

ОКП 42 1541

УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО ТД "Цвет

С.Б. Никитин

"04 февраля" 2011 г.

**ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ АНАЛИТИЧЕСКИЙ
"Ц В Е Т – 800"**

**Руководство по эксплуатации
5Е1.550.205-01 РЭ**



И.о. начальника отдела
хроматографии

И.В. Семченко

"4" февраля 2011 г.

Ведущий инженер

С.М. Самарин

"4" февраля 2011 г.

Инженер-химик 1 кат.

Г.М. Рыбалченко

"4" февраля 2011 г.

Нормоконтроль

Н.И. Белова

"04" февраля 2011 г.

Отвечать за метрологические обеспечения. А.В. Шмельков

СОДЕРЖАНИЕ

1	Описание и работа	
1.1	Описание и работа хроматографа	4
1.1.1	Назначение хроматографа	4
1.1.2	Технические характеристики	5
1.1.3	Состав изделия	8
1.1.4	Устройство и работа хроматографа	11
1.1.5	Средства измерения, инструмент и принадлежности	11
1.1.6	Маркировка и пломбирование	12
1.1.7	Упаковка	12
1.2	Описание и работа составных частей хроматографа	13
1.2.1	Общие сведения об аналитическом блоке	13
1.2.2	Описание и работа составных и сменных частей блока аналитического	13
1.2.3	Электрометрический усилитель	19
1.2.4	Блок подготовки газов	20
2	Использование по назначению	21
2.1	Подготовка хроматографа к использованию	21
2.2	Порядок использования хроматографа	23
3	Техническое обслуживание	28
4	Хранение, транспортирование и утилизация	30
	Приложение А. Комплект запасных частей 5E4.070.402	32
	Приложение Б. Комплект монтажных частей 5E4.075.220	32
	Приложение В. Комплект сменных частей 5E4.071.178	33
	Приложение Г. Комплект инструмента и принадлежностей 5E4.078.394	34
	Приложение Д. Схема пневмоэлектрическая общая 5E1.550.205–01 C6	35
	Приложение Е. Ссылочные нормативные документы	37
	Приложение Ж. Методика поверки	39
	Приложение И. Схема электрическая принципиальная 5E2.320.121-02 Э3. Блок аналитический БА-121-02	63

Настоящее руководство по эксплуатации предназначено для изучения и обеспечения правильной эксплуатации газового аналитического хроматографа "Цвет-800" (далее - хроматограф) с блоком аналитическим БА-121-02, выпускаемого по техническим условиям ТУ 4215-002-04681267-2002 на "Хроматограф газовый аналитический "Цвет-800".

Хроматограф газовый лабораторный "Цвет-800" зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений Российской Федерации под № 16904-08. Сертификат об утверждении типа средств измерений RU.C.31.011A №30850 выдан 14 апреля 2008 года.

Приводятся сведения о составе хроматографа, описываются его технические характеристики и аналитические возможности, конструкция и принцип работы.

Даются указания о порядке введения в действие, описываются особенности эксплуатации, основные приемы работы и проверки технического состояния хроматографа.

Руководство по эксплуатации включает текстовый материал, таблицы и рисунки, а также приложения, в том числе "Методику поверки".

Порядок работы с дополнительными детекторами, блоками и устройствами приводится в отдельных руководствах по эксплуатации.

ВНИМАНИЕ: НЕ ПРИСТУПАЙТЕ К УСТАНОВКЕ, МОНТАЖУ И ПУСКУ ХРОМАТОГРАФА, НЕ ОЗНАКОМИВШИСЬ С НАСТОЯЩИМ РУКОВОДСТВОМ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ.

Управление режимом анализа и обработка результатов осуществляется персональным компьютером (далее - ПК). Потребитель должен обладать опытом работы на персональном компьютере, навыками эксплуатации газового хроматографа.

Описание работы хроматографа "Цвет-800" с системой обработки "Цвет-Аналитик" приведено в руководстве пользователя "Программа сбора и обработки хроматографических данных "Цвет-Аналитик" для WINDOWS", версия 1.03E, где приведены требования к характеристикам ПК.

При трудностях в монтаже, пуске и обслуживании хроматографа обращайтесь за технической помощью к предприятию-разработчику и изготовителю ООО "Цвет" по адресу: Россия, 606000 г. Дзержинск Нижегородской обл.

В связи с тем, что конструкция и технология изготовления хроматографа постоянно совершенствуются, в конструкции хроматографа могут встретиться незначительные отклонения от настоящего руководства, не влияющие на их нормируемые характеристики. Схема электрическая принципиальная 5E2.320.121-02 ЭЗ блока аналитического БА-121-02 представлена в приложении И.

1041
15.02.11г

1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА

1.1 Описание и работа хроматографа

1.1.1 Назначение хроматографа

1.1.1.1 Газовый аналитический хроматограф "Цвет-800" предназначен для качественного и количественного анализа смесей органических и неорганических веществ с температурами кипения до 450 °С при аналитическом контроле производственных процессов и выполнении исследовательских работ.

1.1.1.2 По защищенности от воздействия окружающей среды хроматограф относится к обыкновенному исполнению; по устойчивости к воздействию температуры и влажности окружающего воздуха - к группе В1, а по стойкости к механическим воздействиям - к виброустойчивому исполнению группы L3 изделий ГСП по ГОСТ 12997. По электрозащищенности аналитический блок хроматографа относится к классу 1, а остальные блоки - к классу 0,1 по ГОСТ Р 51350. Эксплуатация хроматографа должна осуществляться в лабораторных помещениях при температуре окружающего воздуха от 10 до 35 °С, относительной влажности не более 80 % и атмосферном давлении от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.). Содержание агрессивных веществ в воздухе помещения не должно превышать санитарные нормы по ГОСТ 12.1.005.

1.1.1.3 Хроматограф является индивидуально градуируемой измерительной системой. На хроматограф распространяется действие ГОСТ 26703, группа - лабораторные стационарные хроматографы (ЛСХ).

1.1.1.4 Электрическое питание хроматографа осуществляется от сети переменного тока напряжением (220_{-33}^{+22}) В, частотой (50 ± 1) Гц по ГОСТ 21128 и ГОСТ 13109.

1.1.1.5 Газовое питание хроматографа осуществляется газом-носителем (азот, аргон, гелий), водородом и воздухом. Необходимые давления на входе в хроматограф: газа-носителя 0,4 МПа (4 кгс/см²), водорода 0,15 МПа (1,5 кгс/см²), воздуха 0,20 МПа (2,0 кгс/см²).

1.1.1.6 Установка расхода газа-носителя осуществляется в двух независимых линиях в диапазоне от 5 до 100 мл/мин через насадочные колонки и в диапазоне от 0,5 до 8 мл/мин через капиллярную колонку.

1.1.1.7 Установка расхода водорода осуществляется в диапазоне от 5 до 100 мл/мин.

1.1.1.8 Установка расхода воздуха осуществляется в диапазоне от 50 до 600 мл/мин.

1.1.1.9 Основание пламенно-ионизационного детектора (переходная камера) термостатируется в диапазоне от 50 до 400 °С с дискретностью задания 1 °С.

1.1.2 Технические характеристики

1.1.2.1 В хроматографе используются стальные насадочные колонки длиной от 1 до 3 м. Двухканальная схема газа-носителя позволяет устанавливать одновременно две насадочные колонки.

1.1.2.2 Система термостатирования обеспечивает установку температур термостата колонок в диапазоне от 50 до 400 °С, а с использованием криогенного устройства от минус 50 до 400 °С с дискретностью задания в 1 °С. Предел допускаемой абсолютной погрешности установленного значения температуры в диапазоне от минус 50 до плюс 199 °С ± 5 °С. Предел допускаемой относительной погрешности установленного значения температур в диапазоне от 200 до 400 °С - $\pm 2,5$ %.

Программирование температуры термостата колонок осуществляется по линейному закону в диапазоне от минус 50 до 300 °С со скоростью от 1 до 25 °С/мин и в диапазоне от 300 до 400 °С со скоростью от 1 до 15 °С /мин с дискретностью задания в 1 °С/мин. Предел допускаемой относительной погрешности скорости программирования температуры в термостате колонок в диапазоне от 1 до 25 °С/мин - ± 5 %.

Охлаждение термостата колонок по окончании цикла программирования осуществляется автоматически.

1.1.2.3 Система термостатирования обеспечивает установку температуры каждого испарителя в диапазоне от 50 до 450 °С с дискретностью задания в 1 °С. Предел допускаемой абсолютной погрешности установленного значения температуры в диапазоне от 50 до 199 °С ± 5 °С. Предел допускаемой относительной погрешности установленного значения температур в диапазоне от 200 до 450 °С - $\pm 2,5$ %.

1.1.2.4 Детекторы ДТП или ДПР термостатируются в индивидуальном термостате. Система термостатирования обеспечивает установку температур в термостате детектора в диапазоне от 50 до 350 °С с дискретностью задания температуры в 1 °С. Предел допускаемой абсолютной погрешности установленного значения температуры в диапазоне от 50 до 199 °С ± 5 °С. Предел допускаемой относительной погрешности установленного значения температур в диапазоне от 200 до 350 °С $\pm 2,5$ %.

1.1.2.5 Газовые линии хроматографа должны сохранять герметичность при испытательном давлении: газа-носителя - 0,4 МПа (4,0 кгс/см²), водорода – 0,15 МПа (1,5 кгс/см²), воздуха - 0,20 МПа (2,0 кгс/см²). Проверка герметичности линий проводится соответствующим газом. Изменение испытательного давления не должно быть более 2 % за 30 минут.

1.1.2.6 Дозирование жидких проб осуществляется микрошприцами объемом 1 и 10 мкл через испаритель

1.1.2.7 Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала детекторов и предел их детектирования при цифровом способе обработки сигнала не превышает значений, приведенных в таблице 1.

Примечание – Режимы определения записанных в таблице 1 значений уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, предела детектирования и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала приведены в "Методике поверки" на хроматограф. При других режимах работы хроматографа эти значения определяются индивидуально.

Таблица 1 - Уровни флуктуационных шумов нулевого сигнала и пределы детектирования

Детектор	Уровень шумов нулевого сигнала		Предел детектирования	Контрольное вещество и его концентрация на входе в хроматограф
	А	В		
ПИД:				
- с насадочной колонкой	1×10^{-14}		2×10^{-12} г/с	пропан, 0,5 % гептан, 2,73 мг/мл
-с капиллярной колонкой	1×10^{-14}		10×10^{-12} г/с	гептан, 2,73 мг/мл
ДПР с насадочной колонкой	2×10^{-14}		2×10^{-14} г/с	линдан, 2×10^{-5} мг/мл
ДПР-К с капиллярной колонкой	2×10^{-14}		2×10^{-14} г/с	линдан, 2×10^{-5} мг/мл
ПФД				
сера	$2,6 \times 10^{-12}$		2×10^{-12} г/с	метафос, 1×10^{-2} мг/мл
фосфор	$2,6 \times 10^{-12}$		1×10^{-12} г/с	метафос, 1×10^{-2} мг/мл
ТИД				
фосфор	$5,2 \times 10^{-14}$		1×10^{-14} г/с	метафос, 1×10^{-3} мг/мл
ДТП		$5,2 \times 10^{-7}$	1×10^{-9} г/мл	пропан, 0,5 % гептан, 2,73 мг/мл
ФИД,				
лампа КсРВ	2×10^{-14}		4×10^{-12} г/мл	бензол, 1×10^{-5} мг/мл
лампа КрРВ	4×10^{-14}		5×10^{-14} г/мл	бензол, 1×10^{-5} мг/мл

1.1.2.8 Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения площадей пиков (СКО), не более:

0,5 % - при дозировании газовым краном в автоматическом режиме работы с детекторами ПИД и ДТП с насадочной колонкой;

10,0 % - при дозировании жидкости микрошприцем с детекторами ПИД и ДПР-К с капиллярной колонкой

1,0 % - при дозировании газовым краном в ручном режиме работы;

1,0 % - при дозировании жидкости микрошприцем или механическими дозаторами с детекторами ПИД и ДТП;

4,0 % - при дозировании жидкости микрошприцем с детекторами ДПР и ТИД (с насадочной колонкой);

5,0 % - при дозировании жидкости микрошприцем с детектором ПФД;

1,0 % - при автоматическом дозировании газовым краном с детектором ФИД - Ф (лампы типа КрРВ и КсРВ);

1.1.2.9 Предел допускаемого значения относительного СКО времен удерживания при дозировании в изотермическом режиме с любым детектором - не более 1,0 %.

