

ООО «ХРОМОС»



Комплекс хроматографический газовый "Хромос ГХ-1000"

Руководство по эксплуатации

ХАС 2.320.003 СБ РЭ



Дзержинск, 2013г.

Содержание:

ВВЕДЕНИЕ	3
1 НАЗНАЧЕНИЕ	4
2 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	5
3 КОМПЛЕКТНОСТЬ	9
4 УСТРОЙСТВО ХРОМАТОГРАФА	11
4.1 Расположение функциональных узлов.....	12
4.2 Панель управления газового хроматографа.....	15
4.3 Регуляторы газовых потоков	16
4.4 Фильтры.....	17
5 ИСПАРИТЕЛИ.....	17
5.1 Типы испарителей.....	17
5.2 Испаритель насадочный	17
5.2.1 Конструкция испарителя	17
5.3 Испаритель капиллярный	18
5.3.1 Конструкция испарителя	18
5.4 Лайнеры для испарителей	19
5.4.1 Установка лайнера	19
6 ДЕТЕКТОРЫ.....	19
7 ГАЗОВЫЕ КРАНЫ.....	21
8 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА.....	22
9 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ	23
9.1 Меры безопасности.....	23
9.2 Подготовка к установке	24
9.2.1 Требования к помещению	24
9.2.2 Требования к размещению хроматографа	25
9.2.4 Требования к газам	26
9.2.5 Требования к газовым линиям	26
9.3 Установка хроматографа	27
9.3.1 Общие положения	27
9.3.2 Распаковка и проверка комплектности	27
9.3.3 Монтаж газовых линий	28
9.4 Подготовка к работе.....	29
9.4.1 Подключение насадочных колонок	29
9.4.1.1 Подключение равноплечей колонки	29
9.4.1.2 Подключение разноплечей колонки	29
9.4.2 Работа с капиллярными колонками	30
9.4.2.2 Подключение разноплечей насадочной колонки к капиллярному испарителю	31
9.4.2.3 Подготовка капиллярного испарителя для работы с насадочной колонкой.....	31
9.4.2.4 Подключение капиллярной колонки к детектору.....	32
9.5 Работа с хроматографом.....	34
10 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ	35
10.1 Общие указания.....	35
10.3 Техническое обслуживание.....	36
Приложение 1	39
Приложение 2	40
ПРИЛОЖЕНИЕ А. МЕТОДИКА ПОВЕРКИ.....	41
Приложение 3.....	61
Приложение 4.....	78

Введение

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для лиц, работающих с комплексом хроматографическим газовым «Хромос ГХ-1000», (далее – хроматограф) и обслуживающим его, и служит для ознакомления с устройством хроматографа и его составных частей, обеспечения правильной эксплуатации хроматографа и поддержания его в рабочем состоянии.

Сведения об устройстве и принципе действия хроматографа ориентированы на специалистов, знакомых с теоретическими основами газовой хроматографии и с принципами построения газовых хроматографов.

Допускаются отдельные не принципиальные изменения конструкции, схем и программного обеспечения, не ухудшающие параметры хроматографа.

Пример записи обозначения хроматографа при заказе:

**Комплекс хроматографический газовый «Хромос ГХ-1000»,
ТУ 4215-003-68706237-13 с изм.1,2**

1 Назначение

Хроматограф предназначен для качественного и количественного анализа органических и неорганических газообразных, жидких и некоторых твердых проб, различных объектов природного и промышленного происхождения.

Хроматограф обеспечивает разделение и детектирование проб газа и жидкости, вводимых в хроматограф различными устройствами ввода пробы (испаритель, кран-дозатор, термодесорбер, дозатор равновесного пара, дозатор сжиженных газов) и другими устройствами.

На хроматограф распространяется действие ГОСТ 26703-93, группа - лабораторные стационарные хроматографы (ЛСХ).

Климатическое исполнение хроматографа: УХЛ категории 4.2 по ГОСТ 15150-69.

Хроматограф по устойчивости к механическим воздействиям относится к группе L3 изделий ГСП по ГОСТ Р 52931-2008.

По способу и степени защиты от поражения электрическим током к классу к классу 1 по ГОСТ 12.2.091-2002.

По режиму применения хроматограф относится к изделиям многократного циклического действия.

Средний срок службы хроматографа до предельного состояния – не менее 8 лет при средней интенсивности эксплуатации 8 часов в сутки.

Область применения хроматографа:

- технологический контроль в химической, нефтехимической, газовой, пищевой и других отраслях промышленности;
- контроль загрязнения объектов окружающей среды (воздух, вода, почва) и выбросов промышленных предприятий;
- контроль качества и сертификация пищевых продуктов;
- научные исследования.

Поверка хроматографа выполняется в соответствии с методикой поверки (Приложение А настоящего Руководства по эксплуатации).

Для работы на хроматографе допускается оператор, прошедший соответствующее обучение и имеющий опыт работы.

2 Технические и метрологические характеристики

Метрологические характеристики представлены в таблице 1

Таблица 1 - Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала (площади) в изотермическом режиме, %.

Детектор	Дозирование газовым краном	Дозирование жидкости через испаритель	
		Насадочная колонка	Капиллярная колонка
ПИД	1	2	4
ПИД повышенной чувствительности	1	2	4
ДТП проточный	1	2	-
ДТП проточный, повышенной чувствительности	1	2	-
ДТП полудиффузионный	1	-	-
ДТП микрообъемный	1	-	-
ДТП микрообъемный «Valco»	1	-	-
ТИД	-	4	4
ЭЗД	-	4	4
ПФД-S	3	5	5
ФИД (лампа КрРВ)	-	4	4
ПРД	1	-	-
ТХД	2	-	-

Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения времени удерживания при дозировании в изотермическом режиме для всех детекторов, %

1

Таблица 2 - Предел допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала (площадей) от первоначального значения за 48 ч непрерывной работы, %

ПИД, ДТП, ПРД	±5
ТИД, ЭЗД, ФИД, ПФД-S, ТХД	±10

Технические характеристики хроматографа представлены в таблицах 3-5.

Таблица 3- Технические характеристики

Параметры	Значение
Габариты хроматографа (без дополнительных устройств и упаковки): (ширина, глубина, высота), мм, не более:	390 x 500 x 480 – 2-х канальный 390 x 570 x 480 – 3-х канальный

Масса хроматографа (без дополнительных устройств и упаковки), не более:	42 кг
Электрическое питание	Сеть переменного тока 220В, 50Гц
Потребляемая мощность, в зависимости от комплектации и режима) ВА	При выходе на режим - до 2500; в установившемся режиме до 900,
Термостат колонок: внутренние габариты (ширина, высота, глубина), мм	260x260x210 - 2-х канальный вариант 260x260x280 - 3-х канальный вариант
Электронные регуляторы расхода и давления:	
- количество, шт	до 16
-входное давление газа-носителя, МПа	от 0,1 до 0,5 (с возможностью увеличения до 1,0)
- входное давление для водорода и воздуха, МПа	от 0,05 до 0,5
Диапазон регулирования расходов: для газов-носителей: - азот, аргон, воздух, см ³ /мин - гелий, см ³ /мин для вспомогательных газов: - водород, см ³ /мин; - воздух, см ³ /мин.	от 1 до 200 от 1 до 1000 от 1 до 1000 от 10 до 800
Дискретность задания расхода газа, см ³ /мин. Дискретность задания давления газа, кгс/см ²	0,01 0,001
Термостатируемые зоны:	
Количество термостатируемых зон, шт	до 13
Названия зон	Температуры зон, °С:
- температура термостата колонок, °С - при использовании блока охлаждения термостата колонок, °С	от (Т _{окр} +3) до плюс 450 от минус 20 до плюс 450
- температура термостатируемых зон, °С	от (Т _{окр} +4) до плюс 450
Испарители	до 450
Кран	до 330
Метанатор	до 400
Максимальная температура детекторов, °С:	
- ПИД	450
- ПФД-S	300
- ЭЗД	360

- ДТП	370
- ТХД	100
- ФИД	300
- ТИД	400
- ПРД	300
Дискретность задания температур во всех зонах, °С.	0,01
Отклонение среднего установившегося значения температуры термостатов от заданного значения, %	±0,15
Максимальная скорость программирования температуры в термостате колонок, °С/мин*	
от 50 до 110°С	125
от 110 до 200°С	75
от 200 до 400°С	35
Дискретность задания скорости программирования, °С	0,01
Детекторы, испарители, переключающие краны	
- количество типов детекторов, шт.	12
- количество детекторов, устанавливаемых в прибор, шт.	до 4-х
- количество испарителей, в том числе капиллярных, шт.	до 3-х
- количество автоматических переключающих кранов, устанавливаемых в прибор, шт.	до 8
Обмен данными между ПК и хроматографом	Цифровая, по шине RS232, USB, Ethernet

* Для термостатов объемом 5,3л

Время выхода хроматографа на режим – не более двух часов.

Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала с детекторами не более значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 - Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала с детекторами

Детектор	Уровень шума	Уровень дрейфа
ПИД	$1,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ПИД повышенной чувствительности	$1,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ДТП проточный (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП проточный (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч

ДТП проточный, повышенной чувствительности (г-н гелий)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП проточный, повышенной чувствительности (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП полудиффузионный	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП микрообъемный (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП микрообъемный (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП микрообъемный «Valco»	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ТИД	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$1,0 \cdot 10^{-12}$ А/ч
ЭЗД	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ПФД-S	$2,6 \cdot 10^{-12}$ А	$1,0 \cdot 10^{-11}$ А/ч
ФИД (лампа КрРВ)	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-12}$ А/ч
ПРД	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В	$1,0 \cdot 10^{-2}$ В/ч
ТХД	$1,0 \cdot 10^{-6}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч

Пределы детектирования детекторов представлены в таблице 5

Таблица 5- Пределы детектирования детекторов

ПИД, по гептану или пропану, гС/с	$1,3 \cdot 10^{-12}$
ПИД, повышенной чувствительности по гептану или пропану, гС/с	$1,1 \cdot 10^{-12}$
ДТП проточный, по гептану или пропану, г/см ³ (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, по водороду, г/см ³ (г-н аргон)	$1,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по гептану или пропану, г/см ³ (г-н гелий)	$3,5 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по водороду, г/см ³ (г-н аргон)	$8,0 \cdot 10^{-11}$
ДТП полудиффузионный, по водороду, г/см ³ (г-н аргон)	$8,0 \cdot 10^{-11}$
ДТП микрообъемный, по гептану или пропану, г/см ³ (г-н гелий)	$1,0 \cdot 10^{-9}$
ДТП микрообъемный, по водороду, г/см ³ (г-н аргон)	$7,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП микрообъемный «Valco», по гептану или пропану, г/см ³ (г-н гелий)	$5,0 \cdot 10^{-9}$
ТИД, по фосфору в метафосе с ацетоном, гР/с	$1,8 \cdot 10^{-14}$
ЭЗД, по линдану в гексане, г/с	$1,7 \cdot 10^{-14}$
ПФД-S, по сере в метафосе, гS/с	$1,0 \cdot 10^{-12}$
ПФД-S, по сероводороду в азоте, г/с	$1,0 \cdot 10^{-13}$

ПФД-S, по сероводороду в метане, г/с	$8,0 \cdot 10^{-13}$
ФИД (лампа КрРВ), по бензолу, г/с	$2,0 \cdot 10^{-13}$
ПРД, по метану в гелии, г/с	$2,2 \cdot 10^{-13}$
ТХД, по водороду, г/см ³	$5,0 \cdot 10^{-10}$

3 Комплектность

Комплектация (состав) хроматографа определяется заказчиком, исходя из аналитической задачи. Приборы могут выпускаться с любыми сочетаниями детекторов (до 4-х детекторов) и других дополнительных устройств.

По согласованию с заказчиком хроматограф поставляется в комплекте с хроматографическими колонками или без них, компьютером или без него, с системой газового питания (баллоны, редукторы, генератор водорода, компрессор) или без нее.

Комплект поставки содержит изделия и документы, приведенные в таблице 6.

Таблица 6-Комплектность

Наименование	Количество	Примечание
Хроматограф газовый «Хромос ГХ-1000»	1	
<p>Эксплуатационная документация: Комплекс хроматографический газовый «Хромос ГХ-1000». Паспорт ХАС 2.320.003 СБ ПС Комплекс хроматографический газовый «Хромос ГХ-1000». Руководство по эксплуатации ХАС 2.320.003 СБ РЭ Руководство пользователя программой «Хромос»</p>	1	Комплект
Комплект ЗИП	1	Комплект
<p>Сменные части хроматографа: Детекторы Детекторы: Детектор ПИД Детектор ПИД повышенной чувствительности Детектор ДТП проточный Детектор ДТП проточный, повышенной чувствительности Детектор ДТП полудиффузионный Детектор ДТП микрообъемный Детектор ДТП микрообъемный «Valco» Детектор ТИД Детектор ЭЗД Детектор ПФД-S Детектор ФИД Детектор ТХД Детектор ПРД</p>		По заказу

<p style="text-align: center;">Испарители</p> <p>Испаритель насадочный Испаритель капиллярный</p> <p style="text-align: center;">Газовые краны</p> <p>Кран 4-х портовый газовый Кран 6-ти портовый газовый Кран 8-ми портовый газовый Кран 10-ти портовый газовый Кран 14-ти портовый газовый</p> <p style="text-align: center;">Переключающие клапаны</p> <p>Пневмоклапан электромагнитный Пневмоклапан механический</p>		
<p style="text-align: center;">Дополнительные устройства:</p> <p>Метанатор Термодесорбер стационарный (ТД) Термодесорбер съемный (ТДС) Дозатор равновесного пара (ДРП) Устройство дозирования сжиженных газов (УДСГ) Устройство для анализа трансформаторного масла Устройство для достижения равновесия Блок охлаждения термостата колонок Аппаратно-программный модуль «Хромос АПМ-2М» Дозатор автоматический жидкостный Дозатор автоматический парофазный Дозатор автоматический, с функцией дозирования жидкости, равновесного пара и твердофазной экстракции Дроссель механический Индикатор расхода газа Регулятор расхода газа механический Стабилизатор давления механический Устройство для подогрева баллонов Трубопровод обогреваемый Устройство запорное Устройство для разгазирования Термостаты дополнительные Фильтры дополнительной очистки газов Блок фильтров выносной Пробоотборники Колонки насадочные стеклянные Колонки насадочные металлические Колонки капиллярные Газовая арматура в комплекте</p>		По заказу
Программное обеспечение «Хромос»	1	на компакт-диске
Упаковка	1	

Примечание:

Совместно с хроматографом, при наличии в его составе детектора ЭЗД, поставляется паспорт на установленные в нем источник радионуклидного излучения.

4 Устройство хроматографа

Хроматограф выполнен в виде моноблока и содержит следующие основные составные части:

- термостат колонок;
- устройства ввода пробы (испарители, краны-дозаторы), обеспечивающие дозирование пробы в хроматографическую колонку. Хроматограф может содержать несколько испарителей или других дозирующих устройств;
- дополнительные устройства: термодесорбер с печью активации, метанатор, дозатор равновесного пара, дозатор сжиженного газа, переключающие краны, пневматические клапаны и другие устройства;
- детекторы для регистрации определяемых компонентов, выходящих из колонки;
- источник питания (трансформатор), обеспечивающий необходимыми питающими напряжениями составные части хроматографа;
- центральная плата управления (далее ЦПУ), обеспечивающая:
 - связь хроматографа через программное обеспечение с персональным компьютером (ПК);
 - управление системами автоматического регулирования температуры в термостатируемых зонах: термостатах колонок, детекторов, испарителей, кранов и других устройств;
 - управление регуляторами расхода и давления газов, усилителями и другими дополнительными устройствами;
 - контроль исправности устройств хроматографа;
- усилитель ПИД, обеспечивающий усиление и преобразование в цифровую форму сигналов детекторов ПИД; ПФД-S; ТИД; ФИД;
- усилитель ЭЗД, обеспечивающий задание рабочего тока, усиление сигнала детектора ЭЗД и преобразование в цифровую форму;
- усилитель ДТП, обеспечивающий задание рабочего тока ДТП, ТХД, защиту чувствительных элементов, усиление и преобразование в цифровую форму сигналов детекторов;
- электронные регуляторы потоков газа-носителя (РГП), водорода и воздуха, обеспечивающие формирование расходов и давлений газов и их измерение;
- платы управления автоматическими кранами и дополнительными зонами нагрева;
- платы управления электропневмоклапанами;
- платы питания детекторов;
- газовые фильтры для очистки газов, питающих хроматограф;
- панель управления (ПУ), обеспечивающая вывод информации о параметрах работы хроматографа, запуск и остановку анализа.

Соединение хроматографа с внешними устройствами осуществляется с помощью кабелей и трубопроводов, входящих в комплект ЗИП.

Управление работой хроматографа, обработка и вывод результатов анализа, диагностика хроматографа производится с помощью персонального компьютера с установленным программным обеспечением «Хромос».

Принтер обеспечивает документирование результатов анализа. С одним ПК могут одновременно работать несколько хроматографов (в зависимости от количества RS232; USB; Ethernet портов ПК).

Описание программного обеспечения и работа хроматографа под управлением ПО приведены в Руководстве пользователя Хромос «Программа сбора и обработки хроматографических данных».

4.1 Расположение функциональных узлов

Хроматограф конструктивно представляет собой настольный прибор, состоящий из функциональных узлов, размещенных в металлическом корпусе. На рисунках 4.1.1, 4.1.2, 4.1.3 представлен вид спереди и сзади хроматографа.

