: имеется три участка линейного программирования и четыре изотермических участка, начальная температура термостата может устанавливаться от -99°C до 450°C с шагом 1°C, время начальной изотермы от 0 до 999 мин (установка с шагом 0,1 мин), скорость программирования от 0,1 до 45°C/мин (установка с шагом 0,1°C/мин), время изотермических участков от 0 до 999 мин (установка с шагом 0,1 мин), конечная температура термостата от -99 до 450°C (установка с шагом 1°C), время нагрева термостата от 50°C до 250°C 2,0 мин, время охлаждения термостата от 250°C до 50°C 5,5 мин.

Одновременно в основной блок может быть установлено не более двух инжекторов. Возможна установка инжекторов для насадочных колонок, для микронасадочных колонок, для широких капилляров (0,53 мм) и для капиллярных колонок (с делителем и без делителя потока газоносителя).

Автоматический дозатор жидких проб располагается на верхней крышке основного блока, управление дозатором осуществляется микропроцессором по программе заданной пользователем. Количество ячеек для проб 82, объем ячеек для проб 2 или 0,25 см<sup>3</sup>, объем вводимых проб от 0 до 0,5 мкл для шприца 0,5 мкл или от

0 до 5,0 мкл для шприца 5,0 мкл. Минимальный объем пробы для ячейки  $0,25 \text{ см}^2$  5 мкл, для ячейки  $2 \text{ см}^2$  350 мкл.

Одновременно в основной блок может быть установлено не более двух детекторов. Имеется возможность установки следующих детекторов: пламенно ионизационных, электронно захватных, детекторов по теплопроводности, фотоионизационных детекторов, детекторов электролитической проводимости и термоионных детекторов.

Система контроля и регулирования газовых потоков позволяет измерять и регулировать расходы газа-носителя и вспомогательных газов для обеспечения работы всех детекторов.

Термодесорбер ATD 400 представляет собой автоматизированный блок для термодесорбции проб сконцентрированных в специальных сорбционных трубках. В качестве сорбента может быть использован тенакс или другой подходящий сорбент. В барабане термодесорбера можно размещать до 50 сорбционных трубок. Размеры сорбционных трубок: длина 90 мм, наружный диаметр 6,35 мм. Сорбционные трубки могут быть изготовлены из стекла, нержавеющей стали или из нержавеющей стали покрытой стеклом.

Термостат для термодесорбции представляет собой алюминиевый блок температура которого может быть установлена в пределах от  $50^\circ \text{C}$  до  $400^\circ \text{C}$ . В термостате имеется шестиходовой обогреваемый кран для переключения потока газа-носителя в охлаждаемую ловушку с целью криогенной фокусировки десорбированной пробы. Кран и соединительные трубопроводы могут быть нагреты до температуры от  $50^\circ \text{C}$  до  $225^\circ \text{C}$ . Соединительные трубопроводы изготовлены из нержавеющей стали со стеклянным внутренним покрытием для снижения каталитических и сорбционных эффектов.

В термодесорбере имеется два делителя потока, до охлаждаемой ловушки и после нее, что позволяет делить газовый поток в соотношении от 1:1 до 100000:1. Деление потока необходимо при наличии больших количеств веществ в отобранных пробах.

Термодесорбер соединен с хроматографом обогреваемой линией из кварцевого капилляра. Температура обогреваемой линии может устанавливаться в диапазоне от  $50^\circ \text{C}$  до  $225^\circ \text{C}$ .

Цифровой интегратор PE Nelson модель 1022 изготовлен на базе компьютера с оперативной памятью 2 мбайт, гибкий диск 3,5

дьюма 1,44 мбайт, жесткий диск 40 мбайт. Распечатка полученных результатов и хроматограмм возможна на различных типах принтеров (матричные, лазерные, струйные и др.). На жестком диске возможно хранение нескольких тысяч результатов анализов. С помощью интегратора возможна обработка выходных сигналов и контроль за параметрами работы хроматографа. Интегратор предназначен для работы с хроматографом AutoSistem GC, автоматическим дозатором жидких проб и HS 40. Интегратор имеет возможность параллельной обработки информации по двум каналам. Возможна обработка хроматографических пиков по площадям и по высотам. Интегратор позволяет проводить градуировку хроматографа для линейной, квадратичной или кубической формы выходного сигнала. 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.