1.1.2.10 Предел допускаемого значения изменения выходного сигнала хроматографа за цикл измерения 48 часов, не более:

±4,0 % - с детекторами ПИД и ДТП;

±8,0 % - с детекторами ДПР, ТИД, ПФД;

±12,0 % - с детектором ФИД.

1.1.2.11 Время выхода хроматографа на режим не превышает двух часов при работе с любым детектором.

1.1.2.12 Средний срок службы хроматографа до предельного состояния - не менее 8 лет. Средняя наработка на отказ одного канала формирования сигнала аналитической информации хроматографа без учета отказов системы обработки, не менее 12000 часов. Ресурс хроматографа до первого капитального ремонта не менее 20000 часов.

Средний срок сохраняемости до ввода в эксплуатацию - не менее двух лет при соблюдении условий консервации по ГОСТ 9.014 и п.4.1 настоящего РЭ.

1.1.2.13 Верхний предел потребляемой мощности после выхода хроматографа на режим – 1,0 кВт •А.

1.1.2.14 Масса аналитического комплекса без упаковки – не более 60 кг (без учета массы компьютера и принтера, дополнительных и сервисных устройств) в упаковке – не более 100 кг.

1.1.2.15 Габаритные размеры блоков хроматографа (длина × ширина × высота) не более:

- аналитического блока – 500×520×520 мм
- усилителя электрометрического – 325×195×120 мм
- блока подготовки газов – 525×205×415 мм
- компьютера – в соответствии с НТД изготовителя.

1.1.3 Состав изделия

1.1.3.1 Конструктивно хроматограф состоит из:

- аналитического блока со встроенным модулем управления (контроллером), осуществляющего связь с ПК и передачу данных с двухканального аналого-цифрового преобразователя, и пламенно-ионизационным детектором ПИД;
- усилителя электрометрического;
- блока подготовки газов.

1.1.3.2 Комплектность поставки базового исполнения хроматографа "Цвет – 800" приведена в таблице 2.

Таблица 2 - Комплектность поставки хроматографа

Наименование блока, комплекта, технической документации	Обозначение	Кол.	Примечание
1 Блок аналитический БА-121-02	5E2.320.121-02	1	
2 Усилитель электрометрический БИД-45-02	5E2.032.045-02	1	Делитель Д-03 поставляется по специальному заказу
3 Блок подготовки газов БПГ		1	
4 Персональный компьютер IBM PC, с процессором Pentium III и выше (при работе в операционной системе WINDOWS-98) с принтером		1	Может не поставляться по согласованию с потребителем
5 Программа сбора и обработки хроматографических данных ПО "Цвет-Аналитик"		1	
6 Комплект запасных частей	5E4.070.402	1	
7 Комплект сменных частей	5E4.071.178	1	
8 Комплект монтажных частей	5E4.075.220	1	
9 Комплект инструмента и принадлежностей	5E4.078.394	1	
10 Паспорт на хроматограф газовый аналитический "Цвет-800"	5E1.550.205-01 ПС	1	
11 Руководство по эксплуатации на хроматограф газовый аналитический "Цвет-800"	5E1.550.205-01 РЭ	1	
12 Руководство по эксплуатации на блок подготовки газов БПГ		1	В соответствии с комплектом поставки

1.1.3.3 Базовое исполнение хроматографа "Цвет-800" может доукомплектовываться другими детекторами и устройствами для решения специфических аналитических задач.

В таблице 2а приведен перечень детекторов и устройств, которые могут быть приобретены заказчиком по предварительной заявке вместе с хроматографом "Цвет-800" или по отдельному заказу после приобретения хроматографа.

Таблица 2а – Перечень дополнительных устройств к хроматографу "Цвет-800"

Наименование	Обозначение	Примечание
1 Усилитель электрометрический для ионизационного детектора БИД-45-02	5E2.032.045-02	В упаковке
БИД-45-03	5E2.032.045-03	
2 Пульт управления ПУ-09	5E3.624.009	
3 Детектор постоянной скорости комбинации ДПР	5E2.722.150	
4 Детектор постоянной скорости комбинации ДПР-К	5E2.722.150-01	Для капиллярных колонок
5 Пламенно-фотометрический детектор ПФД	5E2.722.223	
6 Детектор по теплопроводности ДТП: проточный	5E2.722.258-02	С блоком БПД-104-02
полудиффузионный	5E2.722.258-03	С блоком БПД-104-02
сдвоенный, проточный	5E2.722.258-04	С блоками БПД-104-02
7 Блок питания детектора: БПД-104-02	5E2.087.104-02	
8 Фотоионизационный детектор ФИД	5E2.722.229	Два исполнения
9 Пламенно-ионизационный детектор ПИД	5E2.722.245	Дифференциальный (две ячейки)
10 Пламенно-ионизационный детектор ПИД	5E2.722.255	Одна ячейка
11 Блоки подготовки газов: БПГ-186Н	5E3.620.186	
БПГ-175	5E3.620.175	
БПГ-167	5E3.620.167	
12 Пленочный расходомер	5E2.833.157	
13 Комплект монтажных частей ПИД	5E4.075.237	
14 Термоионный детектор ТИД	5E2.722.249-01	
15 Микрошприц МШ-50М	5E2.833.104	
16 Микродозатор жидкости МДЖ-163	5E2.833.163	Пневматический привод
17 Устройство дозирования жидкости УДЖ-179	5E3.620.179	Ручной привод

02.02.2011 10:00

Продолжение таблицы 2а

Наименование	Обозначение	Примечание
18 Устройство криогенное УК-84	5E2.840.084	
19 Устройство обогатительное УО-89	5E2.840.089	
20 Устройство для анализа трансформаторного масла УАТМ-133	5E2.840.133	
21 Устройство для отбора равновесного пара "Фаза"	5E2.840.141	
22 Блоки дозирования газов: БДГ-182	5E3.620.182	Обогреваемые, автоматические
БДГ-184	5E3.620.184	
23 Комплект монтажных частей для одновременной работы БДГ-182 и БДГ-184	5E4.075.245	
24 Блок дозирования газов с краном обратной продувки БДГО-171	5E3.620.171	Обогреваемый, ручной
25 Кран-дозатор:		С исполнениями
КД-234-02	5E4.460.234-02	Ручной, 6 портов
КД-234-03	5E4.460.234-03	Автомат., 10 портов
КД-234-08	5E4.460.234-08	Ручной, 10 портов
КД-234-09	5E4.460.234-09	Автомат., 6 портов
26 Делитель Д-03	5E2.727.003	При работе с КСП-4
27 Комплект для работы с капиллярной колонкой: КДРКК-241	5E4.075.241	Для работы с блоком: БПГ-175, БПГ-186Н
28 Колонка капиллярная с привитой жидкой фазой ККК-И1	5E4.462.048	30 м или 50 м
29 Колонка 1 м	5E6.498.646	Стеклянная
30 Колонка 2 м	5E6.498.647	Стеклянная
31 Колонка 3 м	5E6.498.141	Стеклянная
32 Колонка 4 м	5E6.498.602	Стеклянная
33 Колонка 4 м	5E6.498.578	Металлическая
34 Колонка 5 м	5E6.498.571	Металлическая
35 Колонка 6 м	5E6.498.572	Металлическая
36 Колонка 6м составная	5E6.498.642	Металлическая
37 Колонка 8 м	5E6.498.579	Металлическая
38 Колонка 9 м	5E6.498.580	Металлическая
39 Комплект монтажных частей для метанирования	5E4.075.228	
40 Термодесорбер ТД-147	5E2.840.147	
41 Панель газовая ПГ-1	5E3.620.188	Один поток газа
42 Панель подготовки анализируемого газа	5E3.620.189	

Дополнительные устройства к хроматографу пп. 1 и 8 настоящего перечня описаны в настоящем руководстве по эксплуатации и при дополнительном заказе поставляются только с паспортом. Все остальные дополнительные устройства из этого перечня имеют собственные руководства по эксплуатации и паспорта.

1.1.4 Устройство и работа хроматографа

1.1.4.1 Принцип действия хроматографа основан на реализации метода газовой хроматографии на колонках в изотермическом режиме и режиме линейного программирования температуры.

1.1.4.2 Хроматограф состоит из следующих функциональных систем :

- аналитической системы, выполняющей функции дозирования, разделения и детектирования;

- системы управления, выполняющей функции установки и стабилизации двух потоков газа-носителя, потока водорода и потока воздуха, управления температурой в пяти термостатируемых зонах, стабилизации питания детекторов и усиления их сигналов;

- системы обработки информации, осуществляющей вычисление площадей, высот и времени удерживания хроматографических пиков; расчет градуировочных коэффициентов и концентраций компонентов анализируемой смеси по алгоритмам абсолютной градуировки, нормализации и внутреннего стандарта и регистрацию результатов обработки хроматографической информации.

1.1.4.3 Хроматограф состоит из аналитического блока БА, блока подготовки газов, усилителя электрометрического и персонального компьютера с принтером.

Аналитическая система находится в аналитическом блоке, где расположены испарители, разделительные колонки и детекторы, кроме того, в аналитическом блоке находится модуль управления (контроллер), осуществляющий связь с персональным компьютером.

Персональный компьютер выполняет функции задания температурного режима работы хроматографа и обработки информации сигналов детекторов.

Функции задания и контроля температурного режима может выполнять пульт управления ПУ-09.

1.1.5 Средства измерения, инструмент и принадлежности

1.1.5.1 Для выполнения работ по техническому обслуживанию хроматографа необходимы следующие контрольно-измерительные приборы:

- манометр деформационный кл.0,4 на 2,5-6,0 кгс/см²
- расходомер мыльно-пенный (например 5Е2.833.157);
- секундомер двухстрелочный типа СДПР-1-2-010 ТУ 25-1819.003-90.

Примечание – Допускается замена вышеуказанных приборов на другие с аналогичными характеристиками.

1.1.5.2 Средства измерения, необходимые для проведения периодической поверки хроматографа, приведены в "Методике поверки" (приложение Ж 5Е1.550.205-01 РЭ).

1.1.5.3 В комплекте хроматографа имеются комплекты запасных частей, монтажных частей, сменных частей, инструмента и принадлежностей, предназначенные для выполнения работ по техническому обслуживанию и текущему ремонту хроматографа. Обозначение, состав и наименование комплектов приведены в приложениях А, Б, В, Г настоящего РЭ.

1.1.6 Маркировка и пломбирование

1.1.6.1 На аналитическом блоке хроматографа устанавливается фирменная планка, на которой компьютерным способом наносятся: фирменный знак предприятия-изготовителя, знак утверждения типа средств измерений по ПР 50.2.009-94, тип прибора, заводской номер, год изготовления прибора, обозначение технических условий.