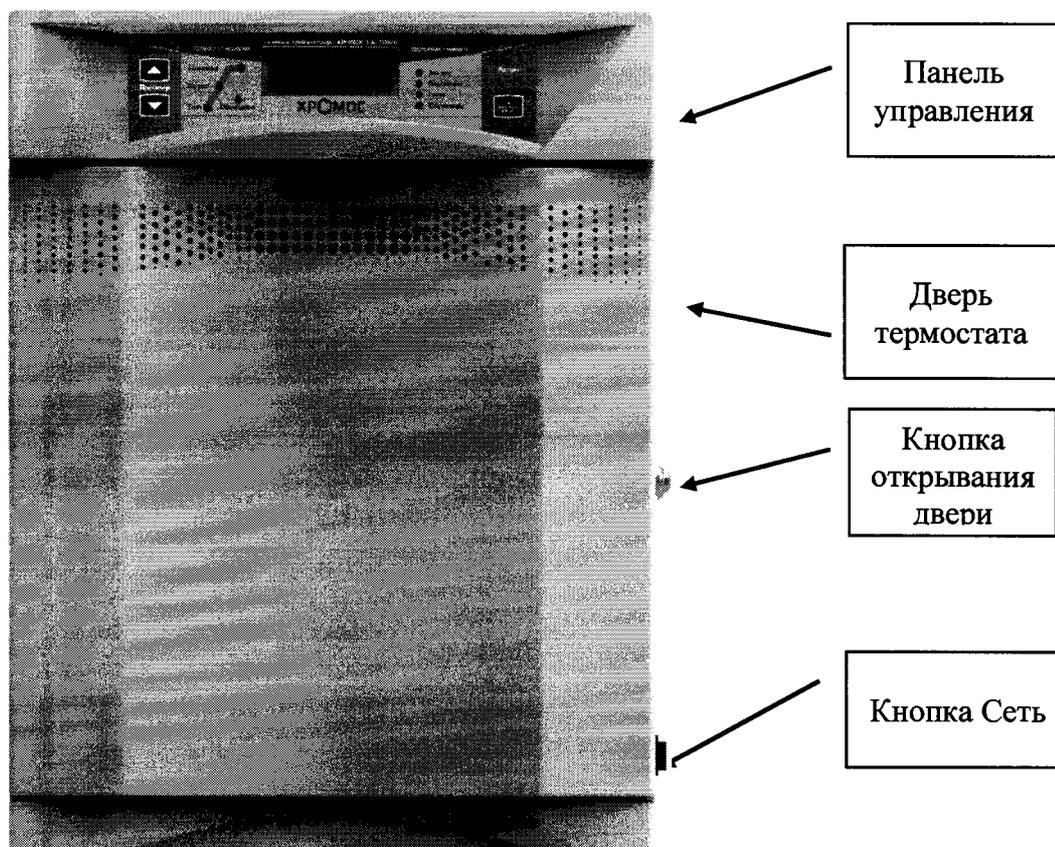


Рисунок 4.1.1 – Хроматограф, вид спереди (закрытая дверца)

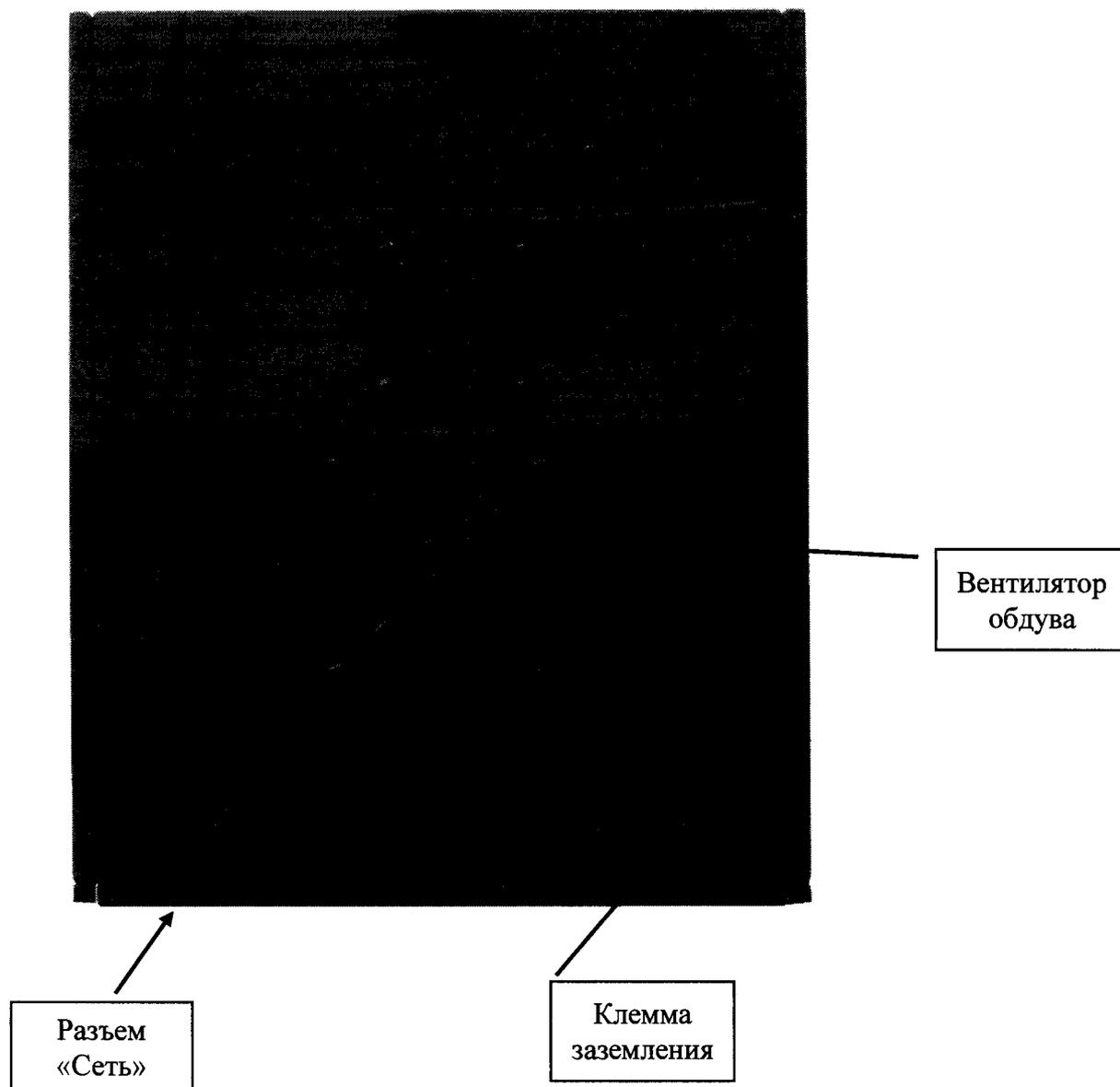
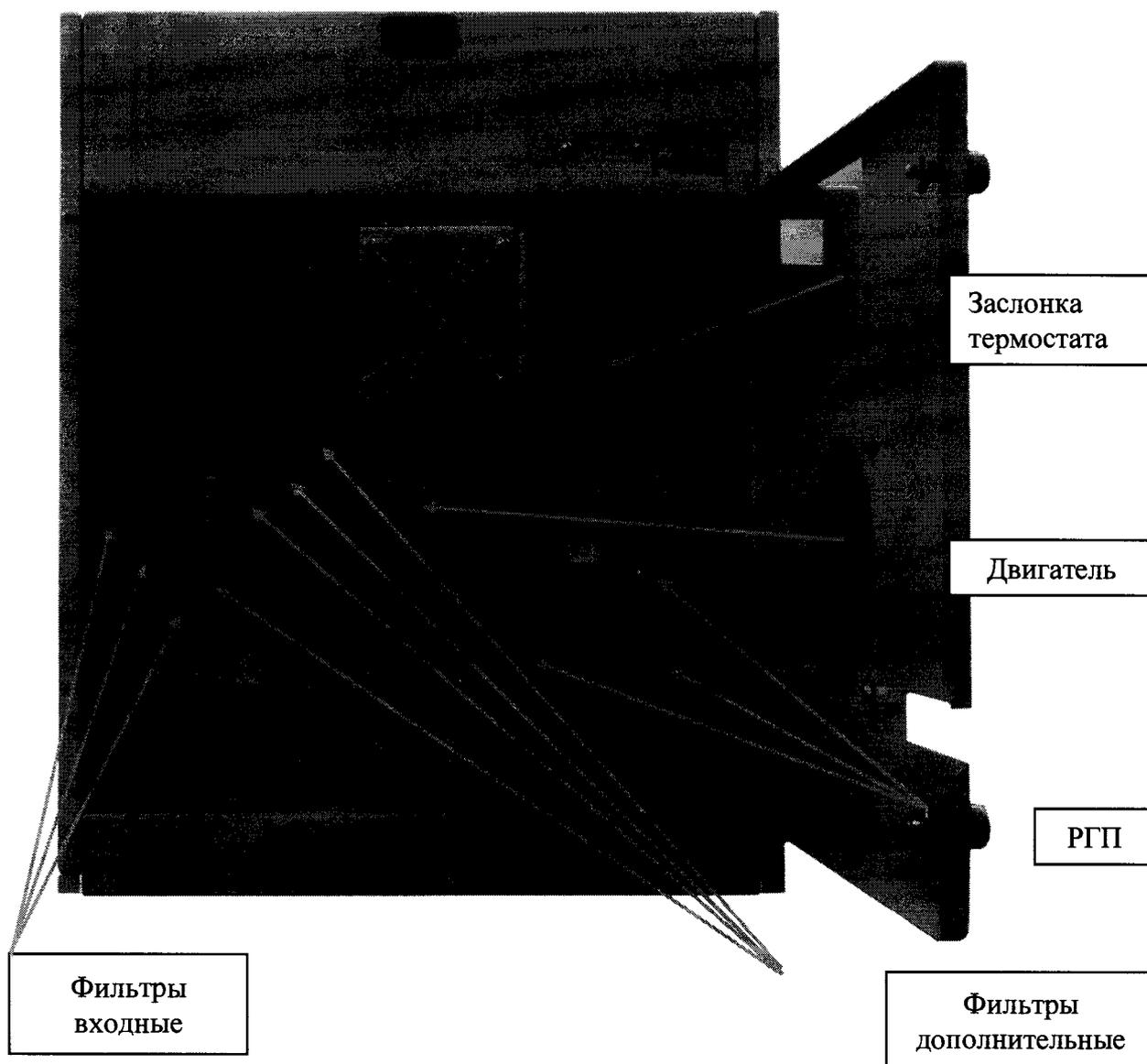


Рисунок 4.1.2 – Хроматограф, вид сзади закрытая дверца

Рисунок 4.1.3 – Хроматограф, вид сзади открытая дверца



Корпус хроматографа имеет четыре отсека: передний, передний верхний, задний верхний, задний нижний.

Под крышкой в переднем верхнем отсеке расположены детекторы, испарители и дополнительные устройства (краны, метанатор, термодесорбер). Для доступа к ним необходимо открыть верхнюю крышку.

В переднем отсеке расположен термостат колонок. Дверца термостата открывается кнопкой.

В заднем верхнем отсеке установлены платы усилителей детекторов и плата ЦПУ с разъемом RS232 для связи с компьютером.

Для доступа к заднему верхнему отсеку открывают заднюю верхнюю крышку. На период гарантии эта крышка пломбируется.

В заднем нижнем отсеке расположены: трансформатор питания, платы питания детекторов, платы управления кранами и дополнительными зонами, регуляторы газовых

потоков, приводы заслонок термостата колонок, электродвигатель привода крыльчатки (двигатель переменного тока, мощность 25 Вт, 230 В/50Гц, 1 фазный (кат № 80УУ25-2), вентилятор для вдува холодного воздуха в термостат с целью быстрого охлаждения, входные газовые фильтры со штуцерами для подключения к газовым магистралям, дополнительные фильтры. Для доступа к ним открывают заднюю дверку.

На задней дверке расположен вентилятор для обдува электронных блоков и пространства между термостатом и внешними стенками хроматографа и кожух отвода тепла.

Внизу на задней стенке хроматографа расположены: разъем подключения к сети 220 В, клемма заземления, предохранители.

Над дверцей термостата хроматографа расположена панель управления, предназначенная для управления режимом начала и конца анализа, отображения параметров и режимов анализа, вывода информации о состоянии объектов газового хроматографа в реальном режиме времени.

4.2 Панель управления газового хроматографа

На рисунке 4.2.1 показан вид панели управления.

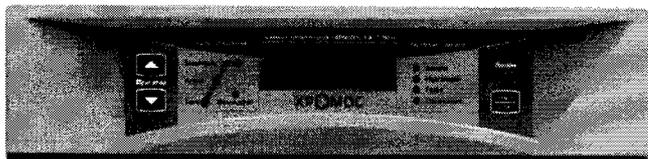


Рисунок 4.2.1 – Панель управления

Панель управления (ПУ) выполняет следующие функции:

- индикация состояния хроматографа;
- контроль времени анализа;
- контроль температурной программы термостата колонок;
- контроль температур термостатов;
- контроль регуляторов газовых потоков;
- контроль выходных сигналов детекторов;
- контроль напряжения сети;
- запуск и остановка анализа.

На панели управления расположены: кнопки прокрутки «Вверх», «Вниз», четырёхстрочный дисплей, световые индикаторы, отражающие состояние хроматографа, кнопки **Старт/Стоп** .

С помощью кнопок прокрутки «Вверх», «Вниз» на 4-х строчном дисплее осуществляется вывод параметров режима хроматографа для визуального контроля.

С помощью кнопок «Старт/Стоп» осуществляется запуск и остановка анализа выбранного рабочего канала.

Индикатор **Авария** красного цвета отображает состояние хроматографа, при котором невозможна нормальная эксплуатация хроматографа.

Индикатор **Готов** зеленого цвета отображает состояние хроматографа, при котором все измеренные параметры соответствуют заданным. Когда идет анализ по одному из каналов и есть не запущенные каналы, индикатор **Готов** мигает.

Индикатор **Подготовка** жёлтого цвета отображает одноименный этап работы хроматографа, при этом, хотя бы один из заданных параметров (температуры нагреваемых зон, расходов газов) не соответствует измеренному значению.

Индикатор **Анализ** зеленого цвета отображает состояние проведения хроматографического анализа.

Индикаторы **Тнач., Нагрев, Ткон.** зеленого цвета отображают соответствующий этап температурной программы хроматографического анализа.

4.3 Регуляторы газовых потоков

Применяются два типа регуляторов газовых потоков **РГП-ГН** и **РГП-ВВ** (далее регуляторы). Регулятор выполнен в виде модуля, в котором размещаются два канала регулирования потока, содержит электромагнитные клапана, датчики расхода газа и датчики входного и выходного давления газа.

Регуляторы **РГП-ГН** устанавливаются в хроматографе по линиям газа-носителя и вспомогательных газов. Все регуляторы **РГП-ГН** в хроматографе универсальные и взаимозаменяемые. Модификация регулятора газовых потоков **РГП-ГН** с выносным датчиком выходного давления обозначается **РГП-ГН-Д** позволяет поддерживать постоянное давление непосредственно в объекте регулирования.

В качестве газа-носителя могут использоваться азот, гелий, аргон, водород, воздух. Регуляторы газовых потоков **РГП-ГН** поддерживают следующие режимы:

1. постоянного расхода;
2. постоянного давления;
3. программируемого расхода;
4. программируемого давления;
5. постоянной линейной скорости газа через капиллярную колонку;
6. программируемой линейной скорости газа через капиллярную колонку;
7. экономии газа.

Диапазон регулирования расходов **РГП-ГН**:

- от 1 до 200 см³/мин (азот, аргон),
- от 1 до 1000 см³/мин (гелий).

Регуляторы **РГП-ВВ** используются для питания пламенных детекторов водородом и воздухом, и поддерживают постоянный расход газов. В модуле **РГП-ВВ** размещается линия регулирования расхода водорода, и линия регулирования расхода воздуха.

Диапазон регулирования расходов **РГП-ВВ**:

- водорода – от 1 до 1000 см³/мин,
- воздуха – от 10 до 800 см³/мин.

Оптимальное напряжение на клапане регулятора 3,5-7В.

ВНИМАНИЕ!

Запрещается использовать для питания хроматографа газы с высоким содержанием влаги. В этом случае возможен выход РГП из строя.

4.4 Фильтры

В хроматографе используются фильтры различных типов для дополнительной очистки газов. Их количество зависит от аналитической задачи.

Для очистки газов на входе в хроматограф применяется входной фильтр ХАС 5.865.001. Фильтры по линиям газа-носителя, воздуха и водорода заполнены цеолитом марки СаА, фракции (1-2) мм. Слой сорбента в фильтре удерживается тампоном из медицинской ваты.

Фильтр ХАС 5.865.002 используется в газовых линиях внутри хроматографа для дополнительной очистки газов после РГП и защиты РГП от загрязнения анализируемой пробой в линии сброса пробы при работе с капиллярной колонкой. Сорбент - цеолит марки СаА, фракция (0,2-0,4) мм.

Во входном и выходном штуцерах фильтров установлены мембраны из пористой нержавеющей стали (ФНС), задерживающие пыль.

Уплотнение входных штуцеров фильтра обеспечивается резиновым кольцом.

5 Испарители

Испаритель предназначен для ввода в хроматографическую колонку жидких проб с помощью микрошприца и газовых проб с помощью газоплотного шприца.

5.1 Типы испарителей

В хроматографе используется два типа испарителей:

– насадочный, для работы с насадочными (набивными) колонками.

Применяется при работе с равноплечими (с концами одинаковой длины) и разноплечими колонками

– капиллярный, для работы с капиллярными колонками и разноплечими насадочными колонками.

5.2 Испаритель насадочный

5.2.1 Конструкция испарителя

Конструкция испарителя насадочного представлена на рисунке 5.2.1.

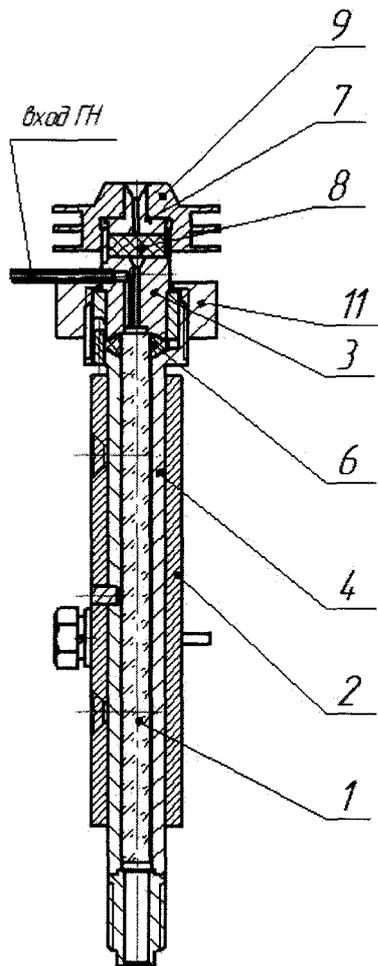


Рисунок 5.2.1 – Испаритель насадочный

1- лайнер ХАС 7.352.001СБ, 2-пластины испарителя ХАС 6.110.089СБ,
 3- штуцер ХАС 6.454.001-05СБ, 4-корпус испарителя ХАС 6.110.009СБ,
 6- конусное уплотнение лайнера ХАС 8.930.013, 7- направляющая шприца ХАС
 8.223.053, 8-мембрана ХАС 8.683.004, 9-гайка-радиатор ХАС 8.930.003-07, 11-гайка
 штуцера ХАС 8.930.002-04.