Квадрупольный масс-спектрометр Q-Mass 910 состоит из следующих частей: 1. Настольный масс-спектрометр Q-Mass 910 2. Персональный компьютер с принтером 3. Интерфейс для подсоединения Q-Mass 910 к хроматографу 4. Комплекс программного обеспечения QEMM версия 6.00 или выше, DESQ версия 4.21 или выше, DOS версия 5.0 или выше 5. Библиотека масс спектров NIST/EPA/MSDC.

Q-Mass 910 также содержит: вакуумную систему, состоящую из форвакуумного насоса, турбомолекулярного насоса, турбоконтр-роллера и трубопроводов; ионизационную камеру; квадрупольный масс фильтр; электронный умножитель.

Интерфейс для подсоединения Q-Mass 910 к хроматографу представляет собой обогреваемую газовую линию (кварцевый капилляр), температура газовой линии может устанавливаться от 100° C до 350° C.

Параметры работы Q-Mass 910:

- энергия электронов в ионизационной камере 70 эв
- диапазон масс от 10 до 650 а.е.м.
- скорость сканирования до 2000 а.е.м./с
- разрешающая способность 1 а.е.м. во всем диапазоне массовых чисел
- чувствительность может достигать нескольких пикограмм в

режиме сканирования выбранных ионов

- температура термостата источника ионов может быть установлена до 300° С

- производительность турбомолекулярного насоса 50 дм<sup>3</sup>/с (насос может откачивать поток гелия до 1 см<sup>3</sup>/мин)

Автоматический дозатор равновесного пара NS-40 состоит из карусели-устройства для хранения и подачи в дозатор флаконов с пробями; термостата для термостатирования флаконов с пробями; дозатора; газовой обогреваемой линии для соединения с хроматографом.

В карусели можно разместить до 40 флаконов с пробями при температуре окружающей среды. Флакон представляет из себя стеклянный сосуд с крышкой в которой размещена силиконовая мембрана. Крышка присоединяется к флакону методом закатки. Объем флакона 22 см<sup>3</sup>, максимальный объем жидкой пробы во флаконе 15 см<sup>3</sup>.

В термостате одновременно может находиться до 13 флаконов с пробями. Температура термостата регулируется в пределах от 35°С до 150°С с шагом 1°С. Точность поддержания температуры не хуже +/-1°С.

Ввод проб осуществляется методом пневматического дозирования (во флаконе создается избыточное давление газа-носителя равное давлению на входе в колонку, после кратковременного снижения давления газа-носителя порция дозируемой паро-газовой смеси вводится в колонку хроматографа).

Температура иглы дозатора регулируется в пределах от 35°С до 180°С с шагом 1°С. Температура газовой линии для соединения дозатора с хроматографом может устанавливаться в пределах от 35°С до 180°С с шагом 1°С.

По заданной программе автоматически контролируются следующие параметры: время хроматографического анализа, время термостатирования проб, температура термостатирования проб, время поддержания повышенного давления во флаконе, время ввода пробы, температура газовой линии для соединения с хроматографом, температура иглы дозатора, индикация последней пробы. Контроль и управление дозатором возможно так же от внешних устройств (интегратора, компьютера).

При выполнении анализа реальных объектов погрешность из-

мерения является суммой инструментальной погрешности, погрешности определения компонентов в стандартных образцах, используемых для градуировки и погрешностью, обусловленной взаимным влиянием компонентов пробы. Инструментальная погрешность в большинстве случаев значительно меньше погрешности, обусловленной особенностью 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 реактивов и чистотой помещения, где проводится анализ.