На блоки хроматографа, в том числе и на аналитический, не имеющие собственных ТУ, устанавливаются планки, на которые компьютерным способом наносятся: фирменный знак предприятия-изготовителя, тип блока, заводской номер, год изготовления.

Маркировка сохраняется в течение всего срока службы хроматографа.

1.1.6.2 На транспортную тару нанесена транспортная маркировка груза в соответствии с ГОСТ 14192, основные и дополнительные надписи, манипуляционные знаки: ХРУПКОЕ - ОСТОРОЖНО, БЕРЕЧЬ ОТ ВЛАГИ, ВЕРХ, НЕ КАНТОВАТЬ, информационные надписи: масса нетто и масса брутто грузового места - в килограммах, габаритные размеры грузового места - в сантиметрах (длина x ширина x высота), объем грузового места - в кубических метрах, количество грузовых мест в партии и порядковый номер внутри партии и срок хранения без переконсервации с надписью: "Законсервировано до _____ 20__ года".

Надписи нанесены по трафарету эмалью НЦ-11 черного цвета по ГОСТ 9198 или перхлорвиниловой эмалью ХВ-124 по ГОСТ 10144.

1.1.6.3 Блоки пломбируются изготовителем в предусмотренных конструкторской документацией местах с целью предотвращения самостоятельного ремонта потребителем в период действия гарантийных обязательств:

- отделом технического контроля предприятия-изготовителя;
- представителем государственной метрологической службы.

Пломбирование транспортной тары не производится.

1.1.7 Упаковка

1.1.7.1 Блоки хроматографа перед упаковкой в транспортные ящики типа III-2 по ГОСТ 2991 или типа VI по ГОСТ 5959 законсервированы помещением в чехол из полиэтиленовой пленки с осушителем - силикагелем марки КСМК по ГОСТ 3956.

Комплекты запасных и монтажных частей помещены в чехлы и уложены в картонные и упаковочные коробки. Внутри коробок изделия переложены технической ватой по ГОСТ 5679.

1.1.7.2 Техническая и товаросопроводительная документация вложена в чехлы из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354. Чехлы заварены.

1.1.7.3 Законсервированные блоки, комплекты запасных, сменных и монтажных частей укладываются в транспортные ящики. В качестве амортизирующего и уплотняющего материала используют гофрированный картон марки Т 22А по ГОСТ 7376 (стружку, распорки из губчатой резины и т.п.).

Техническая и товаросопроводительная документация находится в транспортном ящике, обозначенном первым грузовым местом.

1.1.7.4 Транспортная тара хранится потребителем в течение срока действия гарантийных обязательств, после чего или используется или сжигается. Чехлы из полиэтиленовой пленки сжигать не рекомендуется.

1.2 Описание и работа составных частей хроматографа

1.2.1 Общие сведения об аналитическом блоке

Аналитический блок хроматографа выполняет функции дозирования анализируемых проб, газохроматографического разделения и детектирования определяемых компонентов. Элементы аналитической системы, а также элементы термостатирования сосредоточены в аналитическом блоке хроматографа. Основу конструкции аналитического блока составляет термостат колонок, имеющий камеру размером 210x380x275 мм с принудительной циркуляцией воздуха. Циркуляция воздуха осуществляется крыльчаткой, посаженной на вал синхронного двигателя. Устройства дозирования жидкостей (испарители) и детекторы расположены над внутренней камерой термостата колонок. Насадочные колонки устанавливаются в вертикальной плоскости камеры термостата. Охлаждение камеры термостата осуществляется при автоматическом открывании двух заслонок, расположенных на задней стенке термостата колонок. Через нижнюю заслонку в термостат поступает холодный воздух, а горячий воздух выходит из термостата через верхнюю заслонку с маркировкой "ОСТОРОЖНО! ГОРЯЧИЙ ВОЗДУХ".

Подача в аналитический блок газов необходимых для работы, осуществляется от блока подготовки газов БПГ трубками 2x0,5 мм из нержавеющей стали 12Х18Н10Т.

Реализована традиционная двухколоночная схема. Два идентичных испарителя предназначены для введения жидких проб с помощью микрошприца.

Ячейка пламенно-ионизационного детектора, а также другие пламенные детекторы устанавливаются на общее основание (переходную камеру).

Детекторы ДТП и ДПР имеют индивидуальные термостаты.

1.2.2 Описание и работа составных и сменных частей аналитического блока

1.2.2.1 Аналитические колонки

В газовой хроматографии разделение компонентов пробы происходит либо за счет различия коэффициентов адсорбции в случае газо-адсорбционной хро-

матографии (ГАХ), либо за счет различной растворимости компонентов в слое неподвижной малолетучей жидкости в случае газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ). На практике оба эти варианта реализуются в газовом хроматографе пропуском пробы через хроматографическую колонку.

Существует три основных типа аналитических колонок: насадочные (набивные), микронабивные и капиллярные.

Насадочные колонки изготавливаются из металлических (чаще всего – из нержавеющей стали) и из стеклянных трубок с внутренним диаметром от 2 до 4 мм, длиной от 1 до 3 м. Внутренний объем колонки заполняется либо твердым активным веществом (адсорбентом), либо твердым инертным носителем, покрытым тонкой пленкой летучей жидкости - жидкой фазой, обычно эффективность набивных колонок не превышает 4-5 тыс. теоретических тарелок.

В хроматографе "Цвет-800" используются насадочные колонки из нержавеющей стали внутренним диаметром 3 мм и длиной 1, 2 и 3 м, стеклянные колонки длиной 1 и 2 м и внутренним диаметром 2 мм. Все колонки требуют заполнения, что выполняется потребителем в соответствии с характером аналитической задачи. Длинный конец колонки, предназначенный для ввода в испаритель, заполнению не подлежит.

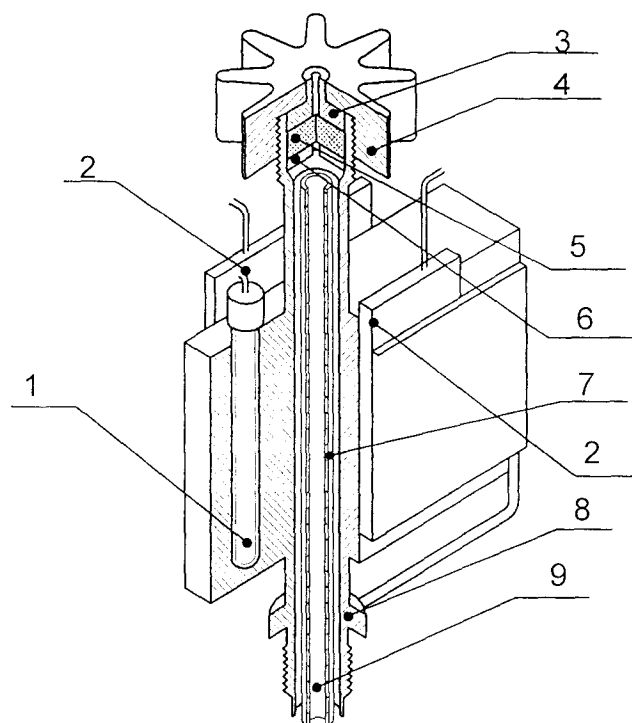
Стеклянные и капиллярные колонки подготавливаются для решения конкретных аналитических задач и поставляются потребителю по отдельному заказу.

1.2.2.2 Каждый испаритель (рисунок 1) представляет собой блок из нержавеющей стали, обогреваемый двумя параллельно соединенными электрическими нагревателями, сопротивление каждого из которых $(490,0 \pm 25)$ Ом.

В середине блока выполнен вертикальный канал. Верхний штуцер блока закрыт резиновым термостойким уплотнением для ввода иглы микрошприца. К нижнему штуцеру (в камере термостата) подсоединяется колонка.

В обоих испарителях помещены термопреобразователи типа ТСП (термопреобразователь сопротивления платиновый) гр.100П.

2271



- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1 - Термопреобразователь 5E5.869.036-02; | 2 - Нагреватель 5E5.863.178; |
| 3 - Втулка 5E8.220.749; | 4 - Гайка 5E8.939.466-01; |
| 5 - Резиновая прокладка 5E8.685.289; | 6 - Шайба 5E9.443.012; |
| 7 - Колонка; | 8 - Штуцер подвода газа-носителя; |
| 9 - Слой сорбента | |

Рисунок 1 - Испаритель 5E2.967.046

1.2.2.3 Подсоединение колонок к испарителю и детектору

Предусмотрен следующий порядок подсоединения колонок (рисунок 2).

Надеть на их концы последовательно гайку (4) 5E8.939.488-05, металлическую 5E8.223.777 и графитовую 5E8.220.758 втулки (3,2) из комплекта сменных частей 5E4.071.178.

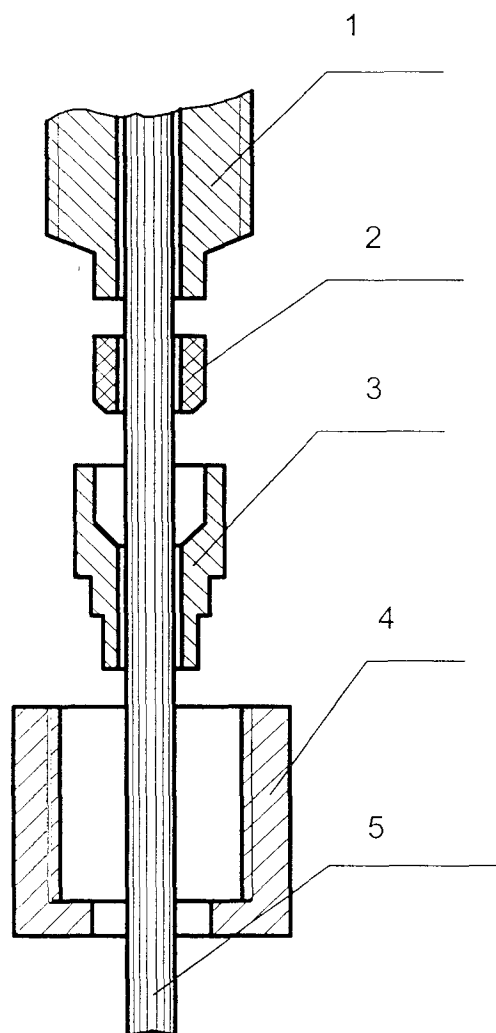
Длинный конец колонки вставить до упора в штуцер испарителя, а короткий - в штуцер детектора. Придерживая одной рукой колонку в таком положении, навинтить гайки на штуцера. Затянуть гайки (4) ключом "на 12 мм", придерживая от проворачивания втулку (3) ключом "на 5,5 мм".

По окончании монтажа установить расход газа-носителя около 30 мл/мин и обмыть узлы соединения. При обнаружении утечки подтянуть гайку до устранения течи.

После первого затягивания графитовая втулка впрессовывается в металлическую втулку и эта пара может использоваться неоднократно.

Подсоединение капиллярных колонок описано в инструкции, поставляемой с комплектом для работы с капиллярной колонкой.

При температуре в термостате колонок менее 150 °С допускается использовать резиновые прокладки 5E8.685.351.