5.3 Испаритель капиллярный

5.3.1 Конструкция испарителя

Конструкция испарителя для работы с капиллярной колонкой представлена на рисунке 5.3.1

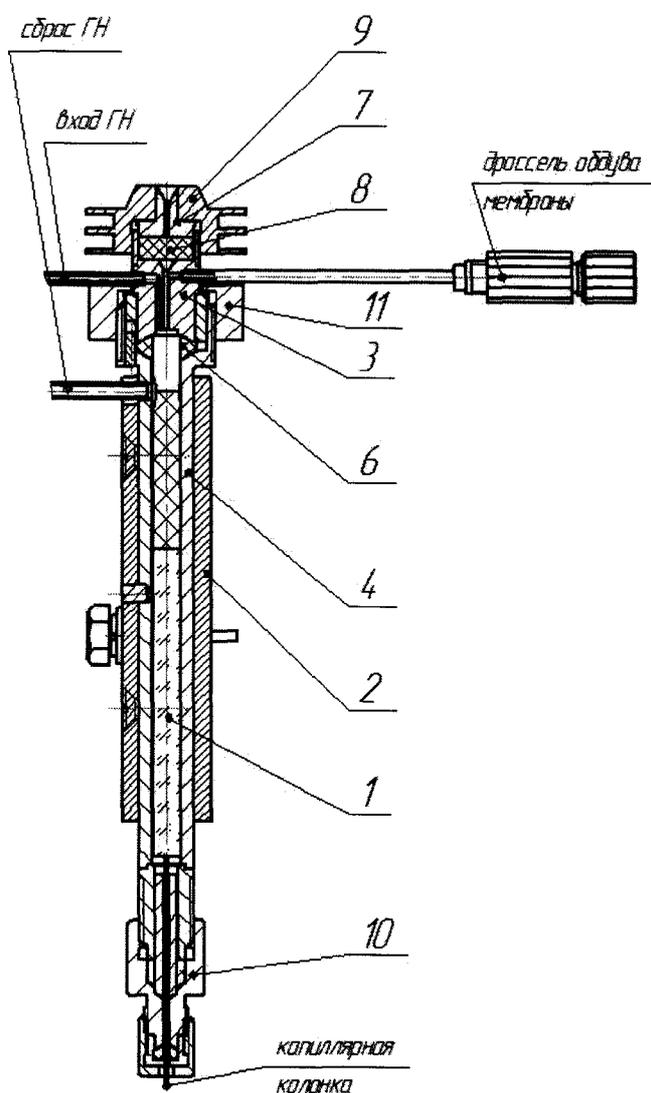


Рисунок 5.3.1 -Испаритель капиллярный

1- лайнер ХАС 7.352.010СБ, 2 - пластины испарителя ХАС 6.110.089СБ,
 3- штуцер ХАС 6.454.002-06СБ, 4 - корпус испарителя ХАС 6.110.010СБ,
 6 - конусное уплотнение лайнера ХАС 8.930.013, 7- направляющая шприца ХАС
 8.223.053, 8-мембрана ХАС 8.683.004, 9-гайка-радиатор ХАС.930.003- 07, 10 - крепление
 капиллярной колонки ХАС 6.150.002-01СБ,
 11-гайка штуцера ХАС 8.930.002-04.

5.4 Лайнеры для испарителей

Лайнер является камерой испарения, в которой происходит процесс перехода жидкой пробы в газообразное состояние.

Лайнер представляет собой трубку из стекла с наружным диаметром 5мм, длиной 94мм. Внутри трубки для улучшения процесса испарения может находиться набивка из стекловолокна, стекловаты (обычной или силанизированной). На рисунке 5.4.1, 5.4.2 показаны типы используемых лайнеров.

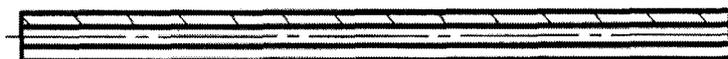


Рисунок 5.4.1 Лайнер для насадочной колонки ХАС 7.352.001



Рисунок 5.4.2 – Лайнер для капиллярной колонки ХАС 7.352.010СБ

1-лайнер; 2 – стекловолокно

Возможно применение лайнеров других типов.

5.4.1 Установка лайнера

Установку лайнеров осуществлять согласно п.п.9.4.1.1 и 9.4.2.1.

6 Детекторы

В зависимости от аналитической задачи хроматограф может комплектоваться следующими детекторами:

Универсальные детекторы:

ПИД (пламенно-ионизационный детектор) предназначен для определения большинства органических соединений.

ДТП (детектор по теплопроводности) проточный предназначен для анализа соединений, теплопроводность которых отличается от теплопроводности газа-носителя.

ДТП (детектор по теплопроводности) проточный, повышенной чувствительности.

ДТП (детектор по теплопроводности) полудиффузионный, специализированный детектор, предназначен для высокочувствительного анализа примесей водорода и гелия.

ДТП (детектор по теплопроводности) микрообъемный, имеет малый объем рабочей камеры, предназначен для работы с капиллярными колонками.

ДТП (детектор по теплопроводности) микрообъемный «Valco», имеет малый объем рабочей камеры, предназначен для работы с капиллярными колонками.

ФИД (фотоионизационный детектор) предназначен для анализа микропримесей большого числа органических соединений и некоторых неорганических соединений. Адаптирован для работы с капиллярными колонками.

ПРД (пульсирующий разрядный детектор) предназначен для высокочувствительного анализа микропримесей в чистых газах. Работает с капиллярной и насадочной колонками.

Селективные детекторы

ТИД (термоионный детектор) предназначен для анализа фосфор- и азотсодержащих органических соединений.

ЭЗД (электроннозахватный детектор) предназначен для анализа соединений, обладающих сродством к электрону, прежде всего галогенсодержащих, в том числе, хлорорганических соединений.

ПФД-S (пламенно-фотометрический детектор) предназначен для анализа серо- и фосфор-содержащих соединений.

ТХД (термохимический детектор) предназначен для высокочувствительного анализа кислорода, водорода и других горючих газов.

Одновременно в хроматограф может быть установлено до 4-х детекторов. Более подробное описание детекторов и работа с ними описаны в руководствах по эксплуатации на детекторы.

7 Газовые краны

Кран газовый используется для ввода газообразных проб и переключения газовых потоков.

Краны могут быть обогреваемыми и необогреваемыми, ручными и автоматическими, выносными и встраиваемыми.

По количеству коммутируемых каналов краны делятся на:

- -трехпортовые;
- - четырехпортовые;
- - шестипортовые;
- - восьмипортовые;
- - десятипортовые;
- - двенадцатипортовые;
- - четырнадцатипортовые.

На базе указанных кранов реализуются сложные газовые схемы.

Применяемые в хроматографе краны могут быть поворотными и диафрагменными.

Для дозирования пробы в колонку обычно применяется шестипортовый кран. Кран имеет два фиксированных положения: **Отбор** и **Анализ** (рис.7.1.).

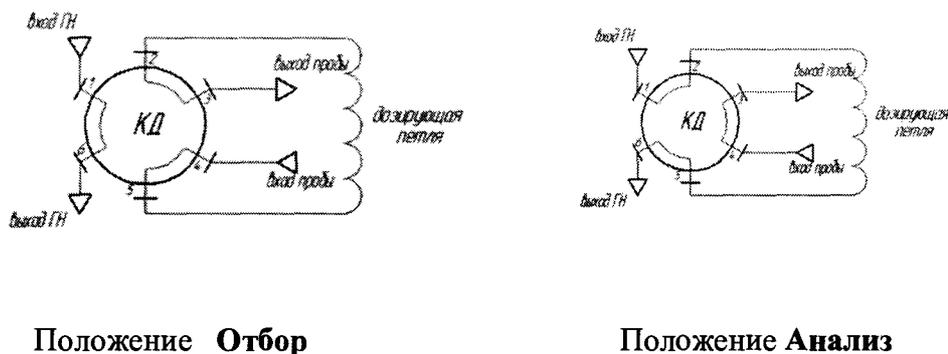


Рисунок 7.1 - Газовая схема крана шестипортового.

Поворот золотника крана из одного положения в другое изменяет порядок сообщения штуцеров крана между собой. Так в положении **Отбор** поток анализируемого газа, входящий через штуцер 4, заполняют дозирующую петлю, включенную между штуцерами 2 и 5, и выходит через штуцер 3 (направление движения может быть обратным). В этом положении золотника крана линии газа-носителя и исследуемого газа не сообщаются. При этом через штуцера 1 и 6 газ-носитель напрямую попадает в колонку. При повороте золотника крана в положение **Анализ**, дозирующая петля оказывается включенной в поток газа-носителя, и заполняющий ее исследуемый газ потоком газа-носителя вытесняется в колонку. В положении **Анализ** линия анализируемого газа не перекрыта и возможна продувка пробой. Для подготовки следующего дозирования необходимо вернуть кран в положение **Отбор**.

ВНИМАНИЕ!

Запрещается использовать газовый кран для дозирования жидкостей.

Конструкция поворотного крана показана на рисунке 7.2 (на примере шестипортового крана).

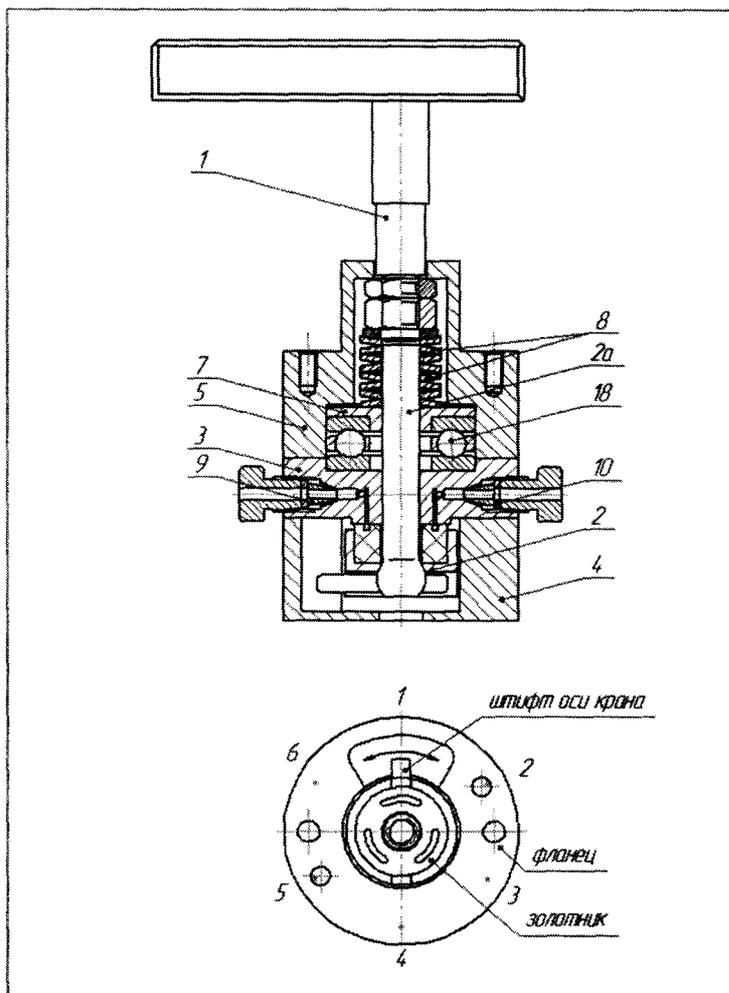


Рисунок 7.2 – Кран газовый шестипортовый ХАС 4.460.001СБ

1- ручка в сборе ХАС 6.454.029СБ, 2- золотник ХАС 5.898.001-03СБ,
 2а-ось крана ХАС 6.110.057СБ, 3 - корпус крана ХАС 8.035.114-06,
 4 - фланец ХАС 8.050.023-06, 5 - крышка крана ХАС 8.223.066-01,
 6 - винт ХАС 8.652.053, 7- втулка ХАС 8.223.097,
 8 - пружинная шайба ХАС 8.223.124, 9 - муфта ХАС 8.223.034,
 10 - шайба ХАС 7.723.030, 18 - подшипник 8100К2 ГОСТ 5874-75.

8 Дополнительные устройства

В состав хроматографа «Хромос ГХ-1000» входят различные дополнительные устройства, позволяющие расширить круг решаемых аналитических задач. Перечень основных дополнительных устройств:

1. Метанатор. Устройство предназначено для конверсии оксида и диоксида углерода в метан.
2. Термодесорберы стационарный (ТД) и съёмный (ТДС). Устройства предназначены

для проведения анализа проб, сконцентрированных на сорбционных ловушках.

3. Дозатор равновесного пара (ДРП). Устройство предназначено для ввода в газовый хроматограф летучих органических соединений, находящихся в паровой (газовой) фазе над объектом анализа (почва, вода, биологическая жидкость, полимерный материал и др.). Данный способ ввода пробы применяется в случае, когда прямой ввод пробы не желателен или не возможен.

4. Термостат выносной. Устройство предназначено для предварительного термостатирования контейнеров с образцами проб.

5. Устройство дозирования сжиженных газов (УДСГ). Устройство предназначено для введения в хроматографическую колонку проб сжиженного газа.

6. Устройство для анализа трансформаторного масла. Устройство предназначено для подготовки и проведения анализа газов, растворенных в трансформаторном масле.

7. Устройство для достижения равновесия. Устройство предназначено для подготовки проб трансформаторного масла к проведению анализа.

8. Блок охлаждения термостата колонок. Устройство предназначено для поддержания температуры в термостате колонок от -5°C .

9. Дозатор автоматический жидкостный. Устройство предназначено для автоматического ввода жидких проб в испаритель.

10. Дозатор автоматический парофазный. Устройство предназначено для автоматического ввода проб пара (газа) в испаритель.

11. Дозатор автоматический, с функцией дозирования жидкости, равновесного пара и твердофазной экстракции. Устройство предназначено для автоматического ввода проб пара (газа) или жидких проб в испаритель.

Описание и работа дополнительных устройств приведены в руководстве по эксплуатации на каждое устройство.

9 Использование по назначению

9.1 Меры безопасности

ВНИМАНИЕ!

Не ознакомившись с указаниями мер безопасности, изложенными в данном разделе и нижеперечисленных документах, к работе с хроматографом не приступать.

При монтаже, установке, проверке и обслуживании хроматографа должны соблюдаться действующие «Правила устройства электроустановок» (ПУЭ), «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей» (ПТЭЭП), «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок» (ПОТ РМ-016-2001), «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (ПБ 03-576-03), «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» (ОСПОРБ-99/2010, СанПиН 2.6.1.3287-15), «Нормы радиационной безопасности» (НРБ-99/2009).

К работам по монтажу, установке, проверке и обслуживанию хроматографа допускаются лица, достигшие 18-летнего возраста, имеющие квалификацию не ниже второй группы согласно правил ПТЭЭП, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасной работе с хроматографом, а также медицинское освидетельствование.

Источниками опасности хроматографа являются:

- токоведущие части хроматографа, находящиеся под напряжением;
- применение газообразного водорода;
- радионуклидный источник бета-излучения;

- внешние поверхности термостатов хроматографа, имеющие высокую температуру.

В состав электрозахватного детектора (ЭЗД), входит источник β - излучения никель-63 (BNi63, РИ 47.К8.04.000 ТУ), назначенный срок службы источника 10 лет.

Мощность экспозиционной дозы излучения на поверхности корпуса детектора не превышает величины естественного радиационного фона в соответствии с НРБ-99/2009. На корпусе детектора нанесен знак радиационной опасности в соответствии с ГОСТ 17925-72.

КАТЕГОРИЧЕСКИ ЗАПРЕЩАЕТСЯ потребителю нарушать пломбу и производить разборку и ремонт ЭЗД. Эти работы проводятся только в специализированной изотопной лаборатории при соблюдении требований СанПиН 2.6.1.3287-15 «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» (ОСПОРБ-99/2010).

По вопросам ремонта детектора ЭЗД следует обратиться в ООО «Хромос».

При открытых верхней крышке и дверке термостата запрещается прикасаться руками к нагретым частям термостата и модуля, а также производить замену колонок, детекторов и испарителей до полного их охлаждения.

Ремонт и техническое обслуживание хроматографа производить только при отключенном электрическом питании всех его составных частей и перекрытых газовых магистралях.

Опасные зоны в хроматографе отмечены соответствующими знаками.



Знак на откидывающейся крышке, предупреждающие об опасности ожога:



Знак на задней стенке хроматографа, предупреждающий о наличии опасного напряжения:



Знак на крышке термостата ЭЗД, предупреждающий о радиационной опасности:



Знак и надпись на двери термостата, предупреждающие об опасности взрыва при использовании водорода:



Знак на задней стенке хроматографа газового, предупреждающие об опасности ожога при циклах нагрева и охлаждения термостата:

9.2 Подготовка к установке

9.2.1 Требования к помещению

Хроматограф устанавливают в закрытых взрывобезопасных и пожаробезопасных лабораторных помещениях, отвечающих требованиям ГОСТ 12.1.004-91.

Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией согласно СНиП 41-01-2003.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны помещений не должно превышать ПДК в соответствии с ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

Освещенность в помещении, где установлен хроматограф, должна быть не менее 300 люкс (разряд зрительной работы - Г) в соответствии с СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 «Гигиенические требования к естественному, искусственному и совмещенному освещению жилых и общественных зданий».

Предельно допустимые уровни звукового давления (шума) электромагнитного поля, воздействующих на человека в процессе эксплуатации хроматографа не должно превышать величины в соответствии с СН 2.2.4/2.1.8.562-96 «Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки», СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы».

Производственный контроль осуществляется в соответствии с СП 1.1.2193-07 «Организация и проведение производственного контроля за соблюдением санитарных правил и выполнением санитарно-противоэпидемических (профилактических) мероприятий». Изменения и дополнения №1 к СП 1.1.1058-01.

Условия окружающей среды, необходимые для работы хроматографа:

- температура от 10 до 35°C;
- относительная влажность от 30% более 80%;
- атмосферное давление от 84 до 107кПа (от 630 до 800мм рт. ст.)

Работа хроматографа в указанных условиях обеспечит его нормальную работу и увеличит срок эксплуатации.

9.2.2 Требования к размещению хроматографа

Комплекс хроматографический газовый (хроматограф, монитор, клавиатуру, системный блок, принтер, генератор водорода и др.) размещают на лабораторном столе в порядке удобном для эксплуатации.

Для размещения одного комплекса (хроматограф и компьютер), требуется лабораторный стол длиной не менее 140 см. и шириной не менее 70 см. Воздушный компрессор рекомендуется размещать вне рабочего стола во избежание влияния вибрации на работу хроматографа.

Пространство над хроматографом должно быть свободным, чтобы не ограничивать доступ к верхней части хроматографа. Необходимо обеспечить легкий доступ к розеткам электропитания и соединениям газовых линий.

Необходимо обеспечить отсутствие легкоплавких предметов (электрические кабели, вспомогательное оборудование и т.д.) в задней части прибора, на пути потока горячего воздуха, выходящего из окна выдува.

При работе с токсичными или вредными веществами возможна установка хроматографа в вытяжном шкафу при условии, что в нем не производятся другие виды работ и не хранятся химически активные вещества, вызывающие коррозию.