#### Основные технические характеристики.

1. Диапазон температур термостата колонок:	30°C - 450°C -99°C - 450°C (с криогенным устройством)
2. Пределы детектирования:	
Термокондуктометрический детектор (ТКД):	1·10 <sup>-4</sup> % объемн. (по нонану)
Пламенно-ионизационный детектор (ПИД):	3·10 <sup>-12</sup> г/с (по додекану)
Электронно-захватный детектор (ЭЗД):	5·10 <sup>-11</sup> г. (по пиндану)
Термо-ионный детектор (ТИД):	5·10 <sup>-13</sup> г/с (по азоту) 5·10 <sup>-14</sup> г/с (по фосфору)
Детектор электролитической проводимости (ЭПД):	5·10 <sup>-13</sup> (по хлору)
Фотоионизационный детектор (ФИД):	1·10 <sup>-12</sup> г (по бензолу)

Масспектральный детектор

Q-Mass 910 (МСД):

соотношение сигнал-шум  
200:1 для  $1 \cdot 10^{-12}$  г  
(гексахлорбензол по пику  
с массой 284 а.е.м.)

3. СКО выходных сигналов детекторов:

ТКД, ЭЗД, ЭПД	2%
ПИД, ТИД, ФИД,	1%
МСД	10%

4. Дрейф и уровень флуктуационных шумов:

ТКД	дрейф 1,0% от рабочей шкалы, ф.ш. 0,125 мв
ПИД	дрейф 1,0% от рабочей шкалы, ф.ш. $1 \cdot 10^{-14}$ а
ЭЗД	дрейф 1,0% от рабочей шкалы, ф.ш. $4 \cdot 10^{-14}$ а
ТИД	дрейф 1,0% от рабочей шкалы, ф.ш. $1,5 \cdot 10^{-14}$ а
ЭПД	дрейф 1,0% от рабочей шкалы, ф.ш. 0,64 мв
ФИД	дрейф 1,0% от рабочей шкалы, ф.ш. $2 \cdot 10^{-14}$ а

5. Изменение выходного сигнала  
хроматографа за 8 часов непрерывной  
работы:

ТКД	3,0% от рабочей шкалы
ПИД	3,0% от рабочей шкалы
ЭЗД	3,0% от рабочей шкалы
ТИД	3,0% от рабочей шкалы
ЭПД	3,0% от рабочей шкалы
ФИД	3,0% от рабочей шкалы

6. Диапазоны входных сигналов  
цифрового интегратора FE Nelson  
модель 1022

10 мв - 1 В,  
100 мв - 10 В

7. Габаритные размеры и масса:

Масса основного блока:

49 кг

Габариты основного блока:

660 x 640 x 480 мм

В. Потребляемая мощность: 2000 Вт

Знак утверждения типа средства измерений

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

Комплектность

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

Поверка

Поверка приборов осуществляется в соответствии с согласованными ВНИИМ им. Д.И.Менделеева методическими указаниями.

Периодичность поверки один раз в год.

Средства поверки:

Для поверки используются ПГС ТУ 6-16-2956-92, источники микропотока ХД 1.456.092-324 и эталоны сравнения ГП "ВНИИМ им. Д.И.Менделеева".

Нормативные документы

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

ГОСТ Р 50205-92 "Хроматографы аналитические, газовые. Общие технические требования и методы испытания".



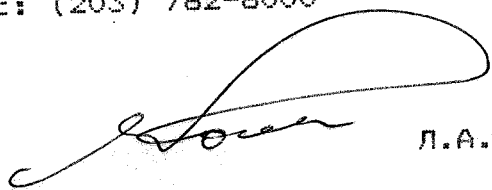
Заключение

Газовый хроматограф AutoSystem GC соответствуют требованиям ГОСТ Р 50205-92, а также требованиям документации изготовителя.

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