- 1 - Штуцер испарителя (детектора);
- 2 - Графитовая втулка 8.220.758;
- 3 - Металлическая втулка 8.223.777;
- 4 - Гайка 8.939.488-05;
- 5 - Колонка

Рисунок 2 - Присоединение колонок

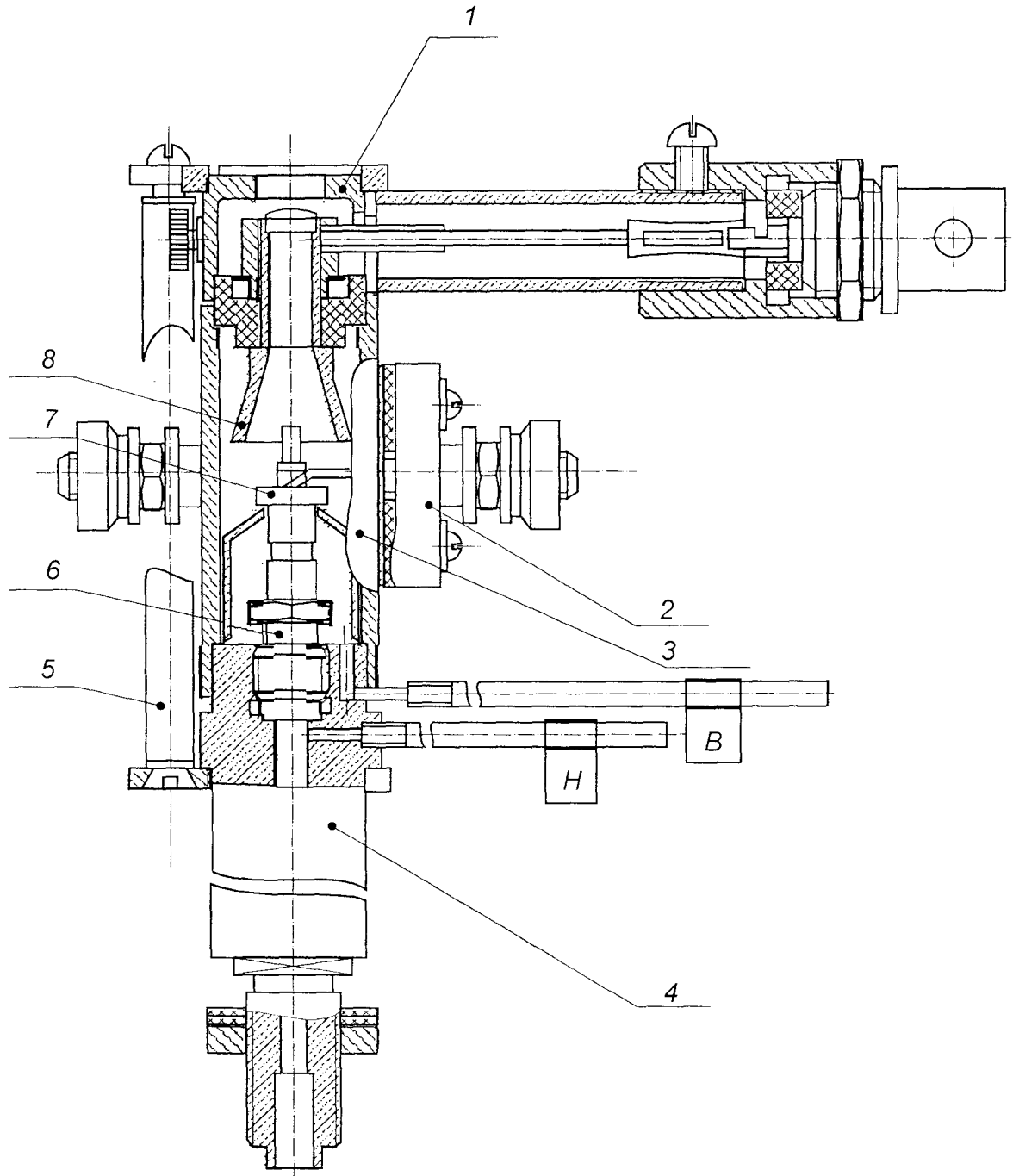
1.2.2.4 Пламенно-ионизационный детектор (ПИД)

ПИД предназначен для преобразования массового расхода органических веществ через детектор в электрический сигнал. Он обладает чувствительностью по гептану (или пропану) не ниже $5 \times 10^{-6} \frac{\text{А}}{\text{мг/с}}$. Детектор (рисунок 3) выполнен в виде цилиндрической камеры, образованной (штуцером) основанием (4), корпусом (3) и крышкой (1). Основание имеет каналы и соответствующие входные трубки, отмеченные укрепленными на них бирками с обозначением Н (водород) и В (воздух), для питания ячейки водородом и воздухом. Имеется также канал и соответствующий штуцер для соединения ячейки с выходом хроматографической колонки.

В основание ячейки ввернута горелка (6), состоящая из втулки, изолятора и наконечника, являющегося поляризующим электродом (7). Контакт поляризующего электрода (7) с колодкой электрического питания (2) осуществляется за счет пружинящих свойств двух усиков. Коллекторный электрод (8) изолирован от корпуса (3) керамическими изоляторами. Соединение коллекторного электрода с высокоомным разъемом осуществляется с помощью жесткого коаксиала, расположенного в металлической трубке. Крепление втулки (1) к корпусу (3) и основанию (4), а также фиксирование положения коллекторного электрода, осуществляются при помощи двух стоек (5).

Действие детектора основано на ионизации органических веществ в пламени водорода и измерении величины ионного тока, образующегося под воздействием напряжения, приложенного к электродам.

Для предотвращения сорбции высококипящих анализируемых веществ на стенках канала газа-носителя, детектор устанавливается на основании, температура которого регулируется по каналу ПЕРЕХОДНАЯ КАМЕРА.



- 1 – Втулка 5E8.223.972;
- 2 – Колодка 5E5.282.908;
- 3 – Корпус 5E6.115.218;
- 4 – Штуцер 5E6.454.136;
- 5 – Стойка 5E6.150.326;
- 6 – Горелка 5E5.877.018;
- 7 – Поляризующий электрод;
- 8 – Коллекторный электрод 5E5.596.068

Рисунок 3 – Пламенно-ионизационный детектор ПИД 5E2.722.240

1.2.2.5 Элементы системы термостатирования

В аналитическом блоке размещены объекты термостатирования: термостат колонок, термостаты испарителей, термостаты детекторов. Термостаты предназначены для работы в изотермическом режиме, а термостат колонок, кроме того, может эксплуатироваться в режиме программирования температуры. Задание режимов всех термостатов осуществляется независимо друг от друга. В качестве регулирующих датчиков температуры используются стандартные термометры сопротивления ТСР. Для предотвращения перегрева термостата колонок использован плавкий предохранитель в виде петли из цинковой проволоки (температура плавления цинка - $419,5^{\circ}\text{C}$).

1.2.2.6 В составе аналитического блока имеется модуль управления МУ-179 (контроллер), управляющий по командам от ПК температурными режимами термостатируемых зон, включая режим программирования температуры колонок, а также временным режимом работы элементов дозирования или коммутации из состава дополнительного аналитического оборудования.

Двухканальный аналого-цифровой преобразователь (АЦП) и контроллер передаются на персональный компьютер сигналы двух детекторов для последующей обработки.

На передней панели аналитического блока расположены выключатель СЕТЬ, световые индикаторы сети и всех термостатируемых зон, кнопка АНАЛИЗ для запуска цикла выполнения анализа. Допускается постоянное равномерное свечение индикатора "ТД" при отсутствии детекторов ДТД и ДПР.

1.2.3 Электрометрический усилитель (БИД - 45-02) ионизационного детектора

1.2.3.1 Электрометрический усилитель, предназначен для предварительного усиления слабых электрических сигналов от ионизационных детекторов (ПВД, ТВД, ПФД, ДПР, ФВД), а также для питания детекторов высоким постоянным напряжением.


Конструктивно усилитель выполнен в виде блока.

На передней панели расположены:

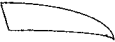
- ручка компенсации фонового тока " КОМПЕНСАЦИЯ ";
- переключатель резисторов " РЕЗИСТОРЫ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ, Ом ";
- кнопка включения сетевого питания " СЕТЬ " .

2047 222-84/205

На задней панели расположены:

- входной высокоомный разъем “ ВХОД ”, с заглушкой;
- плавкий предохранитель по цепи сетевого питания на 0,16 А;
- кабель сетевого питания 220 В, 50 Гц;
- клемма защитного заземления корпуса блока “  ”.

Разъемы для подключения:

- системы обработки с входным сигналом 0-10В “ВЫХОД 1 ”(КСП-4);
- системы обработки с входным сигналом 0-10В “ ВЫХОД 2 ” (МУ-179);
- системы обработки с входным сигналом 0-1 В “ ВЫХОД 3” (МУ-171);
- напряжения питания детектора “ ± 300 В ”;
- отверстие под регулировочный винт подстройки напряжения питания детектора “  ”.

Перед включением блока в сеть необходимо подсоединить сигнальный кабель 5E4.850.012 соответствующего детектора (или другого устройства) к разъему “ВХОД”, подсоединить кабель питания 5E4.853.185 детектора к разъему “ ± 300 В”. Для работы при цифровом способе обработки сигнала соединить кабелем 5E4.853.148 разъем “АЦП” на аналитическом блоке хроматографа с разъемом “ВЫХОД 1 или 2” блока БИД-45-02 в случае, если Ваш аналитический блок имеет модуль управления МУ-179 или с разъемом “ВЫХОД 3”, если Ваш аналитический блок имеет модуль МУ-171.

1.2.3.2 Технические данные

Диапазон входного сигнала обеих полярностей - от 2×10^{-14} до 10^{-6} А (перекрывается с помощью четырех измерительных резисторов 10^7 , 10^8 , 10^9 и 10^{10} Ом).

Уровень флуктуационных шумов с измерительным резистором 10^{10} Ом – менее 80 мкВ ($0,8 \times 10^{-14}$ А).

Временной дрейф нуля с измерительным резистором 10^{10} Ом - не более 300 мкВ/ч.

Напряжения питания детекторов составляют плюс 300 В ± 5 % и минус 300 В ± 5 % с пульсациями не более 10 мВ.

1.2.4 Блок подготовки газов БПГ, входящий в комплект поставки, выполняет функции регулирования и измерения объемных расходов газовых потоков, необходимых для хроматографического анализа.

Блок имеет отдельное руководство по эксплуатации.

ВНИМАНИЕ! Не рекомендуется переключать кнопки индикации блока БПГ-186Н или БПГ-183 К во время проведения анализа, т.к. происходит кратковременное изменение расхода и появляются ложные пики.

2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

2.1 Подготовка хроматографа к использованию

2.1.1 Порядок подготовки рабочего места

При размещении хроматографа следует обратить внимание на отсутствие в месте установки вибраций, резких колебаний температуры и воздуха, сильных электрических и магнитных полей.

Для удобства эксплуатации прибор устанавливается на столе высотой 700-800 мм, длиной 1500-2000 мм и шириной 600-750 мм. Стол должен иметь ровную горизонтальную поверхность, обеспечивающую устойчивость блоков хроматографа.

При этом должен быть обеспечен доступ к задним стенкам прибора для удобства монтажа газовых и электрических линий.

ВНИМАНИЕ! Перед включением прибора необходимо извлечь упаковочную бумагу из воздуховода с надписью "ОСТОРОЖНО! ГОРЯЧИЙ ВОЗДУХ" со стороны заслонки на задней стенке аналитического блока хроматографа.

Подключение хроматографа, блоков, входящих в комплект поставки, (компьютера и принтера) к сети 220 В рекомендуется осуществлять при помощи фильтра-удлинителя из комплекта монтажных частей. В случаях низкого качества электрической сети, характеризующегося провалами напряжения, персональный компьютер рекомендуется подсоединять через источник бесперебойного питания.