9.2.3 Требования к питающей электрической сети

К месту размещения комплекса должны быть подведены:

- однофазная сеть переменного тока напряжением (220±22)В, частотой (50±0,4)Гц.
- сеть должна быть рассчитана на потребляемую мощность до 4000 ВА.
- линия (контур) внешнего заземления.
- электрические розетки типа «Евростандарт» (не менее 6-ти) с заземлением и в соответствии с правилами электробезопасности.

Хроматограф, генератор водорода, воздушный компрессор включаются непосредственно в электрические розетки, персональный компьютер с монитором и принтером подключают через фильтр - удлинитель из комплекта ЗИП. Фильтр - удлинитель имеет выключатель сети и защиту по превышению определенного значения тока (10А).

Качество электропитания очень важно. Оно должно быть стабильным и соответствовать требованиям данного раздела. Плохое качество электропитания ухудшает характеристики хроматографа.

Хроматограф должен быть заземлен. Заземление осуществляется с помощью сетевых розеток типа «Евростандарт», при этом заземляющие контакты должны быть соединены с контуром внешнего заземления с помощью медных проводов сечением не менее 1,5мм². При отсутствии соединения заземляющего контакта с шиной заземления необходимо соединить клемму заземления прибора с шиной заземления медным проводом сечением не менее 1,5мм².

Дополнительное заземление внешних устройств осуществляется соединением клемм дополнительного заземления этих устройств с контуром заземления.

9.2.4 Требования к газам

Использование разных газов в качестве газа-носителя определяется типом детектора и методикой анализа. В качестве газа-носителя обычно используют гелий, азот, аргон, воздух.

Рекомендуемая квалификация чистоты газов, используемых в качестве газа-носителя:

- азот особой чистоты (ОСЧ), 1-го сорта по ГОСТ 9293-74 (для работы с ЭЗД, и с капиллярными колонками);
- азот повышенной чистоты по ГОСТ 9293-74;
- аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157-79 или аргон газообразный высокой чистоты ТУ 6-21-12-94;
- гелий очищенный марки А по ТУ 51-940-80;
- гелий марки 5.5, 6.0 (для работы с ПРД) по ТУ 0271-001-45905715-02 с изм.1;
- воздух по ГОСТ 17433, класс загрязненности 1.

Для горения пламени пламенных детекторов (ПВД, ТВД, ПВД) используют водород и воздух.

Рекомендуемая квалификация чистоты используемых газов:

- водород технический марки А по ГОСТ 3022-80;
- воздух по ГОСТ 17433, класс загрязненности 1.

В качестве источника водорода предпочтительнее использование генератора водорода.

Воздух не должен содержать примесей углеводородов, масла, влаги. Для получения сжатого воздуха рекомендуется использовать безмасляный компрессор.

9.2.5 Требования к газовым линиям

При монтаже, установке, проверке и обслуживании баллонов со сжатыми газами должны соблюдаться действующие «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

Баллоны с инертными газами, устанавливаемые в помещении, должны находиться на расстоянии не менее 1м от радиаторов отопления и других отопительных приборов, и печей; не менее 5м от источников открытого огня.

Баллоны крепятся к стене помещения с помощью хомута.

Баллоны с горючими газами устанавливаются вне здания в специальных металлических шкафах.

Для поддержания необходимого давления в рабочих линиях используется регулятор давления (редуктор).

Рабочее давление газов на входе в хроматограф в диапазоне:

Для газа-носителя:

- максимальное давление - 0,5 МПа (5 кгс/см²), по специальному заказу до 1 МПа (10 кгс/см²);

- минимальное необходимое давление - давление перед колонкой + 0,05 Мпа (0,5 кгс/см²),

Для вспомогательных газов:

- для водорода и воздуха – от 0,05 до 0,5 МПа (от 0,5 до 5 кгс/см²).

Для монтажа газовых линий необходимо использовать, предварительно промытые и прокаленные трубопроводы из нержавеющей стали, из комплекта поставляемых монтажных частей.

9.3 Установка хроматографа

9.3.1 Общие положения

К установке хроматографа следует приступать после проведения всех необходимых мероприятий, описанных в предыдущем разделе.

Установка хроматографа проводится инженером-наладчиком ООО «Хромос» или его официальным представителем.

Потребители могут самостоятельно ввести в эксплуатацию хроматограф только при наличии письменного разрешения ООО «Хромос».

9.3.2 Распаковка и проверка комплектности

После получения хроматографа следует выполнить следующие действия:

– проверить транспортные ящики (тару) на отсутствие повреждений. При обнаружении повреждений уведомить транспортное агентство и руководство ООО «Хромос»;

– установить ящики с оборудованием в сухом помещении с температурой не менее 10°С.

В зимнее время выдержать ящики без распаковки, в помещении, не менее суток;

– вскрыть ящики, освободить оборудование от упаковочного материала;

– проверить комплектность согласно разделам «Комплектность», приведенным в паспорте на хроматографический комплекс ХАС 2.320.003 СБ ПС и в эксплуатационных документах изделий, которыми укомплектован комплекс. Если имеет место несоответствия в комплектности или целостности комплектующих изделий, составить акт и уведомить руководство ООО «Хромос».

9.3.3 Монтаж газовых линий

Установка редуктора на баллон:

- перед установкой редуктора вентиль баллона должен быть закрыт, выходной штуцер должен быть чистым и не иметь повреждений;
- установить редуктор на баллон. При закручивании присоединительной гайки не допускать проворачивания редуктора;
- установить на редуктор типа БКО штуцер ХАС 8.652.054, на редуктор типа GCE (Чехия) штуцер ХАС 8.652.054-01 из комплекта ЗИП для присоединения трубопровода, предварительно отвернув с редуктора выходной штуцер для присоединения шланга;
- вывернуть ручку редуктора против часовой стрелки;
- открыть вентиль баллона;
- с помощью мыльного раствора проверить герметичность соединения редуктора с баллоном (при обмыливании гайки редуктора и выходного штуцера баллона не должно наблюдаться образования пузырей).

Подсоединение элементов газовых схем

Подключение хроматографа к газовым магистралям, выполняется с помощью трубок из нержавеющей стали, наружным диаметром 2 мм. Допускается использование трубок наружным диаметром 3мм, для этого используется переходник ХАС 8.652.013 из комплекта ЗИП.

При монтаже трубопроводов соединения выполняют в соответствии с рисунком 9.3.4.

Изделия, необходимые для подключений, имеются в составе комплектов ЗИП хроматографа или входящих в него составных частей.

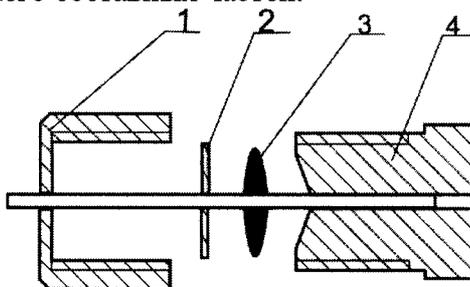


Рисунок 9.3.4. - Подключение трубопроводов

1- гайка ХАС 8.930.008, 2 – шайба ХАС 7.723.004, 3 – кольцо уплотнительное ХАС 8.683.010, 4 – штуцер.

При подключении, для удобства использования, металлический трубопровод рекомендуется изогнуть в виде спирали, это придаст ему гибкость и позволит, при необходимости, перемещать хроматограф на рабочем столе.

Для создания надежных герметичных соединений, концы трубки следует вставлять в штуцеры до упора и фиксировать положение трубки при ее уплотнении.

Подсоединение газовых линий от генератора водорода и компрессора к хроматографу производится аналогично. Для монтажа воздушной линии можно использовать полимерную трубку диаметром 3 мм и длиной 5 м, имеющейся в комплекте ЗИП.

Выносной фильтр дополнительной очистки газов (в варианте исполнения) подключается непосредственно перед хроматографом.

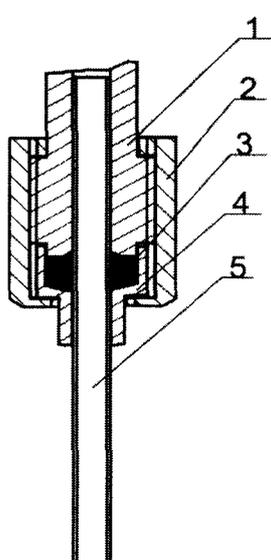
Внимание. Соединение газовых линий допустимо только при перекрытых газовых магистралях.

Проверка герметичности подводящих газовых линий:

- визуально убедиться в правильности соединений всех газовых линий хроматографа;
- установить рабочее давление газов в проверяемых линиях;
- герметичность проверить смачиванием мыльным раствором мест подключения трубопроводов. Утечки устранить подтягиванием соответствующих штуцеров и, при необходимости, заменой уплотнительных элементов;
- после проверки герметичности удалить остатки мыльного раствора салфеткой;
- по окончании проверки перекрыть газовые линии.

Подключение к хроматографу ПК:

Хроматограф подключается к ПК стандартным кабелем к разъемам RS232, USB или Ethernet в зависимости от конфигурации компьютера.

9.4 Подготовка к работе**9.4.1 Подключение насадочных колонок****9.4.1.1 Подключение равноплечей колонки**

На рисунке 9.4.1.1 представлены детали крепления насадочной колонки.

Рисунок 9.4.1.1 – Детали крепления насадочной колонки:

1-штуцер испарителя, 2-гайка ХАС 8.930.008, 3-графитовая муфта ХАС 8.223.017, 4-ниппель ХАС 8.223.016, 5-насадочная колонка.

Детали крепления колонок имеются в комплекте ЗИП.

Перед установкой равноплечей колонки необходимо предварительно установить в испаритель лайнер ХАС 7.352.001. Для установки необходимо проделать следующие операции:

- на лайнер надеть втулку конусную ХАС 8.683.013 на расстоянии 1-2мм от верхнего торца лайнера плоской поверхностью втулки вверх;
- лайнер опустить в корпус испарителя и прижимая сверху гайку штуцера ХАС 6.454.002-06СБ, завинтить ее. Тем самым произвести герметизацию испарителя;
- на оба конца колонки установить комплект для крепления колонки в термостате (см. рисунок 9.4.1.1);
- концы колонки вставить в штуцера испарителя и детектора до упора;
- закрутить гайки крепления колонки к испарителю и детектору с усилием «от руки»;

- придерживая ниппель гаечным ключом на «5.5» во избежание прокручивания колонки, закрутить гайку колонки ключом на «12-14».

9.4.1.2 Подключение разноплечей колонки

Для установки такой колонки необходимо выполнить следующие операции:

- открутить гайку штуцера ХАС 6.454.002-06СБ и удалить лайнер из испарителя;
- на оба конца колонки установить комплект гаек и муфт для герметизации (см. рисунок 9.4.1.1);
- длинный конец колонки вставить в испаритель так, чтобы конец колонки вышел из испарителя;
- удерживая колонку, надеть втулку конусную ХАС 8.683.013 на расстоянии (2-3)мм от торца колонки, аналогично установке лайнера и прижимая сверху штуцером ХАС 6.454.002-06СБ, завинтить гайку штуцера ХАС 6.454.002-06СБ. Тем самым произвести герметизацию испарителя;
- концы колонки вставить в штуцера испарителя и детектора до упора;
- закрутить гайки крепления колонки к испарителю и детектору с усилием «от руки»;
- придерживая ниппель гаечным ключом на «5.5» во избежание прокручивания колонки, закрутить гайку колонки ключом на «14».

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых втулок следует соблюдать особую осторожность при затягивании во избежание её поломки.

9.4.2 Работа с капиллярными колонками

Капиллярную колонку закрепляют на задней стенке термостата колонок с помощью держателя ХАС 6.122.010-006 СБ. При установке одновременно двух капиллярных колонок используют также держатель на стойке ХАС 6.122.010-005 СБ, который монтируется в передней половине термостата колонок.

9.4.2.1 Подключение капиллярной колонки к капиллярному испарителю

Перед установкой капиллярной колонки необходимо собрать капиллярный испаритель, для этого:

- установить лайнер ХАС 7.352.010 аналогично п. 9.4.1.1;
- в термостате колонок привернуть к штуцеру капиллярного испарителя переходник ХАС 6.150.002-01 с отверстием 0,5мм (или ХАС 6.150.002-02 с отверстием 0,8мм) для присоединения капиллярной колонки. Данные переходники собрать из деталей 2,7,4 (см. рисунок 9.4.2.1).

При установке капиллярной колонки в испаритель капиллярный выполняются следующие операции:

- капиллярную колонку закрепить на одном из держателей, установленном на задней стенке термостата колонок или держателе на стойке;
- перед установкой капиллярной колонки в хроматограф на конец колонки следует надеть ниппель ХАС 8.223.018 и графитовую муфту ХАС 8.223.017-01 (детали 6, 8 см. рисунок 9.4.2.1). После данной процедуры для исключения возможного засорения конца колонки графитом их целесообразно обрезать на 3-4 мм.;
- расстояние от конца колонки до графитовой муфты равно 35-40 мм. Придерживая ниппель с графитовой муфтой, вставить конец колонки в штуцер переходника. Закрепить колонку с помощью гайки с прорезью ХАС 8.930.045-01 с усилием "от руки", затем подтянуть гайку ключом на «10» так, чтобы колонка перестала перемещаться в муфте. Затем открутить гайку с прорезью и проверить смещение колонки по линейке, по необходимости откорректировать положение ниппеля с графитовой муфтой.

Детали крепления капиллярной колонки показаны на рис 9.4.2.1

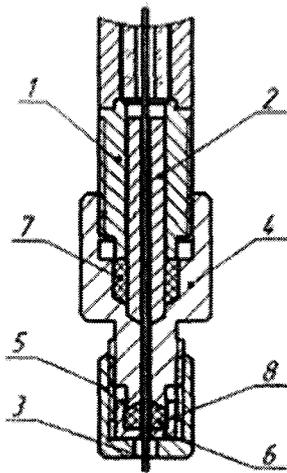


Рисунок 9.4.2.1 – Детали крепления капиллярной колонки
 1 - штуцер, 2 – трубка ХАС 8.626.011, 3 – колонка капиллярная,
 4 – переходник ХАС 8.652.012-01 отверстием 0,5мм или ХАС 8.652.012-02 с отверстием 0,8мм, 5 – гайка ХАС 8.930.045-01, 6 – ниппель ХАС 8.223.018,
 7 – графитовая муфта ХАС 8.223.017, 8 - графитовая муфта ХАС 8.223.017-01.

9.4.2.2 Подключение разноплечей насадочной колонки к капиллярному испарителю

Для установки такой колонки необходимо выполнить следующие операции:

- открутить гайку штуцера ХАС 6.454.002-06СБ и удалить лайнер из испарителя;
- со штуцера испарителя капиллярного в термостате демонтировать переходник для ККК ХАС 6.150.002-01 с отверстием 0,5мм (или ХАС 6.150.002-02 с отверстием 0,8мм) в сборе;
- на оба конца колонки установить комплект гаек и муфт для герметизации см. рисунок 9.4.3.1;
- длинный конец колонки вставить в испаритель так, чтобы конец колонки вышел из испарителя
- надеть втулку конусную ХАС 8.683.013 на расстоянии (2-3) мм от торца колонки, аналогично установке лайнера, прижимая сверху штуцером ХАС 6.454.002-06СБ, завинтить гайку штуцера ХАС 6.454.002-06СБ. Тем самым произвести герметизацию испарителя.
- закрутить гайки крепления колонки к испарителю с усилием «от руки».
- придерживая ниппель гаечным ключом на «5.5» во избежание прокручивания колонки, закрутить гайку колонки ключом на «12-14».

9.4.2.3 Подготовка капиллярного испарителя для работы с насадочной колонкой

- заглушить трубопровод сброса газа-носителя с мембраны на испарителе;
- перевести в режим постоянного расхода регулятор РГП-ГН, подающий газ-носитель

в испаритель;

- задать нулевое значение расхода на регуляторе РГП-ГН сброса.

9.4.2.4 Подключение капиллярной колонки к детектору

Для подключения капиллярной колонки к детектору используется тройник поддува газа в детектор ХАС 6.454.026 со штуцером для подключения капиллярной колонки.

Для подключения капиллярной колонки к детектору необходимо:

- присоединить тройник поддува к входному штуцеру детектора;
- надеть на выходной конец колонки ниппель ХАС 8.223.018-01 и графитовую муфту ХАС 8.223.017-01 (детали 6, 8 см. рисунок 9.4.2.1).

После данной процедуры для исключения возможного засорения конца колонки графитом их целесообразно обрезать на 3-4 мм.

Срез на конце колонки должен быть ровным.

Для удаления пыли и прочих загрязнений конец колонки протереть салфеткой, смоченной спиртом.

- графитовая муфта фиксируется на колонке таким образом, чтобы свободный конец колонки составлял примерно:

- 117мм для детекторов ПИД и ТИД;
 - 105мм для детектора ЭЗД;
 - 140мм для детектора ПФД-S;
 - 100мм для детектора ФИД.
- вставить конец колонки через штуцер тройника поддува в детектор.

При установке в детекторы ЭЗД конец колонки вставить до упора, закрепить колонку с помощью гайки с прорезью ХАС 8.930.045-01 с усилием "от руки".

Затем опустить колонку на 1мм назад, подтянуть гайку ключом на «10» так, чтобы колонка перестала перемещаться в муфте.

При установке в детекторы ПИД, ТИД:

- демонтировать корпус детектора и обеспечить доступ к горелке;
- вставить конец колонки через штуцер тройника поддува в детектор.

Если колонка не проходит в сопло горелки, то колонка вводится в детектор до упора и затем опускается на 1мм.

Далее фиксируется разрезной гайкой подтянуть гайку ключом на «10» так, чтобы колонка перестала перемещаться в муфте.

Если колонка выходит из сопла горелки, то конец колонки опускается на 1мм ниже среза сопла горелки и фиксируется разрезной гайкой.

- собрать детектор.

При установке в детектор ПФД-S:

- демонтировать корпус детектора и обеспечить доступ к горелке;
- вставить конец колонки через штуцер в детектор;

При этом колонка выходит из сопла горелки.

Затем конец колонки опускается на 1мм ниже среза сопла горелки и фиксируется разрезной гайкой ключом на «10» так, чтобы колонка перестала перемещаться в муфте.

- собрать детектор.

При установке в детектор ФИД:

- вынуть лампу из детектора;
- вставить конец колонки через штуцер тройника поддува в детектор, так, чтобы конец колонки вышел из капилляра детектора;

- опустить колонку на 1мм ниже среза капилляра, зафиксировать колонку разрезной гайкой;

- установить лампу в детектор.

При установке в детектор микро-ДТП микронасадочных и капиллярных колонок используются соединители и комплект уплотнений фирмы VICI.