Для подключения газового питания соединить входы газового блока с соответствующими источниками (баллонами или линиями) газов. Установить давление газов на входе в газовый блок:

газа-носителя - 0,4 МПа (4 кгс/см²);

воздуха - 0,2 МПа (2 кгс/см²);

водорода - 0,15 МПа (1,5 кгс/см²).

Давление газового питания должно поддерживаться с погрешностью $\pm 10\%$ от установленного.

В аналитическом блоке хроматографа на разъеме Х3, предназначенном для подсоединения нагревателей детекторов ДТП или ДПР имеются контакты с маркировкой "ПР". В случае установки детектора ДТП или ДПР новой конструкции без термopредохранителя перемычку 5Е6.622.021, входящую в состав детектора, необходимо установить на контакты разъема с маркировкой "ПР". После демонтажа

2041 д.г. - 3/8 сс

вышеперечисленных детекторов переключка 5E6.622.021 вынимается из контактов с маркировкой "ПР".

2.1.2 Подготовка хроматографа к использованию

2.1.2.1 Подготовка к работе состоит из ряда операций:

- установка детектора в соответствии с методикой анализа. Следует иметь в виду, что детектор ПИД, с использованием которого проводится, как правило, большая часть анализов, устанавливается и подсоединяется к электрической и газовой схемам хроматографа непосредственно на заводе-изготовителе;

- детектор ДПР или ДТП устанавливаются на место пластины с маркировкой "ДТП, ДПР". Детекторы ФИД, ТИД и ПФД устанавливаются слева от ячейки ПИД;

- подготовка и установка аналитических колонок;

- проверка герметичности газовых линий;

- подготовка к работе с газовым краном-дозатором, если он имеется в комплекте поставки;

- задание параметров режима работы хроматографа и контроль задания;

- корректировка режима по результатам предварительной записи хроматограмм;

- задание параметров обработки выходных сигналов.

2.1.2.2 Выбор типа, длины, материала и сорбента аналитических колонок производится в зависимости от специфики аналитической задачи. Установка колонок и присоединение их к испарителю и детектору осуществляются в соответствии с пунктом 1.2.2.3.

После присоединения колонок или установки блока дозирования газов следует проверить герметичность соединений путем обмыливания их при давлении в системе 0,22 МПа (2,2 кгс/см²). Для проверки герметичности можно использовать показания измерителя расхода газов, расположенного в блоке подготовки газов БПГ. С этой целью необходимо заглушить выход колонки или детектора на соответствующей линии и через некоторое время, если линия герметична, показания измерителя расхода газа должны равняться нулю.

2.1.2.3 При первом включении хроматографа с любым детектором (или после длительного перерыва в работе) необходимо провести предварительную проработку хроматографа. Для этого установить все необходимые расходы газов, вывести хроматограф на режим с максимальными рабочими температурами колонки, дозатора, детектора, зажечь пламя пламенных детекторов зажигалкой 5E5.863.358, взятой из комплекта инструмента и принадлежностей и присоединенной к разъему "X15" аналитического блока. Если аналитическая колонка ограничивает температуру колонок, вместо нее можно поставить колонку с инертным носителем. После прогрева и "холостой" работы хроматографа в этом режиме в течение не менее 10 часов можно устанавливать рабочий режим и начинать аналитическую работу на хроматографе.

Для реализации предельных возможностей хроматографа по чувствительности необходимо регенерировать фильтры на соответствующих газовых линиях блока подготовки газов и аналитического блока путем прокаливания содержащегося в них адсорбента (молекулярных сит) при температуре 350-400 °С в течение трех часов.

Следует иметь в виду, что фильтры очистки водорода и воздуха должны быть заполнены поглотителем таким образом, чтобы перепад давления на фильтре не превышал 2 кПа (200 мм вод. ст.).

2.1.2.4 Подготовка газового блока

Для подключения газового блока к источникам газов необходимо входные штуцера ГАЗ-НОСИТЕЛЬ, ВОЗДУХ и ВОДОРОД газового блока БПГ соединить с соответствующими баллонами, общими линиями или генератором водорода, соответственно.

Выходы соответствующих газов на блоке БПГ подключить к линиям газаносителя аналитических колонок, водорода и воздуха на аналитическом блоке хроматографа.

Все соединения газового блока с хроматографом вести трубкой 2x0,5 мм из нержавеющей стали 12Х18Н10Т.

ВНИМАНИЕ! Минимальный перепад давления между входным и рабочим для любого газа, подаваемого на блок, должен быть не менее:

0,05 МПа (0,5 кгс/см²) – для работы с хроматографическими колонками длиной от 1 до 3 м;

0,1 МПа (1,0 кгс/см²) – для работы с хроматографическими колонками длиной от 4 до 6 м.

2.1.2.5 Дополнительные устройства дозирования (БДГ-182, БДГ-184, БДГО-171 "Фаза", УДЖ-179, КД-234) подсоединять к аналитическим колонкам хроматографа после подачи через эти устройства газа-носителя от блока подготовки газа БПГ.

2.2 Порядок использования хроматографа

2.2.1 Порядок действия обслуживающего персонала при задании режимов работы хроматографа

2.2.1.1 Перед выполнением процедуры задания параметров режима необходимо убедиться в правильности соединения блоков хроматографа с аналитическим блоком БА-121-02 в соответствии с маркировкой и схемой 5Е1.550.205-01 С6 (см. Приложение Д).

2.2.1.2 Для подключения сетевого питания необходимо подключить сетевые кабели электронного, газового и аналитического блоков к сети 220 В, нажать клавиши СЕТЬ.

ВНИМАНИЕ! При включении клавиши СЕТЬ аналитического блока автоматически восстанавливаются параметры режима работы заданные ранее.

2.2.1.3 Установить требующиеся в соответствии с методикой проведения анализа расходы газов.

2.2.1.4 В случае, если потребитель для управления работой хроматографа использует свой компьютер, не входящий в комплект поставки, необходимо приобрести по специальному заказу программу управления режимами хроматографа и обработкой хроматограмм в версии 1.03E.

Последовательность операций при работе на хроматографе с блоком БА-121-02 приведена в руководстве пользователя "Программа сбора и обработки хроматографических данных "Цвет-Аналитик" для WINDOWS".

При эксплуатации пульта управления ПУ-09 для задания и контроля температурного режима пользоваться руководством по эксплуатации на пульт управления 5E3.624.009 РЭ.

2.2.2 Порядок перевода хроматографа в режим работы при отрицательных и близких к комнатной температурах колонок с использованием криогенного устройства УК–84 предоставлен в руководстве по эксплуатации на криогенное устройство УК–84 5E2.840.084 РЭ. При эксплуатации криогенного устройства необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с жидким азотом, изложенные в руководстве по эксплуатации на устройство УК–84 5E2.840.084 РЭ.

2.2.3 Порядок и правила работы с различными детекторами

2.2.3.1 Подготовка к работе и порядок работы с ПИД

Подготовка детектора к работе и включение производятся в следующей последовательности: проверить правильность внешних соединений для обеспечения электрического и газового питания и измерения сигнала. Рекомендуемые диапазоны расходов газов, обеспечивающие максимальное соотношение сигнал-шум, составляют:

- водорода – от 27 до 32 мл/мин;
- воздуха – от 270 до 320 мл/мин;
- газа-носителя (азота, гелия) – от 25 до 35 мл/мин.

Рабочая шкала ионизационных детекторов определяется значением входного резистора электрометрического усилителя (БИД).

Во время работы необходимо периодически проверять величину сопротивления изоляции коллекторного электрода, которое проверяется между центральной жилой высокоомного разъема и корпусом детектора и должно быть не менее 10 Ом.

Перечень возможных неисправностей приведен в таблице 3.

Таблица 3 - Перечень возможных неисправностей ПИД

Наименование неисправности, внешнее проявление и дополнительные признаки	Вероятная причина	Способ устранения
1 Сигнал детектора очень мал, иногда наблюдается инверсия сигнала	Отсутствие напряжения на горелке (нет контактов между пружинным контактом и наконечником горелки)	Отделить корпус ячейки от основания, зачистить и протереть места контакта, подправить пружинный контакт
2 Сигнал детектора отсутствует	Обрыв сигнального кабеля в месте пайки к разъему	Разобрать разъем, устранить обрыв
3 Уменьшена чувствительность детектора	Уменьшилось сопротивление изоляции коллекторного электрода	Снять и промыть этиловым спиртом изолятор коллекторного электрода
Примечание - В таблице приведены вероятные причины, связанные с неисправностями самого детектора. Если устранение причин, указанных в таблице, не дает эффекта, следует искать неисправность в других блоках хроматографа, связанных с работой детектора. Настоящее примечание относится ко всем типам детекторов.		

2.2.3.3 Подготовка к работе и порядок работы с детекторами ТИД, ФИД, ДПР и ДТП изложены в отдельных руководствах по эксплуатации на каждый детектор.

2.2.4 Меры безопасности при использовании хроматографа

Раздел содержит требования, достаточные для обеспечения безопасности при эксплуатации хроматографа.

2.2.4.1 К обслуживанию хроматографа допускаются лица, достигшие 18-летнего возраста, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа. Квалификация обслуживающего персонала должна быть не ниже техника или слесаря КИП пятого разряда.

2.2.4.2 Освещенность в помещении, где установлен хроматограф, должна быть не менее 300 люкс (разряд зрительной работы - IY, подразряд - Г в соответствии с СНиП 23-05. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией согласно СНиП 2-04-05.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны помещений не должно превышать ПДК по ГОСТ 12.1.005.

2.2.4.3 При работе с хроматографом следует руководствоваться разделами 13, 14 и 23 ПОТ РО 14000-005.

В связи тем, что для питания хроматографов используются сжатые газы давлением до 0,4 МПа (4,0 кгс/см²), следует соблюдать "Правила устройства и безо-

ЭС-41 / 4.05 - 3/2 66

пасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением”, утвержденные Госгортехнадзором 18.04.95.

Баллоны рекомендуется устанавливать вне здания в специальных металлических шкафах. Отбор газа из баллона должен производиться через редуктор, предназначенный для данного газа.

Перед установкой редуктора следует продуть вентиль на баллоне поворотом маховика вентиля на одну четверть оборота. При продувке нельзя находиться против штуцера вентиля. Необходимо при использовании баллона оставлять в нем газ с избыточным давлением не менее 0,05 МПа (0,5 кгс/см²).

По окончании пользования баллоном вентиль на баллоне необходимо плотно закрыть и стравить газ из редуктора. Оставлять редуктор под давлением не рекомендуется.

Допускается производить питание хроматографа от генератора водорода при соблюдении мер безопасности, приведенных в НТД на генератор водорода.

2.2.4.4 Электрическое питание хроматографов осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В, поэтому следует соблюдать “Правила технической эксплуатации электроустановок потребителем”, а также требования ГОСТ Р 51350.

Запрещается проводить ремонт хроматографа, не отключив его от сети.

Все блоки хроматографа должны быть надежно заземлены. Сечение заземляющего провода должно быть не менее 1 мм².

Требование к знаку “ЗАЗЕМЛЕНИЕ” должно соответствовать ГОСТ 21130.

Сопrotивление между заземляющей клеммой и каждой доступной прикосновению металлической нетоковедущей частью хроматографа, которая может оказаться под напряжением, не должно превышать 0,1 Ом согласно ГОСТ 12.2.007.0.

2.2.4.5 При работе с газообразным водородом обслуживающий персонал должен знать его основные свойства. В обычных условиях водород представляет собой бесцветный газ без вкуса и запаха, горючий и взрывоопасный. Температура воспламенения водорода в воздухе 510 °С. Температура самовоспламенения 530 °С.

Нижний предел взрываемости смеси водорода с воздухом 4 % объемных, верхний предел - 75 % объемных. В связи с незначительным удельным весом и большой диффузией водорода необходимо тщательно следить за герметичностью газовых линий и работать с приточно-вытяжной вентиляцией. В помещениях, где проводится работа с водородом, не разрешается курить и проводить работы с применением пламени.

2.2.4.6 При эксплуатации хроматографов необходимо соблюдать “Противопожарные нормы” согласно ППБ-01-03.

Помещение, где работают хроматографы, должно быть оснащено пожарным инвентарем, готовым к немедленному применению. В случае возникновения пожа-

С.27 5Е1.550.205–01 РЭ

ра следует немедленно выключить хроматографы из сети и закрыть все газы. Тушение производят огнетушителем и песком. В качестве огнетушительных средств для тушения водорода применять азот. Электропроводку, находящуюся под напряжением, тушить только углекислотным огнетушителем.

2.2.4.7 Погрузку и подъем блоков хроматографов при монтаже производить в соответствии с ГОСТ 12.3.009.

2.2.4.8 Хроматограф может доукомплектовываться детектором ДПР с источником β -излучения из никеля-63 ИБИРЗН-63 тип 2Б-1 или тип 1-а (ТУ 7016-056-41805307-2002) или типов ВNi 3.С3.4 и ВNi 3.С1.2 (РИ 47.К8.04.00 ТУ), установленным в ячейке детектора (максимальная температура до 350 °С), имеющим отдельное руководство по эксплуатации 5Е2.722.150 РЭ.

Мощность дозы излучения не превышает 0,1 мкГр/ч на поверхности высокотемпературной камеры ВК.

При эксплуатации детектора ДПР необходимо соблюдать требования техники безопасности, изложенные в "Руководстве по эксплуатации" на детектор 5Е2.722.150 РЭ

2.2.4.9 Внимание! Все электрические пересоединения должны проводиться при выключенных блоках.

3 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

3.1 Общие указания

Надежность работы хроматографа зависит от квалифицированного и качественного технического обслуживания.

Техническое обслуживание включает в себя ежедневный осмотр и ежемесячное периодическое обслуживание.

3.2 Порядок технического обслуживания

3.2.1 Ежедневный осмотр включает в себя:

- визуальный осмотр состояния газового и электрического монтажа хроматографа;

- проверку величины питающего давления на входе в блок подготовки газов БПГ;

- проверку значений установленных давлений газа-носителя перед входом в колонку и значений расхода водорода, воздуха, газа-носителя.

3.2.2 Ежемесячное обслуживание включает в себя:

- промывку внутренних поверхностей эксплуатируемого ионизационного детектора этиловым спиртом;

- разборку, проведение визуального осмотра трущихся поверхностей; при необходимости - замена прокладок, промывка трущихся поверхностей этиловым спиртом при работе с механическим жидкостным дозатором или газовым краном-дозатором;

- разборку регуляторов давления, находящихся в блоке БПГ, и промывку этиловым спиртом внутренних поверхностей;

- проверку уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала соответствующего детектора и при необходимости регенерацию фильтров;

- проверку соответствия индикации величины давления и расхода на блоке БПГ после прогрева блока сначала при отсутствии газовых потоков, затем в рабочем режиме.

Нормы расхода этилового спирта (ГОСТ 18300) приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Нормы расхода этилового спирта

Наименование узлов	Количество узлов	Количество спирта, мл	
		На узел	Итого
1. Ионизационный детектор (ПИД, ТИД, ПФД, ДПР, ФИД)	1	50	50
2. Газовый дозатор или жидкостной дозатор	1	50	50
3. Регулятор давления	3	30	90

3.3 Техническое освидетельствование

3.3.1 Хроматограф подлежит переодической поверке ведомственной или государственной метрологической службой в соответствии с методикой поверки (приложение Ж) РЭ.

Межповерочный интервал – 1 год.

4 ХРАНЕНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И УТИЛИЗАЦИЯ

4.1 Хроматограф в упаковке должен храниться на складах предприятия-изготовителя и предприятия-потребителя согласно ГОСТ 15150 в условиях хранения 1, при отсутствии в окружающем воздухе газов и паров, разрушающе действующих на материалы хроматографа.

Срок хранения в упаковке один год в соответствии с указаниями на транспортных ящиках. По истечении срока консервации хроматограф подвергнуть пере-консервации в соответствии с ГОСТ 9.014 и соответствующей записью в паспорте на хроматограф.

4.2 Упакованный хроматограф должен транспортироваться по правилам перевозок грузов соответствующих транспортных ведомств в условиях, соответствующих условиям хранения по ГОСТ 15150:

- по условиям хранения 5 - при перевозке сухопутным (закрытым автомобильным и железнодорожным) и внутренним водным транспортом;
- по условиям хранения 3 - при морских перевозках в трюме;
- в герметизированных отапливаемых отсеках - при перевозках воздушным транспортом.

При погрузке и выгрузке должны выполняться требования транспортной маркировки груза и ГОСТ 12.3.009.

При погрузке транспортных ящиков разной массы и габаритов ящики большей массы и габаритов должны быть уложены в нижних рядах транспортных средств.

Размещение и крепление в транспортных средствах упакованных изделий должно обеспечивать их устойчивое положение, исключать возможность ударов друг о друга, а также о стенки транспортных средств.

Пакетирование транспортных ящиков (при необходимости) производить в соответствии с требованиями "Правил перевозки грузов", утвержденных соответствующими ведомствами.

Таблица 5 - Транспортные характеристики изделия

Содержание ящика	Масса, кг	Габаритные размеры (длина x ширина x высота), мм
Место 1 - Блок аналитический	65	570 x 720 x 620
Место 2 – Блок подготовки газов, комплекты	40	490 x 660 x 570
Место 3 - Персональный компьютер с принтером		В зависимости от типа компьютера

4.3 Утилизация хроматографа осуществляется в общепринятом порядке за исключением детектора ДПР, обладающего источником радиоактивного излучения. Утилизацию данного детектора необходимо проводить в соответствии с указаниями эксплуатационной документации на него.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

КОМПЛЕКТ ЗАПАСНЫХ ЧАСТЕЙ
5Е4.070.402

Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5Е8.685.289	Прокладка	50	Для испарителя
5Е8.680.164	Прокладка	2	Для фильтра
5Е9.443.125	Шайба	10	Для уплотнения трубок Ø2 мм
5Е8.220.964	Втулка	20	Для уплотнения трубок Ø2 мм
	Вставка плавкая ВП2Б-1В-2А АГО.481.304 ТУ	5	(2А)
	Вставка плавкая ВП2Б-1В-10А АГО.481.304 ТУ	4	(10А)
	Проволока ДКРНХ 1,50 БТ Ц1 ГОСТ 13073-77	0,4 м	Термопредохранитель термостата колонок
	Вставка плавкая ВПТБ-1В-0,15 А	2	(0,15А)
	Вставка плавкая ВПТБ-1В-1А	2	(1А)

2041 Dec-14/2005

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

КОМПЛЕКТ МОНТАЖНЫХ ЧАСТЕЙ 5Е4. 075.220

Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5Е4.850.012	Кабель (высокоомный)	1	БИД-БА (ПИД) высокоомный
5Е4.853.400	Кабель	1	БА-ПК (ЭВМ)
5Е4.853.148	Кабель	1	БИД-БА-121-02 (АЦП-1, 2)
5Е4.853.185	Кабель	1	БИД-БА 121-02
	Фильтр - удлинитель "SVEN"	1	Подсоединение хроматографа к сети 220 В

2041 Aug 28/105

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

КОМПЛЕКТ СМЕННЫХ ЧАСТЕЙ 5Е4.071.178

Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5Е6.498.123	Колонка L= 1м	1	Металлическая
5Е8.223.777	Втулка металлическая	6	Для уплотнения колонок
5Е8.220.758	Втулка графитовая	20	То же
5Е8.939.488-05	Гайка накидная	6	- " -
5Е8.685.351	Прокладка	20	Резина, уплотнение колонок

2041 des- 14/12/05

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(обязательное)

КОМПЛЕКТ ИНСТРУМЕНТА И ПРИНАДЛЕЖНОСТЕЙ 5Е4.078.394

Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5Е2.833.166	Микрошприц МШ-10	2	10 мкл, 1 упаковка
5Е5.863.358	Зажигалка	1	Для детектора ПИД
5Е6.454.147	Штуцер	1	Монтаж газовых линий
	Ключи ГОСТ 2839-80		
	хим.ОКС ПРМ		
	7811-0002 С1	1	5,5x7x100
	7811-0007 С1	1	12x13x140
	7811-0003 С1	1	8x10
	Отвертка 7810-0912 3В1		
	хим.ОКС, ПРМ		
	ГОСТ 17199-88	1	0,5x3,5x180

ПРИЛОЖЕНИЕ Д

(обязательное)

СХЕМА ПНЕВМОЭЛЕКТРИЧЕСКАЯ ОБЩАЯ 5E1.550.205-01 С6

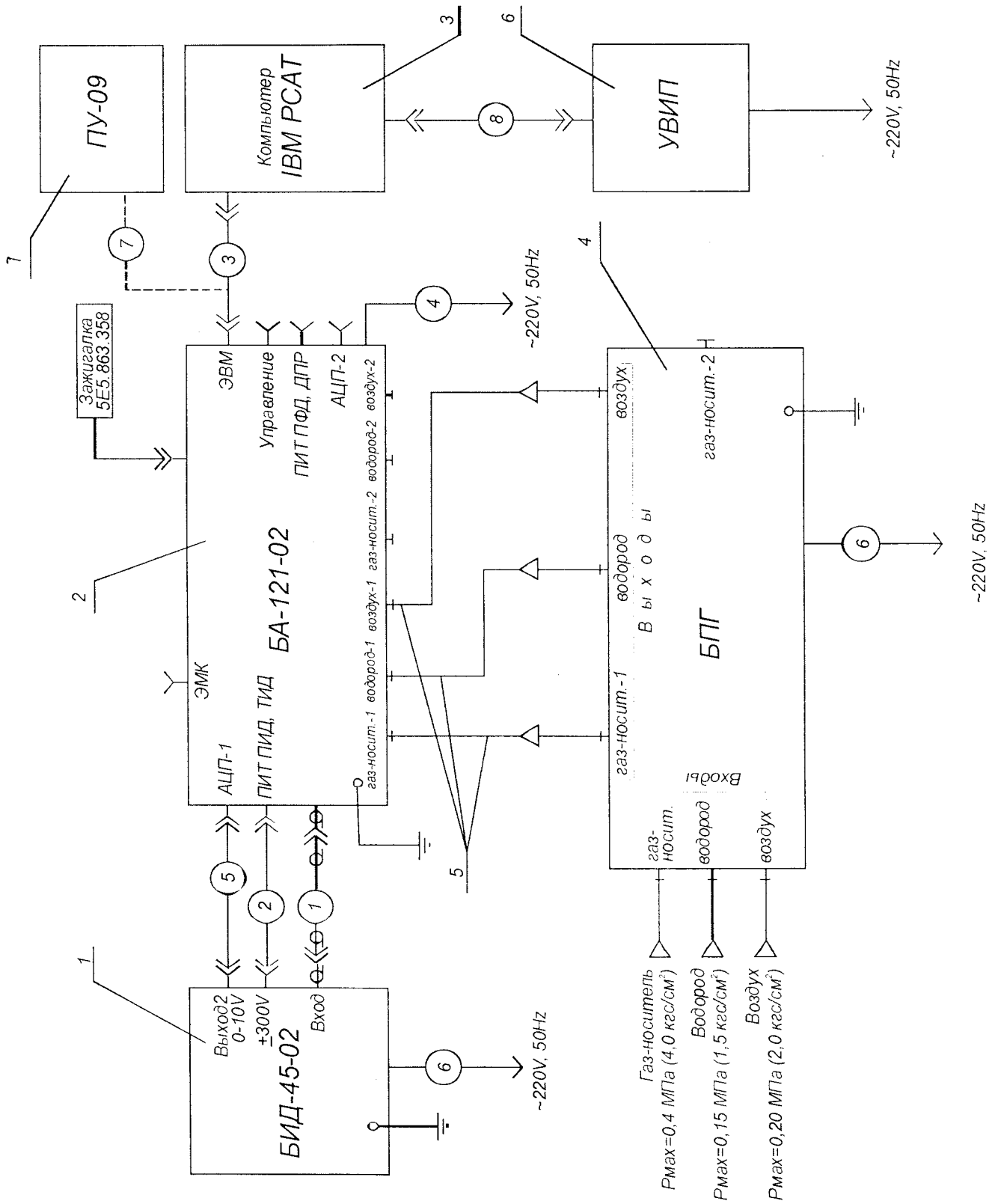


Таблица Д.1 – Перечень устройств

Поз. обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
1	Блок ионизационного детектирования		
	БИД-45-02 5Е2.033.045-02	1	
2	Блок аналитический БА-121-02		
	5Е2.320.121-02	1	
3	Компьютер IBM PCAT	1	см. п. 3 ТТ
4	Блок подготовки газов БПГ-186Н 5Е3.620.186	1	
5	Трубка 2x0,5-18Н10Т		см. п. 2 ТТ
6	Устройство ввода информации печатающее		
	EPSON LX-300	1	см. п. 4 ТТ
7	Пульт управления 5Е3.624.009	1	При работе без компьютера см. п. 3 ТТ