Установка капиллярной колонки в детекторы ПРД «Valco» описана в руководствах по эксплуатации на эти детекторы.

9.4.3 Кондиционирование колонок

Кондиционирование колонок проводят для вновь приготовленных колонок и удаления имеющихся примесей в уже работающей колонке.

Порядок кондиционирования для вновь приготовленных колонок:

- подсоединить ее к испарителю (п.9.4.1.1, п.9.4.1.2, п.9.4.2.1);

- задать необходимый расход газа-носителя через колонку (30мл/мин) - для насадочных колонок;

- задать необходимое давление - для капиллярных колонок;

- в течение 10мин газ-носитель продувать через колонку при комнатной температуре для удаления воздуха;

- кондиционирование колонки проводить с программированием температуры со скоростью 5 град/мин;

- конечная температура кондиционирования не может быть больше максимальной температуры колонки. Обычно максимальная температура кондиционирования на (20-30) градусов ниже максимальной температуры колонки;

- время кондиционирования для насадочных колонок составляет несколько часов (для капиллярных - не более 4 часов), после кондиционирования колонку охладить до комнатной температуры;

- если колонка не будет использована немедленно, она удаляется из термостата. Оба ее конца закрыть заглушками во избежание попадания загрязнителей из воздуха.

Параметры кондиционирования задаются с ПК.

Порядок кондиционирования для уже работающих колонок:

- отсоединить колонку от детектора;

- задать необходимый расход газа-носителя через колонку (30мл/мин) - для насадочных колонок;

- задать необходимое давление - для капиллярных колонок;

- кондиционирование колонки проводить с программированием температуры со скоростью 10 град\мин;

- конечная температура кондиционирования не может быть больше максимальной температуры колонки. Обычно максимальная температура кондиционирования на (20-30) градусов ниже максимальной температуры колонки;

- время кондиционирования для насадочных (капиллярных) колонок определяется временем стабилизации нулевой линии;

- после кондиционирования колонку охладить до комнатной температуры и присоединить конец колонки к детектору.

9.4.4 Проверка работоспособности

Проверка работоспособности хроматографа выполняется для оценки его готовности к проведению анализов, а также для выявления необходимости в том или ином виде технического обслуживания.

Ежедневная проверка состоит в следующем:

- визуальная оценка состояния хроматографа;

- хроматограф включают тумблером «Сеть»;
- происходит автоматическое тестирование электронных устройств входящих в состав хроматографа в течение 2-3 сек;

При положительном результате теста хроматограф переходит в режим «Подготовка»;

При отрицательном результате теста хроматограф переходит в режим «Авария»;

- проверяют работу хроматографа на отсутствие посторонних шумов (нетипичных);
- до задания режимов работы контролируют (по показаниям панели управления или монитора ПК) температуры термостатов (показания должны соответствовать температуре в помещении) и расходы газов (при первом включении хроматографа показания должны быть «нулевые»);
- задают режим работы хроматографа и контролируют процесс выхода на заданный режим работы (нагрев термостатов, установление расходов и давлений газов);
- после выхода хроматографа на заданный режим контролируется стабильность параметров режима.

В хроматографе «Хромос GX-1000» контролируется большое число рабочих и дополнительных параметров.

9.5 Работа с хроматографом

Управление режимами работы хроматографа производится в диалоговой форме при помощи персонального компьютера (ПК) с помощью программного обеспечения «Хромос». С описанием программы «Хромос» можно ознакомиться в Руководстве пользователя.

Включение хроматографа

Перед проведением работ с хроматографом необходимо предварительно ознакомиться с настоящим РЭ и провести весь перечень работ, связанных с подготовкой прибора к работе.

Включение хроматографа проводится в следующей последовательности:

- открыть баллон с газом-носителем вентилем баллонного редуктора, установить редуктором давление на входе в хроматограф 0,45 МПа;
- при работе с пламенными детекторами включить генератор водорода и компрессор, а при их отсутствии открыть баллоны с водородом и воздухом, установить давление вспомогательных газов на входе в хроматограф 0,15 МПа - для водорода и 0,15 МПа - для воздуха;
- включить компьютер и запустить программу «Хромос»;
- включить тумблер «Сеть» газового хроматографа;
- осуществить связь хроматографа с компьютером в программе «Хромос» (см. Руководство пользователя Хромос. Программа сбора и обработки хроматографических данных);
- с помощью ПК создать требуемую методику анализа (или выбрать из библиотеки ранее созданную методику);
- запустить нужную методику с ПК, при этом хроматограф выходит на этап «Подготовка», на панели управления начинает светиться индикатор «Подготовка» - на данном этапе устанавливаются режимы работы хроматографа;
- при соответствии измеренных параметров заданным, хроматограф переходит на этап «Готовность», на панели управления начинает светиться индикатор «Готов», на мониторе ПК в программе появляется сообщение «Готов».
- критерием готовности хроматографа к вводу пробы является стабильная нулевая линия. Выход на режим – не более 2-х часов;

- ввести пробу в хроматограф;
- одновременно с вводом пробы нажать клавишу «Старт/Стоп» на панели управления хроматографа, при этом устанавливается этап «Анализ» (на панели светится индикатор «Анализ»);
- по окончании анализа сохранить хроматограмму в архив в ручном или автоматическом режиме. Процедуры обработки хроматограмм, вывода на печать результатов анализов описаны в Руководстве пользователя ПО «Хромос». Программа сбора и обработки хроматографических данных;
- для повторения анализа без изменения методики после выхода хроматографа на «Готовность» повторить вышеуказанные шаги (набор и ввод пробы и т.д.);
- после окончания работы с хроматографом перевести его в режим охлаждения (см. Руководство пользователя ПО «Хромос». Программа сбора и обработки хроматографических данных) и через 20-30 мин. отключить хроматограф от электрической сети тумблером «Сеть», затем закрыть вентили баллонов с газами.

ВНИМАНИЕ!

Охлаждение особенно важно для колонок, находящихся в термостате, детектора ЭЗД и метанатора.

Дозирование жидкой анализируемой пробы осуществляется через испаритель с помощью микрошприца или автоматическим жидкостным дозатором.

При анализе смесей с различными концентрациями в хроматограф вводятся сначала смеси с меньшей концентрацией анализируемого вещества. Отбор пробы производится чистым микрошприцем после проверки его чистоты (отсутствие хроматографических пиков от анализируемого вещества при вводе чистого растворителя).

При вводе пробы необходимо придерживаться единой воспроизводимой методики, т.е. сохранять объем пробы, темп ввода, время нахождения иглы шприца в испарителе (не более 2 с.) и т.д.

Дозирование газовых проб осуществляется краном-дозатором или с помощью дополнительных устройств, содержащих кран-дозатор.

Режим работы хроматографа выбирается оператором в зависимости от аналитической задачи.

10 Техническое обслуживание

10.1 Общие указания

Техническое обслуживание производится с целью обеспечения соответствия параметров хроматографа установленным техническим характеристикам в процессе эксплуатации.

При техническом обслуживании необходимо соблюдать меры безопасности в соответствии с РЭ.

Опасные зоны в хроматографе отмечены соответствующими знаками и надписями.

Без необходимости не следует производить разборку и регулировку функциональных узлов хроматографа.

При эксплуатации хроматографа следует пользоваться газами, качество которых регламентируется соответствующими государственными стандартами. Требования к качеству газов приведены в п.9.2.4. настоящего РЭ.

Хроматограф в базовом исполнении не предназначен для анализа агрессивных по отношению к материалам, из которых выполнены газовые тракты хроматографа, веществ. При необходимости анализа таких веществ газовые тракты хроматографа выполняются из специальных материалов, таких как нержавеющая сталь 12Х18Н10Т, фторопласт и кварцевое стекло.

ВНИМАНИЕ!

Ремонт и техническое обслуживание, кроме особо оговоренных случаев, выполнять при отключенном электропитании всех составных частей и при наличии исправного заземления.

10.2 Техническое обслуживание**Виды технического обслуживания**

Для хроматографа предусматривается два вида технического обслуживания:

- текущее техническое обслуживание;
- периодическое техническое обслуживание.

Периодичность технического обслуживания зависит от интенсивности работы хроматографа, от температурных режимов работы испарителей, термостата колонок и детекторов, от типа введенных проб, факторов окружающей среды, от чистоты исходных газов.

Текущее техническое обслуживание

Текущее техническое обслуживание позволяет оценить состояние хроматографа и пригодности его к проведению анализа.

Текущее техническое обслуживание состоит из:

1. проверки герметичности испарителя (состояния резиновой мембраны, уплотняющего кольца и лайнера испарителя), т.к. при многократном дозировании микрошприцем происходит разрушение резиновой мембраны и разгерметизация. Это приводит к плохой повторяемости (сходимости) результатов хроматографического анализа.

Проверка проводится путем контроля давления и расхода перед колонкой. В исправном хроматографе в рабочем режиме эти параметры постоянны. В хроматографе предусмотрен контроль герметичности. Для замены мембраны следует отвернуть верхнюю гайку испарителя, вставить новую мембрану и завернуть гайку.

2. проверки соответствия текущих параметров заданным.

3. оценки фонового сигнала детектора по характеру «нулевой» линии.

Если фоновый сигнал не соответствует обычному значению необходимо выявить и устранить причины отклонения (например, загрязнение колонки, фильтров, детектора).

Периодическое техническое обслуживание

Периодическое техническое обслуживание позволяет восстановить характеристики (шумы, дрейф, предел детектирования) хроматографа до значений, указанных в Паспорте на хроматограф.

Периодическое техническое обслуживание состоит из:

1. регенерации или замены сорбента во входных газовых фильтрах (в зависимости от чистоты используемых газов-раз в год или чаще).

Для этого необходимо:

- демонтировать фильтр с места установки;
- отвернуть крышку фильтра с помощью ключа;
- вынуть ватный тампон;
- высыпать содержимое фильтров в металлическую или фарфоровую посуду;

Наполнители разных фильтров лучше всего не смешивать друг с другом. Это касается не только сорбентов разной природы и сорбентов с разными фракциями, но также сорбентов одной природы и фракции, но из разных фильтров.

Каждый фильтр лучше всего устанавливать после прокаливания именно туда, где он стоял прежде, и заполнять его тем сорбентом, которым прежде он был заполнен.

Хранить фильтры необходимо закрытыми (с установленными заглушками).

- прокалить содержимое фильтра;

Температура прокаливания цеолита - (300-400) °С (для более глубокой очистки сорбента рекомендуется устанавливать температуру в ее верхнем диапазоне). Время прокаливания цеолита (4-8) часов в зависимости от температуры прокаливания и степени загрязнения.

Прокаливать фильтры лучше всего комплексно, т.е. при прокаливании входного фильтра прибора по водороду желателно прокалить и фильтры генератора водорода.

При прокаливании фильтра по воздуху на входе в прибор следует также прокалить фильтры компрессора.

При прокаливании фильтра по газу-носителю желателно прокалить фильтры после РГП по газу-носителю.

-по окончании процедуры прокаливания фарфоровую чашу с сорбентом установить в эксикатор и охладить;

- засыпать приготовленный сорбент в фильтр, уплотняя периодическим постукиванием по корпусу фильтра и зафиксировать слой сорбента тампоном из стерильной ваты;

- завернуть выходной штуцер фильтра, обеспечив герметичность фильтра.

При выполнении данной операции важно проследить, чтобы между крышкой и уплотнительным резиновым кольцом не было волокон ваты и частиц сорбента.

ВНИМАНИЕ!

После установки фильтров следует проверить герметичность газовых линий хроматографа. Фильтры, устанавливаемые по линиям газа-носителя и водорода, после прокаливания нуждаются в продувке от остатков воздуха;

2. проверки герметичности газовых линий (по необходимости).

Проверка герметичности газовых линий проводится в соответствии с рекомендациями раздела 3.5;

3. обслуживания испарителя (по необходимости).

Промывка испарителя проводится при наличии загрязнений на внутренней поверхности испарителя, видимых визуальнo. На хроматограмме это может проявляться в виде появления необъяснимых пиков.

При обслуживании испарителя необходимо:

- снять (отвинтить) гайку-радиатор;
- извлечь направляющую шприца и мембрану;
- отсоединить колонку и извлечь лайнер из испарителя;

Снятые детали (направляющая шприца, лайнер без уплотняющего кольца) промыть в емкости с растворителем. Очистку внутреннего канала камеры испарения, при наличии загрязнений, производить с помощью безворсовой ткани с растворителем. Растворители выбирают в зависимости от состава ранее анализируемых веществ, но не агрессивных по отношению к материалам испарителя. После промывки растворителем детали испарителя следует промыть дистиллированной водой и просушить в течение 2 ч. при температуре 350 °С.

Если резиновое кольцо прилипло к поверхности испарителя или лайнера, осторожно отделить его. Изношенное кольцо в сечении имеет эллиптическую форму, в некоторых случаях могут быть видимые трещины. При необходимости прочистить лайнер с помощью безворсовой ткани с растворителем, используемым при анализе проб. Установить новое кольцо на расстоянии (1-2) мм от верхнего торца лайнера и собрать испаритель.

4. проверки расходов газов (ежегодно);

Измерение расходов (газа-носителя, водорода, воздуха) выполняют для проверки соответствия фактических величин расходов заданным.

Один раз в год вместе с поверкой прибора с помощью мыльно-пленочного расходомера и секундомера измеряют скорость прохождения мыльной пленки заранее измеренного объема бюретки. Расходы измеряют после включения прибора и выхода его на режим.

Для проверки расходов газов следует:

- отсоединить от газового выхода, проверяемого РГП трубопровод, присоединить вместо него расходомер;
- задать в проверяемом канале расход газа;
- через 10 мин после задания расхода проверить соответствие фактического расхода газа заданному значению.

В линиях газа-носителя проверку производят в трех точках: в начале, середине и конце диапазона величин расходов газов. Необходимо помнить, что отключая выход регулятора потока газа от газовой линии, следует снизить температуры испарителя, колонки, детектора до минимальных значений, чтобы исключить возможность выхода их из строя.

В линиях вспомогательных газов (водород, воздух) проверку соответствия величин расходов производить при рабочих расходах, осуществив при этом блокировку поджига пламени в ПО «Хромос».

5. обслуживания детекторов (по необходимости). См. руководство по эксплуатации на детекторы.

10.3 Хранение, консервация.

10.3.1. Согласно ГОСТ 15150-69 по климатическому исполнению хроматограф относится к УХЛ категории 4.2. Условия хранения согласно таблицы №13 п.10.1 ГОСТ 15150-69:

- при температуре воздуха +40°C (верхнее значение), +5°C (нижнее значение)– отапливаемые и вентилируемые склады, хранилища с кондиционированием воздуха, расположенные в любых макроклиматических районах;
- при температуре воздуха +50°C (верхнее значение), -60°C (нижнее значение)– в хранилище с регулируемой влажностью*;
- при температуре воздуха +15°C (верхнее значение), +5°C (нижнее значение)– в хранилище с регулируемой температурой и влажностью*.

Примечание: 1. Значения относительной влажности воздуха: для условий хранения 1.1 верхнее - 40% при 50 °С, среднегодовое - 30% при 20 °С; для условий хранения 1.2 верхнее - 55% при 15 °С, среднегодовое - 40% при 15 °С.

При этом оптимальными условиями хранения считаются температура от 10 до 35 °С и относительная влажность воздуха не более 80 %. Суточные колебания температуры не должны превышать 5 °С. Для контроля температуры и влажности в помещениях должны быть установлены соответствующие средства измерений.

Транспортная тара хранится отдельно в неотапливаемых помещениях или под навесами в условиях, обеспечивающих ее сохранность.

10.3.2. Хроматографы, не используемые в работе длительное время (более полугод), подготавливают к консервации. Для этого у хроматографов заглушают газовые линии. После чего хроматографы со специальной надписью «Консервация» оставляют на рабочем месте или помещают на отдельный стеллаж. В журнале учета СИ подразделения необходимо указать дату вывода СИ из эксплуатации.

ЗИП для капиллярного варианта

№ п/п	Обозначение	Наименование	Кол-во
1	ХАС 8.683.007	Втулка конусная	10 шт.
2	ХАС 8.683.019	Втулка конусная	10 шт.
3		Ключ 8x10	1 шт.
4		Ключ 10x12	1 шт.
5		Ключ 5,5x7	1 шт.
6		Отвертка	1 шт.
7*	б/ч	Трубка 2,0x0,5- 12X18H10T	3 м
8*	б/ч	Трубка фторопластовая	4 м
9	ХАС 8.223.016	Ниппель для НК	4 шт.
10	ХАС 8.930.008	Гайка	4 шт.
11	ХАС 8.930.045-01	Гайка с прорезью	2 шт.
12	ХАС 8.223.018-01	Ниппель для КК	4 шт.
13	ХАС 8.223.017-01	Графитовая муфта	10 шт.
14	ХАС 8.223.017	Графитовая муфта	10 шт.
15		Предохранитель 1А	2 шт.

№ п/п	Обозначение	Наименование	Кол-во
16		Предохранитель 10А	2 шт.
17	ХАС 7.352.010	Лайнер	2 шт.
18	ХАС 8.683.013	Втулка конусная	4 шт.
19	ХАС 8.683.004	Мембрана испарителя	50 шт.
20	ХАС 7.890.002	Изолятор	1 шт.
21	Code №71605100	Свеча калильная	1 шт.
22	ХАС 5.877.001-	Горелка	
23	ХАС 8.680.001	Прокладка алюминиевая	2 шт.
24	ХАС 8.683.010	Кольцо резиновое	3 шт.
25	Стандартное изделие	Шайба	10 шт.
26	ХАС 7.723.004	Шайба	5 шт.
27	ХАС 8.930.045	Гайка	4 шт.
28	ХАС 8.652.065	Переходник для фильтра на зад. стенке	3 шт.
29	ХАС 8.652.054	Штуцер для редуктора	1 шт.

Примечание. *Поз. 7, 8 укладываются в ящик вместе с прибором.

ЗИП для насадочного варианта

№ п/п	Обозначение	Наименование	Кол-во
1	ХАС 8.683.007	Втулка конусная	10 шт.
2	ХАС 8.683.019	Втулка конусная	10 шт.
3		Ключ 8x10	1 шт.
4		Ключ 10x12	1 шт.
5		Ключ 5,5x7	1 шт.
6		Отвертка шлицевая	1 шт.
7*	б/ч	Трубка 2,0x0,5- 12X18H10T	3 м
8*	б/ч	Трубка фторопластовая	4 м
9	ХАС 8.223.016	Ниппель	4 шт.
10	ХАС 8.930.008	Гайка	4 шт.
11	ХАС 8.223.017	Графитовая муфта	10 шт.
12		Предохранитель 1А	2 шт.
13		Предохранитель 10А	2 шт.
14	ХАС 8.652.054	Штуцер для редуктора	1шт.