Поз. обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
1	Кабель 5Е4.850.012	1	БИД-45-02-ПВД
2	Кабель 5Е4.853.185	1	БИД-45-02-БА
3	Кабель 5Е4.853.400	1	ПК-БА
4	Кабель 5Е4.853.034-01	1	Входит в БА-121-02
5	Кабель 5Е4.853.148	1	БИД-БА (АЦП1,2)
6	Шнур ШЗП-ВП2x0,75-250-1-6-2,2		
	ГОСТ 28244-89	2	Входит в БПГ-186 и БИД-45-02
7	Кабель 5Е4.853.419	1	Входит в ПУ-09
8	Кабель для принтера CENTRONIKS	1	Входит в УВИП

ПРИЛОЖЕНИЕ Е
(справочное)

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНЫЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение	Наименование	Номер пункта
ПР 50.2.009-94	ГСИ. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.	1.1.6.1
ГОСТ 9.014-78	ЕСЗКС. Временная противокоррозионная защита изделий. Общие требования	1.1.2.12 4.1
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны	2.2.4.2.
ГОСТ 12.2.007.0-75	ССБТ. Изделия электрические. Общие требования безопасности	2.2.4.4
ГОСТ 12.3.009-76	ССБТ. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности	2.2.4.8, 4.2
ГОСТ 2991-85	Ящики дощатые неразборные для грузов массой до 500 кг. Общие технические условия	1.1.7.1
ГОСТ 3956-76Е	Силикагель технический. Технические условия	1.1.7.1
ГОСТ 5679-91	Вата хлопчатобумажная одежная и мебельная. Технические условия	1.1.7.1
ГОСТ 5959-80	Ящики из листовых древесных материалов неразборные для грузов массой до 200 кг. Общие технические условия	1.1.7.1
ГОСТ 7376-89	Картон гофрированный. Общие технические условия	1.1.7.3
ГОСТ 9198-83	Эмали марок НЦ-11 и НЦ-11А. Технические условия	1.1.6.2
ГОСТ 10144-89	Эмаль ХВ-124. Технические условия	1.1.6.2
ГОСТ 10354-82	Пленка полиэтиленовая. Технические условия	1.1.7.2
ГОСТ 12997-84	Изделия ГСП. Общие технические условия	1.1.1.2
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов	1.1.6.2
ГОСТ 21130-75	Изделия электротехнические. Зажимы заземляющие и знаки заземления	2.2.4.4
ГОСТ 26703-93	Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний	1.1.1.3
ГОСТ Р 51350-99	Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного	1.1.1.2 2.2.4.4

Обозначение	Наименование	Номер пункта
	оборудования	
ГОСТ 13109-97	Электрическая энергия. Совместимость технических средств электромагнитная. Нормы качества электрической энергии в системах электроснабжения общего назначения	1.1.1.4
ГОСТ 21128-83	Системы электроснабжения, сети, источники, преобразователи, приемники электроэнергии. Номинальные напряжения до 1000 В.	1.1.1.4
СНиП 23-05-95	Естественное и искусственное освещение	2.2.4.2
СНиП 2.04.05-91	Отопление, вентиляция и кондиционирование	2.2.4.2
ППБ-01-03	Противопожарные нормы	2.2.4.6
ПБ 10-115-96	Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением	2.2.4.7
	Правила технической эксплуатации электроустановок потребителем ЗАО «Энергосервис», г.Москва, 2003.	2.2.4.4
ПОТ РО 14000-005-98	Положение. Работы с повышенной опасностью. Организация проведения	2.2.4.3
	Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором, 18.04.95г.	2.2.4.3

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж
(обязательное)

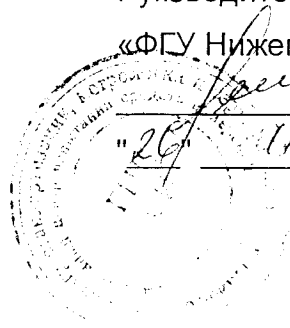
СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ

«ФГУ Нижегородский ЦСМ»

И.И.Решетник

2007 г.



**ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ АНАЛИТИЧЕСКИЙ
"ЦВЕТ-800"**

Методика поверки

5Е1.550.205 МП

стр. 47 из 20, 12.07

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на хроматограф газовый аналитический "Цвет-800" и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок. Методика поверки составлена на основе Рекомендации МИ 2402-97.

Хроматограф "Цвет-800" является индивидуально градуируемым измерительным средством (системой). На хроматограф распространяется действие ГОСТ 26703-93 группа ЛСХ. Хроматограф подлежит комплектной поверке.

Межповерочный интервал - один год.

Хроматограф "Цвет-800" может комплектоваться несколькими детекторами. Для многодетекторных моделей допускается проводить периодическую поверку с теми детекторами (детектором), с которыми эксплуатируется хроматограф на данном предприятии в течение межповерочного интервала.

В хроматографе предусмотрен цифровой вариант регистрации выходных сигналов - с компьютерной обработкой и распечаткой результатов, с использованием версии программного обеспечения (ПО) "Цвет-Аналитик".

Если хроматограф при выпуске из производства укомплектован газовым краном-дозатором, первичная поверка проводится при введении газовой пробы краном-дозатором.

Если хроматограф эксплуатируется при дозировании жидких проб в испаритель, допускается проводить его периодическую поверку только по жидким контрольным смесям. Если хроматограф эксплуатируется при дозировании газов (паров) краном-дозатором, допускается проводить его периодическую поверку только с использованием поверочных газовых смесей (ПГС).

С.41 5Е1.550.205–01 РЭ

Ж.1 Операции поверки

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

Таблица Ж.1 - Перечень операций при поверке хроматографа

Наименование операции	Номер пункта поверки	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверки	периодической поверки
1 Внешний осмотр	Ж.7.1	да	да
2 Опробование	Ж.7.2	да	да
3 Определение метрологических характеристик:	Ж.7.3		
3.1 Относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	Ж.7.3.1	да	да
3.2 Изменения площади пика за 48 часов непрерывной работы;			
3.3 Погрешности результатов измерений	Ж.7.3.2	да ²⁾	да ¹⁾
	Ж.7.3.3	нет	да ³⁾

¹⁾ - при отсутствии нормативно-технической документации (далее - НТД) по ГОСТ Р 8.563-96 "Методики выполнения измерений".

²⁾ - для хроматографов, подвергаемых периодическим испытаниям;

³⁾ - при наличии НТД по ГОСТ Р 8.563-96 "Методики выполнения измерений".

Ж.2 Средства поверки

Ж.2.1 При проведении поверки должны быть применены следующие основные и вспомогательные средства поверки и материалы:

– микрошприц типа МШ-10 по ТУ 5Е2.833.106, максимальный объем доз 10 мкл, погрешность $\pm 5\%$;

– смесь пропана с гелием ГСО 3972-87 или азотом ГСО 5326-90, диапазон концентраций пропана 0,19-3,3 % об., погрешность аттестации 10 % (допускается использовать по ТУ 6-16-2956-92 ПГС 2 разряда);

– гептан ДСЗУ 162.12-01 (ГСО 2584-83)-МСО 0359:2002;

– линдан ГСО 7889-2001 (99,8 %);

– метафос ГСО 7888-2001 (98,5 %);

– источник микропотока бензола ИМ 15-0-Б ИБЯЛ 418319.013 ТУ.

Указанные средства поверки должны быть поверены соответствии с ПР 50.2.006-94.

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей методике поверки.

Жидкие контрольные смеси для поверки изготавливаются весообъемным методом на основе названных ГСО по прилагаемой инструкции (см. приложение Ж.А настоящей МП).

Ж.2.2 При проведении поверки применяют следующие вспомогательные средства и материалы и испытательное оборудование:

- установка динамическая "Микрогаз" 5E2.966.057 ТУ или приставка парогазовая "Поток-А" ТУ 4215-001-04681267-98;
- кран-дозатор КД-234-02 5E4.460.234-02 или КД-234-09 5E4.460.234-09;
- гексан "ХЧ" по ТУ 6-09-3375 (99 %);
- нонан "Ч" по ТУ 6-09-26-485 (98 %);
- ацетон "ОСЧ" по ТУ 6-09-3513 (99,8%);
- газохроматографическая колонка;
- сорбент хроматон N=AW HMDS или N=AW DMCS, фракция 0,16-0,25 мм, пропитанный 3-5 % жидкой стационарной фазой SE-30 (силиконовое масло);
- сорбент хроматон N-AW, фракция 0,16-0,20 мм, пропитанный 15 % Arizon L;
- сорбент силохром С-80 "ХЧ" по ТУ 6-09-17-48;
- барометр-анероид М-67 по ТУ 25-04-1797-75 с пределом измерений 80-106 кПа;
- психрометр аспирационный М-34 по ТУ 25-08-809-70 с погрешностью $\pm 3\%$;
- гелий марки А или Б по ТУ 51-940-80;
- азот технический по ГОСТ 9293-74;
- азот особой чистоты по ГОСТ 9293-74 или азот ПНГ по ТУ 6-21-39-79;
- водород технический марки А по ГОСТ 3022-80;
- воздух технический по ГОСТ 17433-80.

Ж.3 Требования к квалификации поверителей

Поверку хроматографов проводят лица, аттестованные Госстандартом России на право поверки.

Все действия по проведению измерений при поверке хроматографов и обработке результатов наблюдений проводят лица, изучившие настоящую методику и руководство по эксплуатации.

Ж.4 Требования безопасности

Ж.4.1 Раздел содержит требования, достаточные для обеспечения безопасности при поверке хроматографа. К поверке хроматографа допускаются лица,

достигшие 18-летнего возраста и прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа.

Ж.4.2 При проверке хроматографа должны соблюдаться все требования техники безопасности, необходимые при работе с электроустановками, сосудами работающими под давлением.

Ж.4.3 В отношении пожаро- и взрывоопасности хроматограф имеет обыкновенное исполнение. Хроматограф запрещается устанавливать в пожароопасных помещениях категорий А, Б и В.