№ п/п	Обозначение	Наименование	Кол-во
15	ХАС 7.352.001	Лайнер	1 шт.
16	ХАС 8.683.013	Втулка конусная	2 шт.
17	ХАС 8.683.004	Пробка резиновая	50 шт.
18	ХАС 7.890.002	Изолятор	1 шт.
19	Code №71605100	Свеча калильная	1 шт.
20	ХАС 5.877.001- 01СБ	Горелка	1 шт.
21	ХАС 8.680.001	Прокладка алюминиевая	2 шт.
22	ХАС 8.683.010	Кольцо резиновое	3 шт.
23	Стандартное изделие	Шайба	10 шт.
24	ХАС 7.723.004	Шайба	5 шт.
25	ХАС 8.930.045	Гайка	3 шт.
26	ХАС 8.652.065	Переходник для фильтра на зад. стенке	1 шт.

Примечание. *Поз. 7, 8 укладываются в ящик вместе с прибором.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ФБУ «Нижегородский ЦСМ»

А.Н.Лахонин

_____ 2018 г.



Комплекс
хроматографический газовый
"Хромос ГХ-1000 "

Методика поверки

Настоящая инструкция распространяется на комплексы хроматографические газовые «Хромос GX-1000» (далее - хроматографы) и устанавливает методы и средства их первичной и периодической поверки. Методика поверки составлена в соответствии с ГОСТ 8.485-2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Хроматографы аналитические газовые лабораторные. Методика поверки.

Настоящая методика поверки включает в себя изменения:

№ 1 от 01.10.2015 г. к документу:

«Комплекс хроматографический газовый «Хромос GX-1000» Методика поверки», утвержденной ГЦИ СИ ФБУ «Нижегородский ЦСМ» 14.10.2013 г.

Изменения № 2 к МП от 07.05.2018 г. к документу: «Комплекс хроматографический газовый «Хромос GX-1000» Методика поверки» утвержденной ГЦИ СИ ФБУ «Нижегородский ЦСМ» 14.10.2013 г.

Хроматограф является индивидуально градуируемым измерительным средством (системой). На хроматограф распространяется действие ГОСТ 26703-93.

Межповерочный интервал - один год.

При выпуске из производства хроматографа, укомплектованного испарителем и краном-дозатором, первичная поверка проводится как при дозировании жидкости микрошприцем, так и при введении газовой пробы краном-дозатором.

Для хроматографа, имеющего несколько детекторов допускается проводить периодическую поверку с теми детекторами (детектором), с которыми эксплуатируется хроматограф.

При эксплуатации хроматографа с испарителем, допускается проводить его периодическую поверку только по жидким контрольным смесям.

При эксплуатации хроматографа с краном-дозатором, допускается проводить его периодическую поверку только с использованием поверочных газовых смесей (ПГС).

(Измененная редакция, изм. №1)

1 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1-Операции поверки

Наименование операции	Номер подраздела пункта методики	Обязательность проведения операции		
		при выпуске из производства	при выпуске из ремонта	при периодической поверке
1. Внешний осмотр	3.1	Да	Да	Да
2. Опробование	3.2.			
2.1 Проверка прочности электрической изоляции	3.2.1.1.	Да	Да*	Нет
2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции	3.2.1.2.	Да	Да*	Нет
2.3.Проверка качества заземления	3.2.1.3.	Да	Да*	Нет

2.4 Определение уровня шумов	3.2.4	Да	Да	Да ¹⁾
2.5. Определение уровня дрейфа	3.2.5	Да	Да	Да ¹⁾
2.6. Определение предела детектирования	3.2.6	Да	Да	Да ¹⁾
3. Определение метрологических характеристик:	3.3.	Да	Да	Да
3.1.Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала	3.3.1.	Да	Да	Да ¹⁾
3.2.Определение изменения выходного сигнала ²⁾ за 48ч непрерывной работы хроматографа	3.3.2.	Нет	Нет	Нет
3.3.Определение показателей точности результатов измерений, установленных в НД на методику измерений	3.3.3.	Нет	Нет	Да ³⁾
<p>1)- при отсутствии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке по ГОСТ 8.563</p> <p>2)- при утверждении типа и при периодических испытаниях</p> <p>3)- при наличии НД на методику измерений, аттестованную в установленном порядке</p> <p>* - если производился ремонт электрических цепей</p>				

1.2 При проведении поверки применяют средства поверки (приборы, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы), указанные в таблице 2.

Таблица 2 (Измененная редакция, изм. №1,2)

Таблица 2-Средства поверки

Наименование	Обозначение нормативного документа	Технические характеристики
Гигрометр психрометрический ВИТ-2	ТУ 14307481.001-92	Погрешность измерения температуры $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$ в диапазоне от 0°C до 25°C , Погрешность измерения влажности $\pm 6\%$ в диапазоне от 20% до 90%
Весы лабораторные электронные ME 235 S.	рег.№ 21464-07	Погрешность $\pm(0,00002-0,00024)$ г
Барометр-анероид БАММ-1	ТУ 25-04-1618-72	Диапазон от (80-110)кПа

Секундомер типа СДПР-1-2-010	ТУ 25-1819.0021-90	Погрешность $\pm 1,8$ с.
Термометр ТСЖ-К по цена деления $1,0^{\circ}\text{C}$ ($-10-50^{\circ}\text{C}$)	ТУ У 33.2-24667973-001-2001	Диапазон от -10°C до 50°C , цена деления $1,0^{\circ}\text{C}$
Микрошприцы типа МШ-10М (или любого типа со свидетельством о поверке)	ТУ 5Е2.833.106	Вместимость $10 \cdot 10^{-3} \text{ см}^3$
Колбы мерные	ГОСТ 1770-74	Класс точности 2, вместимостью 10,25,100,250,500 см^3
Пипетки	ГОСТ 29227-91	Класс точности 2, вместимостью 1 см^3
Азот особой чистоты 1 сорта (ОСЧ)	ГОСТ 9293-74	Объемная доля основного вещества 99,999%
Азот повышенной чистоты	ГОСТ 9293-74	Объемная доля основного вещества 99,95%
Аргон газообразный высшего сорта	ГОСТ 10157-79	Объемная доля основного вещества 99,993%
Аргон газообразный высокой чистоты	ТУ 6-21-12-94	Объемная доля основного вещества 99,998%
Водород технический, марка А	ГОСТ 3022-80	Объемная доля основного вещества 99,99%
Воздух технический	ГОСТ 17433-80	Класс загрязненности 1
Гелий газообразный, марка А	ТУ 9271-135-31323949-2005	Объемная доля основного вещества 99,995%
Гелий высокой чистоты марка 5.5	ТУ 0271-001-45905715-02 с	Объемная доля основного вещества 99,9995%
Гелий высокой чистоты марка 6.0	изм1 ТУ 0271-001-45905715-02 с изм1	Объемная доля основного вещества 99,9999%
Хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS		Фракция 0,16 - 0,20 мм
Оксид алюминия активный марки АОА-1	ГОСТ 8136-85	фракция 0,25- 0,5 мм
Жидкая фаза SE-30		
Колонка стеклянная		Длина 1-2м, внутренний диаметр 2,5мм
Колонка металлическая		Длина 1-2м, внутренний диаметр 3мм
Колонка металлическая		Длина 4м, внутренний диаметр 3мм
Колонка капиллярная НР-5 (5% фенил) 95% метилсиликон		30м x 0,32мм x 0,5мкм
СО состава газовой смеси: пропан-азот	ГСО 10651-2015	Объемная доля пропана от 0,1 % до 0,5%

СО состава газовой смеси пропан-гелий	ГСО 10655-2015	Объемная доля пропана от 0,1 % до 0,5%
СО состава газовой смеси: сероводород-азот	ГСО 10328-2013	Массовая концентрация сероводорода от 9 мг/м ³ до 13 мг/м ³
СО состава газовой смеси: сероводород-метан	ГСО 10538-2014	Массовая концентрация сероводорода от 4мг/м ³ до 20 мг/м ³
СО состава газовой смеси: водород-азот	ГСО 10651-2015	Объемная доля водорода от 0,6% до 1,0%
СО состава газовой смеси: метан - гелий	ГСО 10532-2014	от 5 млн. ⁻¹ (ppm) до 10 млн. ⁻¹ (ppm)
Гептан эталонный	ГОСТ 25828-83	Массовая доля основного вещества не менее 99%
Линдан	ГСО 8890-2007	Массовая доля основного вещества не менее 98,7%
Метафос (паратион-метил)	ГСО 7888-2001	Массовая доля основного вещества не менее 99,40%
Гексан х.ч.	ТУ 6-09-4521-84	Массовая доля основного вещества не менее 99,00%
Октан х.ч.	ТУ 6-09-661-76	Массовая доля основного вещества не менее 99,8%
Нонан ч.	ТУ 6-09-3731-74	Массовая доля основного вещества не менее 99,5%
Бензол х.ч.	ГСО 7141-95 (МСО 0038-1998)	Массовая доля основного вещества не менее 99,4%

Применяемые при поверке средства измерений должны быть поверены в соответствии с приказом Минпромторга № 1815 от 02.07.2015г; материалы и реактивы должны соответствовать требованиям, указанным в соответствующих сертификатах. **Абзац 1 (Введен дополнительно, изм. № 2).**

Допускается использовать другие средства измерения, метрологические и технические характеристики которых соответствуют указанным в методике поверки.

При наличии нормативной документации на МВИ по ГОСТ 8.563-96 технические характеристики колонок должны соответствовать требованиям раздела о средствах измерений МВИ. **Абзац 3 (Введен дополнительно, изм. № 2).**

Жидкие контрольные смеси для поверки изготавливаются объемно-весовым методом на основе указанных ГСО по прилагаемой инструкции (см. приложение 3 настоящей МП).

1.3 Расчет уровня шумов, дрейфа нулевого сигнала, предела детектирования и метрологических характеристик проводится с использованием программного обеспечения "Хромос», окно "Поверка". Отчет "Поверка» является основанием для выдачи свидетельства о поверке. (Образец отчета «Поверка» в приложении)

2 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

2.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды - $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
 - относительная влажность - от 30 % до 80 %;
 - атмосферное давление - от 84 до 106 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.), изменяющееся в процессе поверки не более чем на ± 5 кПа ($\pm 3,75$ мм рт.ст.);
 - напряжение переменного тока - (220 ± 22) В;
 - частота переменного тока – $(50 \pm 0,2)$ Гц;
5. механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работу комплекса, должны отсутствовать.

2.2 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- подготовка хроматографа в соответствии с НД;
- приготовление контрольных растворов (инструкция по приготовлению контрольных растворов приведена в приложении 1);

2.3 Требования безопасности

2.3.1. Все работы, относящиеся к поверке хроматографа, должны быть выполнены с соблюдением требований безопасности, приведенных в руководстве по эксплуатации, а также в правилах ПОТР М-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00 (Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок).

2.3.2. При поверке должны быть соблюдены требования безопасности и санитарно-гигиенические требования по ГОСТ 12.1.007

2.3.3. При эксплуатации хроматограф должен быть заземлен.

2.3.4. Мощность дозы радиоактивного излучения на поверхности хроматографа с детектором ЭЗД не превышает уровня природного радиоактивного фона $0,1 \text{ мкГр/час}$ (НРБ-99-2009, п.1.4).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

Первичная поверка проводится в объеме и последовательности, указанных в таблице 1.

Периодическая поверка у заказчика проводится в одном из двух вариантов:

- при отсутствии НД на МВИ- по методике поверки (таблица 1 п.п.1, 2.4, 2.5, 2.6, 3.1)
- при наличии НД на методику измерений, соответствующей требованиям ГОСТ Р 8.563 – по методике поверки (таблица 1 п.п.1, 3.3).

3.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают следующее:

- соответствие комплектности хроматографа и номеров блоков паспортным данным;
- исправность механизмов и крепежных деталей;
- четкость маркировки.

3.2 Опробование

Абзац 1 и 2 (введены дополнительно, изм. №1)

Для проверки идентификационного наименования и номера версии программного обеспечения необходимо выполнить следующую последовательность операций:

- включить персональный компьютер и дать время для загрузки операционной системы;

- после запуска ПО «Хромос» и отображения главного окна, нужно выбрать меню "Справка" - "О программе".

- В окне "О программе" отобразится требуемая информация.

Идентификационные данные программного обеспечения **Абзац 2 (ведено дополнительно, изм.№2):**

Наименование программного обеспечения	Хромос
Идентификационное наименование программного обеспечения	CalcModule.dll
Номер версии (идентификационный номер) программного обеспечения	1.2
Цифровой идентификатор программного обеспечения (контрольная сумма исполняемого кода)	37c2b7ab
Алгоритм вычисления цифрового идентификатора программного кода	CRC-32

Строка 1,3,4 таблицы введены дополнительно.

При опробовании проверяется правильность прохождения теста при включении прибора, идентификации программного обеспечения. Результаты опробования считаются положительными, если по окончании времени тестирования хроматографа, отсутствует сообщение о неисправности и появляются идентификационные данные программного обеспечения.

3.2.1.Опробование осуществляют в соответствии с требованиями НД на хроматограф.

Проверка качества электрической изоляции включает в себя проверку прочности изоляции и измерение сопротивления изоляции хроматографа.

3.2.1.1.Прочность изоляции силовых цепей проверяется на пробойной установке УПУ-1М испытательным напряжением 1500В, частотой 50Гц.

Испытательное напряжение прикладывается между соединенными вместе контактами сетевой вилки хроматографа и клеммой заземления. Сетевой тумблер на хроматографе поставить в положение "ВКЛ."

На цепь, подвергаемую проверке, подать рабочее напряжение и увеличивать его плавно за время 5-10 секунд до величины испытательного напряжения и выдержать в течение 1 минуты. Хроматограф считать выдержавшим испытания, если отсутствует пробой или поверхностный разряд.

3.2.1.2.Измерение сопротивления изоляции следует проводить мегаомметром М4100/4 при испытательном напряжении 500В.

Сопротивление изоляции хроматографа измеряется между соединенными вместе контактами сетевой вилки и клеммой заземления. Сетевой тумблер на хроматографе поставить в положение "ВКЛ."

Величина сопротивления изоляции должна быть не менее 20 МОм во всем диапазоне температур окружающей среды.

3.2.1.3.Проверка качества заземления хроматографа производится измерением сопротивления между заземляющей клеммой и любой доступной прикосновению металлической нетоковедущей частью хроматографа, которая может оказаться под напряжением. Измеренное сопротивление должно быть не более 0,1 Ом.

3.2.2.Для поверки проточных ДТП в качестве газа-носителя используют гелий марка А, полудиффузионного ДТП – аргон высокой чистоты, ЭЗД - азот особой чистоты 1-го сорта по ГОСТ 9203-74, ПРД – гелий высокой чистоты марка 5.5 или 6.0, для остальных детекторов- азот повышенной чистоты по ГОСТ 9293-74 или гелий марка А.

Хроматограф включают и после выхода на рабочий режим определяют уровень шумов, дрейф нулевого сигнала, предел детектирования.

Время выхода на рабочий режим для всех детекторов составляет 2 часа.

Условия проведения поверки детекторов хроматографа приведены в таблице 3. (Измененная редакция, изм. №1,2).

Таблица 3-Условия проведения поверки

Детектор	Наименование параметров режима	Значение параметра	Применяемая колонка
ПИД	Температура термостатов, °С:		Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение 0,16-0,20 мм), пропитанный 5% силикона SE-30, Для крана-дозатора: стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция 0,2-0,35 мм. для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной 20-60 метров, диаметром 0,25-0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная
	-колонок	80±20	
	-испарителя	180±10	
	-крана-дозатора	80±10	
	-детектора	180±10	
	Тип газа-носителя	гелий	
	Расходы, см ³ /мин:	(азот)	
	-газ-носитель	25±5	
-водород	25±5		
-воздух	250±50		
-газ поддува	25±5		
ПФД-S	Температура термостатов, °С:		1. для поверки по метафосу: Для испарителя: стеклянная, длина 1-2м., жидкая фаза – силикон SE-30 3-5% от массы носителя, носитель – хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS, фракция 0,16-0,20 мм - капиллярная с неполярной фазой, например, VB-1 30м x 0,53мм x 0,5 мкм (колонки, длиной более 30м и с толщиной НЖФ более 1 мкм использовать не рекомендуется, ввиду большого времени удерживания метафоса) 2. для поверки по сероводороду: - капиллярные колонки с неполярной фазой, например, капиллярные колонки с полиметилсилоксановой НФ, типа VB-1 60м x 0,53мм x 1,5мкм , Rtx-1 100 м x 0,53мм x 5мкм. См. Примечание 2, Таблица 4
	-колонок	200±20	
	-испарителя	250±20	
	-детектора	150±10	
	Тип газа-носителя	гелий	
	Расходы, см ³ /мин:	(азот)	
	-газ-носитель	30±5	
	-водород	140±10	
	-воздух	90±10	
	-поддув (азот, аргон)	90±10	
	Температура термостатов, °С:		
	-колонок	50±20	
	-кран-дозатор	80±10	
	-испаритель	80±10	
-детектора	140±10		
Тип газа-носителя	гелий		
Расходы, см ³ /мин:	(азот)		
-газ-носитель	20±10		
-водород	140±10		
-воздух	90±10		

	-поддув (азот, аргон)	90±10	
ЭЗД	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - газ поддува	200±20 250±20 250±50 азот (ОСЧ) 30±5 30±2	Для испарителя: стеклянная, длина 1-2м., жидкая фаза – силикон SE-30 3-5% от массы носителя, носитель – хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS, фракция 0,16-0,20 мм (или инертон) для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной 30-60 метров, диаметром 0,25-0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная
ФИД	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -детектора Тип газа-носителя Расход, см ³ /мин: -газ-носитель - газ поддува	60±20 180±20 180±20 азот (гелий) 20±5 15+5	Для насадочного испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение 0,16-0,20 мм), пропитанный 5% силикона SE-30, для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной 20-60 метров, диаметром 0,25-0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная
ТИД	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель -водород -воздух - газ поддува	190±20 230±20 330±5 азот (гелий) 25±5 13±2 150+20 20+5	Для насадочного испарителя: стеклянная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение 0,16-0,20 мм), пропитанный 5% силикона SE-30, для капиллярного испарителя капиллярная колонка длиной 20-60 метров, диаметром 0,25-0,53 мм, толщина пленки не более 0,5 мкм, типа DB-1, HP-5, VB-5 или аналогичная
ДТП проточный по гептану или пропану	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - сравнительный газ Напряжение моста, В	80±20 150±10 80 ±10 150±20 гелий 20±5 20±5 6	Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение 0,16-0,20 мм), пропитанный 5% силикона SE-30, для крана-дозатора: стальная, длина 1м, сорбент: окись алюминия активная, фракция 0,2-0,35 мм.
ДТП проточный	Температура		для крана-дозатора: стальная, длина

по водороду	термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - гелий - сравнительный газ Напряжение моста, В	80±20 150±10 80 ±10 150±20 аргон 15±5 15±5 3	2-4м, сорбент: молекулярные сита, фракция 40/60 или 60/80 меш.
ДТП проточный, повышенной чувствительности по гептану или пропану	Температура термостатов, °С: - колонок -испарителя - крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - сравнительный газ Напряжение моста, В	80±20 150±10 80±10 150±20 гелий 20±5 20±5 8-10	Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение 0,16-0,20 мм), пропитанный 5% силикона SE-30, для крана-дозатора: стальная, длина 1м, сорбент: окись алюминия активная, фракция 0,2-0,35 мм.
ДТП проточный, повышенной чувствительности по водороду	Температура термостатов, °С: - колонок -испарителя - крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - сравнительный газ Напряжение моста, В	80±20 150±10 80±10 150±20 аргон 15±5 15±5 4-5	для крана-дозатора: стальная, длина 2-4м, сорбент: молекулярные сита, фракция 40/60 или 60/80 меш.
ДТП полудиффузионный	Температура термостатов, °С: -колонок - крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель - сравнительный газ	60±20 80 ±10 150±20 аргон 10±3 10±3	стальная, длина 2м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция 0,2-0,35мм

	Напряжение моста, В	3	
ДТП микрообъем-ный по пропану	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель -сравнительный газ Напряжение моста, В	80±20 150±10 80 ±10 150±20 гелий 8±2 8±2 3-4	Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение 0,16-0,20 мм), пропитанный 5% силикона SE-30, для крана-дозатора: стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция 0,2-0,35 мм.
ДТП микрообъем-ный по водороду	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель -сравнительный газ Напряжение моста, В	80±20 150±10 80 ±10 150±20 аргон 8±2 8±2 2-2,5	для крана-дозатора: стальная, длина 2-4м, сорбент: молекулярные сита, фракция 40/60 или 60/80 меш.
ДТП микрообъемный "Valco"	Температура термостатов, °С: -колонок -испарителя -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель -сравнительный газ Напряжение моста, В	80±20 150±10 80 ±10 150±20 гелий 8±2 8±2 2,5	Для испарителя: стальная, длина 1 м, сорбент: хроматон N-AW-HMDS или N-AW-DMCS (зернение 0,16-0,20 мм), пропитанный 5% силикона SE-30, для крана-дозатора: стальная, длина 1 м, сорбент: окись алюминия активная, фракция 0,2-0,35 мм.
Термохимический детектор ТХД	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора Тип газа-носителя	50±15 80 ±10 50±5 воздух	стальная, длина 4 м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция 0,2-0,35мм

	Расход, см ³ /мин: -газ-носитель (воздух)	25±10	
	Напряжение моста, В	7,3-7,7	
Детектор ПРД D-2-220 "Valco"	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора	80±20 80±10 120±5	Капиллярная колонка «Molsieve 5A PLOT» длиной 30-60 метров, диаметром 0,53 мм, или аналогичная
	Тип газа-носителя	гелий 5.5 гелий 6.0	
	Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель	6±1	
	-газ разряда	30±3	
Детектор ПРД D-2-I-220 "Valco"	Температура термостатов, °С: -колонок -крана-дозатора -детектора	80±20 80±10 80±5	стальная, длина 3м, сорбент: молекулярные сита NaX или CaA, фракция 0,2-0,35мм
	Тип газа-носителя	гелий 5.5 гелий 6.0	
	Расходы, см ³ /мин: -газ-носитель	12±3	
	-газ разряда	45±5	

Примечание:

1. Наименование детекторов: ДТП проточный, ДТП проточный, повышенной чувствительности - для хроматографов, выпущенных после 09.2015 г. **(введено дополнительно, изм. №1)**

2. При использовании капиллярной колонки давление, расход и температура колонки устанавливается в зависимости от ее параметров (длины, диаметра и толщины пленки).

3.2.4. Для определения уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала после выхода прибора на режим записывают и сохраняют хроматограмму длительностью 1 час.

Для измерения уровня шумов на полученной хроматограмме выделяют участок хроматограммы не менее 10 минут, не содержащий одиночных выбросов, длительностью более 1 с. Выделенный участок хроматограммы сохраняется в виде самостоятельной хроматограммы и обрабатывается в разделе «Проверка» ПО «Хромос».

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала $\Delta'x$ для детекторов ПИД, ЭЗД, ТИД, ФИД, ПФД-S (в амперах (А)) определяют ПО «Хромос» по формуле (1):

$$\Delta'x = \frac{\Delta x}{K_{\text{пр}}} \quad (1)$$

Δx – максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала в милливольтгах (мВ) с полупериодом (длительностью импульса), не превышающее 10с, рассчитанное ПО «Хромос» в разделе «Поверка».

$K_{\text{пр}}$ – коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала в соответствии с НД на программное обеспечение. (10^{-13} А/мВ)

Для хроматографов, выпущенных после 09.2015 г, по формуле 1.1

$$\Delta'x = \Delta x \cdot K_{\text{пр}} \quad (1.1)$$

$K_{\text{пр}}$ - коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала для детекторов:

ПИД, ТИД, ПФД-S, ФИД, ЭЗД $K_{\text{пр}} = 10^{-13}$ А/мВ

ДТП, ТХД $K_{\text{пр}} = 10^{-5}$ В/мВ

ПРД $K_{\text{пр}} = 10^{-3}$ В/мВ

Значение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала $\Delta'x$ для детекторов ДТП, ПРД, ТХД (в вольтах (В)), рассчитывается ПО «Хромос» в разделе «Поверка».

Абзацы 4 и 5 (Введены дополнительно, изм. № 1).

3.2.5. Для измерения дрейфа нулевого сигнала сохраненную хроматограмму дрейфа обрабатывают в разделе «Поверка» ПО «Хромос».

Значение дрейфа нулевого сигнала $\Delta'y$ детекторов ПИД, ЭЗД, ТИД, ПФД-S, ФИД (в амперах в час (А/ч)) определяется по формуле:

$$\Delta'y = \frac{\Delta y}{K_{\text{пр}}} \quad (2)$$

Δy - смещение уровня нулевого сигнала детектора, зарегистрированное ПО «Хромос», мВ/ч.

$K_{\text{пр}}$ - коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала в соответствии с НД на программное обеспечение. (10^{-13} А/мВ)

Для хроматографов, выпущенных после 09.2015 г, по формуле 2.2

$$\Delta'y = \Delta y \cdot K_{\text{пр}} \quad (2.2)$$

$K_{\text{пр}}$ - коэффициент преобразования усилителя выходного сигнала для детекторов:

ПИД, ТИД, ПФД-S, ФИД, ЭЗД $K_{\text{пр}} = 10^{-13}$ А/мВ

ДТП, ТХД $K_{\text{пр}} = 10^{-5}$ В/мВ

ПРД $K_{\text{пр}} = 10^{-3}$ В/мВ

Значение дрейфа нулевого сигнала детекторов ДТП, ПРД, ТХД определяется как смещение уровня нулевого сигнала детектора, зарегистрированное ПО «Хромос», В/ч.

Абзацы 3 и 4 (Введены дополнительно, изм. № 1).

3.2.6 Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала детекторов не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

Таблица 4 - Уровень флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала с детекторами

Детектор	Уровень шума	Уровень дрейфа
ПИД	$1,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ПИД повышенной чувствительности	$1,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ДТП проточный (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП проточный (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП проточный, повышенной чувствительности (г-н гелий)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП проточный, повышенной чувствительности (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП полудиффузионный	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП микрообъемный (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ДТП микрообъемный (г-н аргон)	$1,5 \cdot 10^{-7}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч
ДТП микрообъемный «Valco»	$8,0 \cdot 10^{-8}$ В	$1,0 \cdot 10^{-5}$ В/ч
ТИД	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$1,0 \cdot 10^{-12}$ А/ч
ЭЗД	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-13}$ А/ч
ПФД-S	$2,6 \cdot 10^{-12}$ А	$1,0 \cdot 10^{-11}$ А/ч
ФИД (лампа КрРВ)	$2,0 \cdot 10^{-14}$ А	$5,0 \cdot 10^{-12}$ А/ч
ПРД	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В	$1,0 \cdot 10^{-2}$ В/ч
ТХД	$1,0 \cdot 10^{-6}$ В	$1,0 \cdot 10^{-4}$ В/ч

п.3.2.6 Измененная редакция, изм.№2

3.2.7. Для определения предела детектирования вводят в хроматограф, соответствующий проверяемому детектору контрольный образец (таблица 5). Раствор объемом $(1-3) \cdot 10^{-3}$ см³ вводят с помощью микрошприца, газовую смесь $0,1-2$ см³ - газовым краном-дозатором.

Режимы поверки и газ-носитель — в соответствии с таблицей 3.

Таблица 5 - Контрольные образцы

Детекторы	Контрольная смесь	Концентрация, насадочный вариант	Объем пробы	Концентрация, капиллярный вариант	Объем пробы
ПИД	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см ³	$(1-2) \cdot 10^{-3}$ см ³	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см ³	$1 \cdot 10^{-3}$ см ³
	Пропан в гелии	(0,1-0,5)%	0,01-2 см ³	(0,1-0,5)%	0,01-2 см ³

	Пропан в азоте	(0,1-0,5)%	0,01-2 см ³	(0,1-0,5)%	0,01-2 см ³
ДТП проточный	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см ³	$(1-2) \cdot 10^{-3}$ см ³	-	-
	Пропан в гелии	(0,1-0,5)%	0,01-2см ³	-	-
ДТП проточ- ный повышен- ной чувстви- тельности	Пропан в гелии	(0,1-0,5)%	0,01-2см ³	-	-
	Гептан в нонане	$2,73 \cdot 10^{-3}$ г/см ³	$(1-2) \cdot 10^{-3}$ см ³	-	-
ДТП полу- диффузи- онный	Водород в азоте	(0,6-1,0)%	0,01-2см ³	-	-
ДТП микро- объемный	Пропан в гелии	(0,1-0,5)%	0,01-2см ³	-	-
ДТП микро- объемный «Valco»	Пропан в гелии	(0,1-0,5)%	0,01-2см ³	-	-
ТИД	Метафос в ацетоне	$1 \cdot 10^{-6}$ г/см ³	$2 \cdot 10^{-3}$ см ³	$1 \cdot 10^{-5}$ г/см ³	$1 \cdot 10^{-3}$ см ³
ЭЗД	Линдан в гексане	$2 \cdot 10^{-8}$ г/см ³	$2 \cdot 10^{-3}$ см ³	$2 \cdot 10^{-7}$ г/см ³	$1 \cdot 10^{-3}$ см ³
ПФД-S	Метафос в гексане	$1 \cdot 10^{-5}$ г/см ³	$2 \cdot 10^{-3}$ см ³	$1 \cdot 10^{-4}$ г/см ³	$(1-2) \cdot 10^{-3}$ см ³
	Сероводород в азоте	-	-	(9-13) мг/м ³	1 - 0,25 см ³

	Сероводород в метане	-	-	(4-20) мг/м ³	1 - 0,25 см ³
ФИД	Бензол в нонане	1·10 ⁻⁴ г/см ³	2·10 ⁻³ см ³	1·10 ⁻⁴ г/см ³	1·10 ⁻³ см ³
ПРД	Метан в гелии	(5-10) ppm	(0,5-1,0) см ³	(5-10) ppm	(20-50)·10 ⁻³ см ³
ТХД	Водород в азоте	0,6-1,0)%	1 см ³	-	-

п.3.2.7 (Измененная редакция, изм.№2)

Для ПИД, ТИД, ЭЗД, ПФД-S, ФИД предел детектирования J_{min} , г/с, рассчитывают по формуле:

$$J_{min} = \frac{2\Delta x * m}{S_{cp} * 60} \quad (3)$$

Для ДТП, ТХД, ПРД предел детектирования C_{min} , г/см³, - по формуле:

$$C_{min} = \frac{2\Delta x * m}{S_{cp} * V_{гн}} \quad (4)$$

где Δx - максимальное значение амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала в милливольтгах (мВ) с полупериодом (длительностью импульса), не превышающее 10с, рассчитанное ПО «Хромос» в разделе «Поверка»;

m - масса контрольного вещества, г;

S_{cp} - среднее арифметическое значение площадей пика контрольного вещества, мВ·мин;

$V_{гн}$ - расход газа-носителя, см³/мин

60 - коэффициент пересчета времени, с/мин

Массу контрольного вещества (m , г) при использовании раствора определяют по формуле:

$$m = V * C * K \quad (5)$$

где V — объем раствора, см³;

C — концентрация контрольного вещества, г/см³;

K - коэффициент, учитывающий содержание фосфора и серы в метафосе (паратион-метиле), равный 0,12.

В остальных случаях коэффициент принимают равным единице.

При использовании газовой пробы массу контрольного вещества (m , г) определяют по формуле:

$$m = \frac{V\partial * C * M * 0.01 * P * 10^{-3}}{R(T_{кр} + 273)} \quad (6)$$

где $V\partial$ — объем дозы крана, см³;

C — объемная доля контрольного вещества в газовой смеси, %_{об};

P — давление в дозе, мм.рт.ст;

R — газовая постоянная $R = 62,364$ мм.рт.ст · дм³ / (моль · К);

10^{-3} - коэффициент пересчета объема дозы $V\partial$ (см³) = $V\partial$ (дм³) 10^{-3} ;

T - температура крана (дозы), °С.

M - молярная масса контрольного вещества (для справки: $M_{\text{пропана}} = 44$ г/моль, $M_{\text{метана}} = 16$ г/моль, $M_{\text{водорода}} = 2$ г/моль; $M_{\text{сероводорода}} = 34$ г/моль);

Для хроматографов, выпущенных после 09.2015 г, по формуле 6.1

$$m = \frac{V\partial * C * M * 0.01 * P * 10^{-3} * K}{R(T_{кр} + 273)} \quad (6.1)$$

K - коэффициент, учитывающий содержание углерода в пропане равный 0,82.

Для остальных контрольных веществ $K = 1$.

Абзацы 7 и 8 (Введены дополнительно, изм. № 1).

Если в паспорте на ПГС указана концентрация компонента в мг/м³ или в долях на миллион (ppm), необходимо пересчитать концентрации в %_{об} исходя из того, что

$$C\%_{об} = \frac{C_K}{\rho_K} * 100 \% \quad (7)$$

$$C\%_{об} = C_{ppm} * 10^{-4} \quad (8)$$

где C_K — концентрация компонента в ПГС, мг/м³;

$\frac{C_K}{\rho_K}$ - $C_{об.доля}$ — концентрация компонента в ПГС, объемных долях;

ρ_K — плотность компонента, мг/м³.

При определении предела детектирования с помощью ПО «Хромос», раздел «Поверка» указанные выше пересчеты проводятся автоматически

Масса вещества, попадающего в детектор в режиме со сбросом пробы m_D рассчитывается по формуле:

$$m_D = \frac{m_u}{K} \quad (9)$$

где m_u - масса контрольного компонента, вводимого в испаритель,

K - коэффициент деления пробы.

Коэффициент K равен:

$$K = 1 + \frac{Q_{сб}}{Q_k} \quad (10)$$

где Q_k - расход газа-носителя через капиллярную колонку, см³/мин;
 - расход газа-носителя по линии сброса пробы, см³/мин.

Полученные значения предела детектирования не должны превышать значений, указанных в таблице 6. **Абзац изменен (изм.№2)**

Таблица 6- Пределы детектирования детекторов

ПИД, по гептану или пропану, гС/с	$1,3 \cdot 10^{-12}$
ПИД, повышенной чувствительности по гептану или пропану, гС/с	$1,1 \cdot 10^{-12}$
ДТП проточный, по гептану или пропану, г/см ³ (г-н гелий)	$8,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, по водороду, г/см ³ (г-н аргон)	$1,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по гептану или пропану, г/см ³ (г-н гелий)	$3,5 \cdot 10^{-10}$
ДТП проточный, повышенной чувствительности, по водороду, г/см ³ (г-н аргон)	$8,0 \cdot 10^{-11}$
ДТП полудиффузионный, по водороду, г/см ³ (г-н аргон)	$8,0 \cdot 10^{-11}$
ДТП микрообъемный, по гептану или пропану, г/см ³ (г-н гелий)	$1,0 \cdot 10^{-9}$
ДТП микрообъемный, по водороду, г/см ³ (г-н аргон)	$7,0 \cdot 10^{-10}$
ДТП микрообъемный «Valco», по гептану или пропану, г/см ³ (г-н гелий)	$5,0 \cdot 10^{-9}$
ТИД, по фосфору в метафосе с ацетоном, гР/с	$1,8 \cdot 10^{-14}$
ЭЗД, по линдану в гексане, г/с	$1,7 \cdot 10^{-14}$
ПФД-S, по сере в метафосе, гS/с	$1,0 \cdot 10^{-12}$
ПФД-S, по сероводороду в азоте, г/с	$1,0 \cdot 10^{-13}$
ПФД-S, по сероводороду в метане, г/с	$8,0 \cdot 10^{-13}$
ФИД (лампа КрРВ), по бензолу, г/с	$2,0 \cdot 10^{-13}$
ПРД, по метану в гелии, г/с	$2,2 \cdot 10^{-13}$
ТХД, по водороду, г/см ³	$5,0 \cdot 10^{-10}$

Таблица 6 (Измененная редакция, изм.№2)

3.3 Определение метрологических характеристик

3.3.1. Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала определяют при условиях, указанных в таблицах 4 и 5, одновременно допускается выполнять определение предела детектирования. Допускается, согласно ГОСТ 26703-93 раздела 2 п.2.2., Примечания 3, при регистрации сигнала в цифровой форме не определять ОСКО высоты измеренного сигнала.

Относительное среднее квадратическое отклонение (ОСКО) выходного сигнала определяют для следующих информативных параметров выходного сигнала: времени удерживания $T_{уд}$ и площади пика $S_{пика}$

В хроматограф вводят пробу 10 раз. Определяют значения выходного сигнала (t_i, S_{ia}), находят их средние арифметические значения.

Значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО, %) G_t , G_s определяют по формулам:

$$G_t = \frac{100}{t_{cp}} * \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - t_{cp})^2}{n-1}} \quad (11)$$

$$G_s = \frac{100}{s_{cp}} * \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (s_i - s_{cp})^2}{n-1}} \quad (12)$$

где n - число результатов измерений, полученное после исключения выбросов (по ГОСТ Р ИСО 5725-2).

Значения ОСКО площадей пиков не должно превышать значений, указанных в таблице 7. Абзац изменен (изм. № 2)

Таблица 7 - Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (ОСКО) выходного сигнала (площади) в изотермическом режиме, %.

Детектор	Дозирование газовым краном	Дозирование жидкости через испаритель	
		Насадочная колонка	Капиллярная колонка
ПИД	1	2	4
ДТП проточный	1	2	-
ДТП проточный, повышенной чувствительности	1	2	-
ДТП полудифузионный	1	-	-
ДТП микрообъемный	1	-	-
ДТП микрообъемный «Valco»	1	-	-
ТИД	-	4	4
ЭЗД	-	4	4
ПФД-S	3	5	5
ФИД (лампа КрРВ)	-	4	4
ПРД	1	-	-
ТХД	2	-	-

Значение ОСКО времен удерживания не должно превышать 1,0 % при работе с любым детектором.

3.3.2. Относительное изменение параметров выходного сигнала за 48 часов непрерывной работы определяют следующим образом.

Проводят операции по п.5.3.1, и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала - X_{cp} (t_{cp} , s_{cp}). Через 48 часов непрерывной работы снова проводят операции по п.5.3.1, и определяют средние арифметические значения информативных параметров выходного сигнала - $X_{cрт}$ ($t_{cрт}$, $s_{cрт}$).

Относительное изменение параметров выходного сигнала $\delta t, \%$ за 48 часов определяют по формуле:

$$\delta t = \frac{(X_{срt} - X_{ср}) * 100}{X_{ср}} \quad (13)$$

Полученные значения изменения параметров выходного сигнала δt должны быть не более указанных в таблице 8. Абзац изменен (изм. № 2)

Таблица 8 - Предел допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала (площадей) от первоначального значения за 48 ч непрерывной работы, %

ПИД, ДТЦ, ПРД	±5
ТИД, ЭЗД, ФИД, ПФД-S, ТХД	±10

3.3.3 При проведении периодической поверки хроматографов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563 проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с нормативами контроля, установленными в НД на методики измерений.

4. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

4.1. При оформлении результатов поверки в форме протокола руководствуются приложением 4.

4.2. Если по результатам поверки хроматограф признают пригодным к применению, то на него наносят поверительное клеймо и выдают свидетельство о поверке установленного образца.

4.3. Если хроматограф по результатам поверки признают непригодным к применению, выписывают извещение о непригодности по форме установленного образца.

Приложение 3

Инструкция по приготовлению контрольных смесей**Приготовление контрольного раствора гептана в нонане
концентрации 2,73 мг/см³**

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора гептана в нонане с концентрацией 2,73 мг/см³ отбираем 1 см³ гептана эталонной пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводим до метки нонаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k}, \text{ где}$$

m - масса гептана, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10^3 - коэффициент пересчета г в мг.

Масса гептана (г) рассчитывается по формуле:

$$m = V_{\Gamma} * d_{\Gamma} * k * 10^{-2}, \text{ где}$$

V_{Γ} - объем гептана, см³

d_{Γ} - плотность гептана, г/см³

$d_{\Gamma} = 0,684$ г/см³ (Большой энциклопедический словарь. Химия)

k - массовая доля основного вещества (гептана), %

10^{-2} - коэффициент пересчета % концентрации.

$$m = 1 * 0,684 * 99,93 * 10^{-2} = 0,683 \text{ (г)}$$

Концентрация контрольного раствора гептана в нонане (мг/см³) согласно (1) будет составлять:

$$C = \frac{0,683 * 10^3}{250} = 2,73$$

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$m = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность, связанная с изменением плотности гептана при изменении температуры окружающей среды в диапазоне $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, незначительна и при расчете систематической погрешности приготовления раствора ею можно пренебречь.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 250см^3 (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,3\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,3 \cdot 100}{250} = 0,12\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема 1см^3 раствора пипеткой вместимостью 1см^3 (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,01 \cdot 100}{1} = 1\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,12^2 + 1^2} = 1\%$$

Приготовление контрольного раствора бензола в нонане концентрации $0,1 \text{ мг/см}^3$ (насадочный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Для приготовления исходного раствора бензола в нонане с концентрацией 1 мг/см^3 предварительно взвешенную колбу вместимостью 100см^3 помещаем $0,1\text{г}$ бензола, взвешиваем и доводим до метки октаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C (мг/см^3) осуществляется по формуле:

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k}, \text{ где}$$

m - масса бензола, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10^3 - коэффициент пересчета г в мг.

Готовим контрольный раствор бензола в нонане с концентрацией 0,1 мг/см³. Для этого отбираем 1 см³ исходного раствора бензола пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 10 см³ и доводим до метки нонаном.

Расчет концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле:

$$C_k = \frac{V \cdot C_1}{V_k}, \text{ где}$$

C_1 - концентрация бензола в исходном растворе, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2 + Q_5^2}, \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества - ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1 г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001 г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 * 0,0001 * 100}{0,1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100 см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 10см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,05\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,05 * 100}{10} = 0,5\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1см³ (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,01 * 100}{1} = 1\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,5^2 + 1^2} = 1\%$$

Приготовление контрольного раствора бензола в нонане концентрации 1,0 мг/см³ (капиллярный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20\pm 5)^\circ\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора бензола в нонане с концентрацией 1 мг/см³ в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100см³: помещаем 0,1г бензола, взвешиваем и доводим до метки нонаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C (мг/см³) осуществляется по формуле:

$$C_1 = \frac{m * 10^3}{V_k}, \text{ где}$$

m - масса бензола, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10^3 - коэффициент пересчета г в мг.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2} \quad , \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 * 0,0001 * 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,2см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2} = 0,3\%$$

Приготовление контрольного раствора линдана в гексане концентрации 0,0002 мг/см³ (из ГСО 8890-2007 капиллярный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов (20±5)⁰С.

Для приготовления контрольного раствора линдана в гексане с концентрацией 0,0002 мг/см³ :

- готовим исходный раствор №1 линдана в гексане с концентрацией 1 мг/см³ . Для этого в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см³ помещаем 0,1г ГСО линдана, взвешиваем. Содержимое колбы доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора №1 C_1 (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k} \quad , \text{ где}$$

m - масса линдана, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10^3 — коэффициент пересчета г в мг.

Готовим исходный раствор №2 линдана в гексане с концентрацией 0,02 мг/см³. Для этого отбираем 1 см³ исходного раствора №1 линдана пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 50 см³ и доводим до метки ацетоном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора №2 C_2 (мг/см³) осуществляется по формуле:

$$C_2 = \frac{V \cdot C_1}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_1 - концентрация линдана в исходном растворе №1, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

- готовим контрольный раствор линдана в гексане №3 с концентрацией 0,0002 мг/см³. Для этого отбираем 1 см³ исходного раствора №2 линдана в гексане пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 100 см³ и доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_2}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_2 - концентрация линдана в исходном растворе №2, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2 + Q_5^2 + Q_6^2 + Q_7^2} \quad , \text{ где}$$

Q_1 - погрешность реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах типа ВЛА-200 с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 * 0,0001 * 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,2см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,2см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 50см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,12см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,12 * 100}{50} = 0,24\%$$

Q_6 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1см³ (2-го класса) с погрешностью ±0,01см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_6 = \frac{0,01 * 100}{1} = 1\%$$

Q_7 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1см³ (2-го класса), с погрешностью ±0,01см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_7 = \frac{0,01 * 100}{1} = 1\%$$

$$Q = \sqrt{\overset{\text{Т.о.}}{0,2^2 + 0,2^2 + 0,2^2 + 0,24^2 + 1^2 + 1^2}} = 1,48\%$$

**Приготовление контрольного раствора линдана в гексане
концентрации 0,00002 мг/см³ (из ГСО 8890-2007 насадочный вариант)**

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов (20±5)⁰С.

Для приготовления контрольного раствора линдана в гексане с концентрацией 0,00002 мг/см³ :

- готовим исходный раствор №1 линдана в гексане с концентрацией 1 мг/см³ . Для этого в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см³ помещаем 0,1г ГСО линдана, взвешиваем. Содержимое колбы доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора №1 C_1 (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m * 10^3}{V_k} \quad , \text{ где}$$

m -масса линдана, г

V_k -объем мерной колбы, см³

10^3 -коэффициент пересчета г в мг.

- готовим исходный раствор №2 линдана в гексане с концентрацией 0,002 мг/см³. Для этого отбираем 1см³ исходного раствора №1 линдана пипеткой объемом 1см³, помещаем в мерную колбу на 500 см³ и доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора №2 C_1 (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_2 = \frac{V * C_1}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_1 -концентрация линдана в исходном растворе №1, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

- готовим контрольный раствор линдана в гексане №3 с концентрацией 0,00002 мг/см³. Для этого отбираем 0,5 см³ исходного раствора №2 линдана в гексане пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 50 см³ и доводим до метки гексаном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_2}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_2 - концентрация линдана в исходном растворе №2, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2 + Q_5^2 + Q_6^2 + Q_7^2} \quad , \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 * 0,0001 * 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100 см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 500 см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,5$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,5 * 100}{500} = 0,1\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 50см^3 (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,12\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,12 * 100}{50} = 0,24\%$$

Q_6 - погрешность измерения объема $0,5\text{ см}^3$ раствора пипеткой вместимостью 1см^3 (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_6 = \frac{0,01 * 100}{0,5} = 2\%$$

Q_7 - погрешность измерения объема 1 см^3 раствора пипеткой вместимостью 1см^3 (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_7 = \frac{0,01 * 100}{1} = 1\%$$

$$\text{Т.о. } Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,1^2 + 0,24^2 + 2^2 + 1^2} = 2,27\%$$

Приготовление контрольного раствора метафоса в ацетоне концентрации $0,01\text{ мг/см}^3$ (капиллярный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20\pm 5)^\circ\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора метафоса в ацетоне с концентрацией $0,01\text{ мг/см}^3$:

- готовим исходный раствор метафоса в ацетоне с концентрацией 1 мг/см^3 . Для этого в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см^3 помещаем $0,1\text{г}$ ГСО метафоса, взвешиваем. Содержимое колбы доводим до метки ацетоном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора C_1 (мг/см^3) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k} \quad , \text{ где}$$

m - масса метафоса, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10^3 - коэффициент пересчета г в мг.

- готовим контрольный раствор метафоса в ацетоне с концентрацией 0,01 мг/см³. Для этого отбираем 0,5 см³ исходного раствора метафоса пипеткой объемом 1 см³, помещаем в мерную колбу на 50 см³ и доводим до метки ацетоном.

Расчет концентрации контрольного раствора C_k (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_1}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_1 - концентрация метафоса в исходном растворе, мг/см³

V_k - объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2 + Q_5^2} \quad , \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 * 0,0001 * 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100 см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,2 см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 50 см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,12$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,12 * 100}{50} = 0,24\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема 0,5 см³ раствора пипеткой вместимостью 1 см³ (2-го класса) Q_4 , с погрешностью $\pm 0,01$ см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,01 * 100}{0,5} = 2\%$$

$$\text{Т.о.} \quad Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,24^2 + 2^2} = 2\%$$

Приготовление контрольного раствора метафоса в ацетоне концентрации 0,001 мг/см³ (насадочный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора метафоса в ацетоне с концентрацией 0,001 мг/см³:

- готовим исходный раствор метафоса в ацетоне с концентрацией 1 мг/см³. Для этого в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см³ помещаем 0,1г ГСО метафоса, взвешиваем. Содержимое колбы доводим до метки ацетоном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора C_1 (мг/см³) осуществляется по формуле:

$$C_1 = \frac{m * 10^3}{V_k}, \quad \text{где}$$

m - масса метафоса, г

V_k - объем мерной колбы, см³

10³ -коэффициент пересчета г в м

- готовим контрольный раствор метафоса в ацетоне с концентрацией 0,001 мг/см³.
Для этого отбираем 0,5 см³ исходного раствора метафоса пипеткой объемом 1см³, помещаем в мерную колбу на 500 см³ и доводим до метки ацетоном.

Расчет концентрации контрольного раствора **C_к** (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V * C_1}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C₁ -концентрация метафоса в исходном растворе, мг/см³

V_к---объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2 + Q_5^2} \quad , \text{ где}$$

Q₁ - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q₂ - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 * 0,0001 * 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q₃ - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,2см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

Q₄ - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 500см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,5см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,5 * 100}{500} = 0,1\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема $0,5 \text{ см}^3$ раствора пипеткой вместимостью 1 см^3 (2-го класса) Q_4 , с погрешностью $\pm 0,01 \text{ см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,01 * 100}{0,5} = 2\%$$

Т.о.
$$Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,1^2 + 2^2} = 2\%$$

Приготовление контрольного раствора метафоса в гексане концентрации $0,1 \text{ мг/см}^3$ (капиллярный вариант)

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора метафоса в гексане с концентрацией $0,1 \text{ мг/см}^3$:

- готовим исходный раствор метафоса в ацетоне с концентрацией 1 мг/см^3 . Для этого предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см^3 помещаем $0,1 \text{ г}$ МСО метафоса, взвешиваем. Содержимое колбы доводим до метки ацетоном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора C_1 (мг/см^3) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m * 10^3}{V_k} \quad , \text{ где}$$

m - масса метафоса, г

V_k - объем мерной колбы, см^3

10^3 — коэффициент пересчета г в мг.

- готовим контрольный раствор метафоса в гексане с концентрацией $0,1 \text{ мг/см}^3$. Для этого отбираем 1 см^3 исходного раствора метафоса пипеткой объемом 1 см^3 , помещаем в мерную колбу на 10 см^3 и доводим до метки гексаном.

Расчет концентрации контрольного раствора (мг/см^3) осуществляется по формуле:

$$C_k = \frac{V * C_1}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_1 - концентрация метафоса в исходном растворе, мг/см^3

V_k - объем мерной колбы, см^3

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2 + Q_5^2} \quad , \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 * 0,0001 * 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,2\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 10см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 $\pm 0,05\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,05 * 100}{10} = 0,5\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема 1 см³ раствора пипеткой вместимостью 1см³ (2-го класса), с погрешностью $\pm 0,01\text{см}^3$, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,01 * 100}{1} = 1\%$$

$$\text{Т.о.} \quad Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,5^2 + 1^2} = 1\%$$

**Приготовление контрольного раствора метафоса в гексане
концентрации 0,01 мг/см³ (насадочный вариант)**

Перед проведением операции по приготовлению контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживаем в помещении, где будут готовить контрольные растворы, в течение 2 ч. Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$.

Для приготовления контрольного раствора метафоса в гексане с концентрацией 0,01 мг/см³:

- готовим исходный раствор метафоса в ацетоне с концентрацией 1 мг/см³. Для этого в предварительно взвешенную колбу вместимостью 100 см³ помещаем 0,1г ГСО метафоса, взвешиваем. Содержимое колбы доводим до метки ацетоном. Смесь тщательно перемешиваем.

Расчет концентрации исходного раствора C_1 (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_1 = \frac{m \cdot 10^3}{V_k} \quad , \text{ где}$$

m -масса метафоса, г

V_k -объем мерной колбы, см³

10^3 -коэффициент пересчета г в мг.

- готовим контрольный раствор метафоса в гексане с концентрацией 0,01 мг/см³. Для этого отбираем 0,5см³ исходного раствора метафоса пипеткой объемом 1см³, помещаем в мерную колбу на 50 см³ и доводим до метки гексаном.

Расчет концентрации контрольного раствора (мг/см³) осуществляется по формуле :

$$C_k = \frac{V \cdot C_1}{V_k} \quad , \text{ где}$$

C_1 -концентрация метафоса в исходном растворе, мг/см³

V_k -объем мерной колбы, см³

V - объем исходного раствора, взятый для приготовления контрольного раствора.

Погрешность приготовления раствора при доверительной вероятности 0,95 и равномерном распределении погрешностей рассчитывается по формуле:

$$Q = \sqrt{Q_1^2 + Q_2^2 + Q_3^2 + Q_4^2 + Q_5^2} \quad , \text{ где}$$

Q_1 - погрешность исходных реактивов, определяемая их квалификациями и показателями качества- ничтожно мала, при расчетах можно пренебречь.

Q_2 - погрешность взвешивания навески, например, 0,1г вещества на весах типа ВЛА-200 с погрешностью, равной 0,0001г (цена деления весов), рассчитывается по формуле:

$$Q_2 = \frac{2 * 0,0001 * 100}{1} = 0,2\%$$

Погрешность взвешивания удваивают, если взвешивание при измерении производят дважды.

Q_3 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 100см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,2см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_3 = \frac{0,2 * 100}{100} = 0,2\%$$

Q_4 - погрешность измерения объема раствора в мерной колбе, вместимостью 50см³ (2-го класса) с погрешностью согласно ГОСТ 1770-74 ±0,12см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_4 = \frac{0,12 * 100}{50} = 0,24\%$$

Q_5 - погрешность измерения объема 0,5 см³ раствора пипеткой вместимостью 1 см³ (2-го класса), с погрешностью ±0,01см³, рассчитывается по формуле:

$$Q_5 = \frac{0,01 * 100}{0,5} = 2\%$$

Т.о.
$$Q = \sqrt{0,2^2 + 0,2^2 + 0,24^2 + 2^2} = 2\%$$

Приложение 4

Форма протокола поверки

(обязательное)

ПРОТОКОЛ № _____

поверки комплекса хроматографического газового "Хромос ГХ-1000",

зав.№ _____ детектор _____, № _____

Изготовитель ООО "Хромос", г. Дзержинск,

Год изготовления _____

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха _____ К (°C);

Атмосферное давление _____ кПа;

Относительная влажность _____ %;

Напряжение питания _____ В.

Основные операции поверки:

1. Внешний осмотр
2. Опробование
 - 2.1 Проверка прочности электрической изоляции
 - 2.2 Проверка сопротивления электрической изоляции
 - 2.3 Проверка качества заземления
 - 2.4 Определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала

Тип детектора	Значение уровня шумов А (В)		Значение уровня дрейфа А/час (В/час)	
	по ТУ	действительное	по ТУ	действительное

2.6 Определение предела детектирования

Значения выходного сигнала (Площади пика)	Среднее арифметическое значение выходного сигнала	Значение предела детектирования	
		по ТУ	действительное

3 Определение метрологических характеристик:

3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (времени удерживания, площади пика)

Значения выходного сигнала		Среднее арифметическое значение выходного сигнала		Среднее квадратическое отклонение выходного сигнала			
				допустимое по ТУ		фактическое	
t_i	S_i	\bar{t}	\bar{S}	δ_t	δ_S	δ_t	δ_S

3.2 Определение показателей точности результатов измерений.

Показатель точности	Результат контрольной процедуры	Норматив контроля по НД на методику измерений

Заключение: по результатам поверки выдано свидетельство о поверке № от или
извещение о непригодности №. от

Поверку проводил:

Поверитель _____
/ _____ /

(ФИО)

(подпись)

« _____ » _____ 20__ г.