Ж.4.4 Помещение, где поверяется хроматограф, должно быть оснащено пожарным инвентарем, готовым к немедленному применению.

В случае загорания хроматограф обесточить. Тушение проводят огнетушителем и песком. Электропроводку, находящуюся под напряжением, тушить только углекислотным огнетушителем.

Ж.5 Условия поверки

Ж.5.1 При проведении поверки должны быть соблюдены нормальные условия:

- температура окружающего воздуха – $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность - от 30 до 80 %;
- атмосферное давление - от 84 до 106,7 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 ± 5) В с частотой переменного тока - (50 ± 1) Гц по ГОСТ 21128-83 и ГОСТ 13109-97;
- содержание в воздухе агрессивных веществ должно быть в соответствии с ГОСТ 12.1.005;
- не должно быть механических вибраций, сильных электрических и магнитных полей, промышленных радиопомех;

- давление: газа-носителя – 0,4 МПа ($4,0 \text{ кгс/см}^2$);
- водорода – 0,15 МПа ($1,5 \text{ кгс/см}^2$);
- воздуха – 0,2 МПа ($2,0 \text{ кгс/см}^2$);
- колебание значения давления газов - не более - ± 3 %.

Ж.6 Подготовка к поверке

Ж.6.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- поверка средств измерения;
- при отсутствии НТД на методику выполнения измерений – подготовка колонок, проверка герметичности газовых линий, приготовление контрольных смесей

Ж.4.2 Ж.4.3 Ж.4.4 Ж.5 Ж.5.1 Ж.6 Ж.6.1

по приложению Ж.А, выведение хроматографа на испытательный режим, указанный в пунктах раздела Ж.7 настоящей МП;

– при наличии НТД на методику выполнения измерений – подготовка колонок, приготовление градуировочной смеси, проверка герметичности газовых линий и выведение хроматографа на рабочий режим, предусмотренный методикой выполнения измерений.

Подготовительные операции, в частности, включение хроматографа и выведение его на режим, а также работу с хроматографом, следует проводить в соответствии с руководством эксплуатации на хроматограф.

Ж.7 Проведение поверки

Ж.7.1 Проверка комплектности и внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра и проверки комплектности хроматографа должно быть установлено наличие всех поставляемых в комплекте хроматографа изделий и нормативно-технических документов.

При внешнем осмотре устанавливают отсутствие повреждений и дефектов, которые ухудшают внешний вид и могут препятствовать применению хроматографа.

Ж.7.2 Опробование

Ж.7.2.1 Операция опробования предусматривает измерение значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и измерение значения предела детектирования (минимальной измеряемой концентрации контрольного вещества в стандартном режиме). Последнее выполняется косвенным методом по результатам измерений значений уровня флуктуационных шумов и выходных сигналов детектора при введении известного количества контрольного вещества.

Ж.7.2.2 Уровень шумов для всех детекторов определяется как среднее арифметическое значение высот шумовых сигналов, зарегистрированных системой обработки. Хроматограф вывести на режим, соответствующий каждому типу детектора, и выполнить следующие операции при работе с ПО "Цвет-Аналитик:

- выбрать тип детектора и входное измерительное сопротивление БИД (для ионизационных детекторов);
- задать ВРЕМЯ АНАЛИЗА 100 секунд;
- провести запись выходного сигнала на ПК, нажав кнопку АНАЛИЗ на аналитическом блоке;
- установить на участок хроматограммы графические указатели, между которыми будет выполнена операция расчета шумов;
- нажать кнопку РАСЧЕТ ШУМА ПО УЧАСТКУ ХРОМАТОГРАММЫ МЕЖДУ КУРСОРАМИ.

В результате, в таблице на закладке СПЕЦИАЛЬНЫЕ в поле СРЕДНИЙ ШУМ появится среднее арифметическое значение высот шумовых пиков в нА для ионизационных детекторов или в мВ – для детектора по теплопроводности (ДТП).

В таблице Ж.2 приведены предельные допустимые значения уровней флуктуационных шумов для различных типов детекторов.

Таблица Ж.2 – Допустимые значения уровней флуктуационных шумов детекторов

Тип детектора	Нормируемое значение уровня флуктуационных шумов	
	А	В
1 Пламенно-ионизационный (ПИД)		
- с насадочной колонкой	1×10^{-14}	
- с капиллярной колонкой	1×10^{-14}	
2 Электронно-захватный (ЭЗД), далее по тексту постоянной скорости рекомбинации		
(ДПР) с насадочной колонкой	2×10^{-14}	
(ДПР-К) с капиллярной колонкой	2×10^{-14}	
3 Термоионный (ТИД)	$5,2 \times 10^{-14}$	
4 Пламенно-фотометрический (ПФД)	$2,6 \times 10^{-12}$	
5 По теплопроводности (ДТП)		$5,2 \times 10^{-7}$
6 Фотоионизационный (ФИД) с лампой		
КсРВ	2×10^{-14}	
КрРВ	4×10^{-14}	

Ж.7.2.3 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ПИД проводить через 2 часа после включения хроматографа с колонкой насадочной стальной длиной 1-2 м, заполненной прокаленным силохромом С-80 (зернением от 0,2 до 0,25 мм), при следующих условиях:

- расходы газов:

азота и водорода — (30 ± 1) мл/мин;

воздуха — (300 ± 10) мл/мин;

- температуры для анализа жидких проб, вводимых в испаритель микрошприцем:

термостата колонок — 100°C ;

термостата переходной камеры — 150°C ;

термостата испарителя — 150°C ;

- температуры для анализа газовых (паровых) проб, вводимых краном-дозатором:

термостата колонок — 50°C ;

термостата переходной камеры — 100°C ;

2047 А.С. 208/12 87

термостата крана-дозатора — 50 °С (если он обогревается);

- входное измерительное сопротивление БИД- $R_{вх}=10^{10}$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 1×10^{-14} А.

Если хроматограф используется для анализа жидких проб с капиллярной кварцевой колонкой длиной от 25 до 30 метров, с внутренним диаметром от 0,18 до 0,2 мм, с химически привитым слоем неполярной жидкой фазы (SE-30, E-301 и др.), то устанавливаются следующие значения:

- расходы газов:

газа-носителя через КК - $(1 \pm 0,1)$ мл/мин;

газа-носителя на сбросе - (50 ± 5) мл/мин;

газа-носителя при обдуве мембраны - $(2 \pm 0,2)$ мл/мин

- температуры те же, что для анализа жидких проб;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{вх}=10^{10}$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 1×10^{-14} А.

Ж.7.2.4 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ДПР проводить через 2 часа после включения хроматографа с колонкой стеклянной длиной 1 м, заполненной хроматоном N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернением от 0,16 до 0,25 мм, пропитанным от 3 до 5 % силиконом SE-30 при следующих условиях:

- расход газа-носителя (азот особой чистоты) – (30 ± 1) мл/мин;

- температуры: термостата колонок - 200 °С;

термостата испарителя - 250 °С;

термостата детектора - 300 °С;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{вх}=10^{10}$ Ом.;

- сигнал детектора снимается с разъема "СИГНАЛ 1" выносного блока ДПР.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 2×10^{-14} А.

Если хроматограф используется для анализа с детектором ДПР-К с колонкой капиллярной кварцевой длиной от 25 до 50 метров, с внутренним диаметром от 0,18 до 0,2 мм, с химически привитым слоем неполярной жидкой фазы (SE30, E301 и др.), то устанавливаются следующие значения:

- расходы газов:

газа-носителя через КК - $(1 \pm 0,1)$ мл/мин;

газа-носителя на сбросе - (50 ± 5) мл/мин;

газа-носителя при обдуве мембраны - $(2 \pm 0,2)$ мл/мин;

газа-носителя при поддуве детектора - (20 ± 5) мл/мин

- температуры те же;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{вх}=10^{10}$ Ом;

- сигнал детектора снимается с разъема "СИГНАЛ 1" выносного блока ДПР.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 2×10^{-14} А.

Ж.7.2.5 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ТИД проводить для режима регистрации фосфорсодержащих соединений через 2 часа после включения хроматографа с колонкой по п.Ж.7.2.4 при следующих условиях:

- расходы газов:

азота — (от 27 до 33) мл/мин;

водорода — (от 15 до 18) мл/мин (поджиг пламени при 40 мл/мин);

воздуха — (от 160 до 180) мл/мин.

- температуры:

термостата колонок — 190°C ;

термостата испарителя — 230°C ;

термостата переходной камеры — 320°C ;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{\text{вх}}=10^{10}$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более $5,2 \times 10^{-14}$ А.

Ж.7.2.6 Определение уровня флуктуационных шумов с ПФД проводить с интерференционным фильтром на серу через 2 часа после включения хроматографа с насадочной стеклянной колонкой по п.Ж.7.2.4 при следующих условиях:

- расход азота — (45 ± 2) мл/мин;

- расходы водорода и воздуха в соответствии с паспортом ПФД;

- температуры:

термостата колонок — 190°C ;

термостата испарителя — 230°C ;

термостата переходной камеры — 200°C ;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{\text{вх}}=10^9$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более $2,6 \times 10^{-12}$ А.

Ж.7.2.7 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ДТП проводить через 2 часа после включения хроматографа с двумя колонками по п.Ж.7.2.3. при следующих условиях:

- расход газа-носителя – (гелия) — (30 ± 1) мл/мин в обеих линиях;

- ток моста – от 220 до 240 мА;

- температуры для анализа жидких проб, вводимых в испаритель микрошприцем:

термостата колонок — 100°C ;

термостата детектора — 150°C ;

термостата испарителя — 150°C .

2014 г. 28.05.2014 г.

- температуры для анализа газовых (паровых) проб, вводимых краном-дозатором:

термостата колонок — 50 °С;

термостата детектора — 70 °С;

термостата крана-дозатора — 50 °С (если он обогревается).

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более $5,2 \times 10^{-7}$ В.

Ж.7.2.8 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ФИД с лампой типа КсРВ или КрРВ проводить через 2 часа после включения хроматографа с колонкой стальной длиной 1 м, заполненной хроматоном NAW (зернением от 0,16 до 0,20 мм) пропитанным 15 % апьезоном L при следующих условиях:

- расходы: газа-носителя (азота) - (30±3) мл/мин;

газа-разбавителя (воздуха) - (200±20) мл/мин;

- температуры: термостата колонок - 80 °С;

термостата крана-дозатора - 80 °С;

термостата переходной камеры - 120 °С;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{вх} = 10^{10}$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 2×10^{-14} А (лампа КсРВ) или $4 \cdot 10^{-14}$ А (лампа КрРВ).

Ж.7.2.9 Определение выходного сигнала детектора (площади пика контрольного вещества), необходимого для расчета предела детектирования с детекторами ПИД и ДТП ведется по жидким и/или газовым контрольным смесям (в зависимости от используемого варианта ввода пробы при эксплуатации хроматографа), с детекторами ДПР, ТИД и ПФД только по жидким смесям, а с детектором ФИД при дозировании газовым краном-дозатором.

В хроматограф вводят не менее 10 раз подряд одинаковый объем смеси, содержащей контрольное вещество известной концентрации, регистрируют пик контрольного вещества системой обработки. Система обработки (персональный компьютер) регистрирует площадь пика в ампер × секунда (А·с) – для ионизационных детекторов и в вольт × секунда (В·с) – для детектора ДТП.

При работе с жидкими контрольными смесями проба вводится микрошприцем при соблюдении условий, направленных на достижение максимальной сходимости величины пробы в серии измерений: проба должна вводиться одним оператором, одним и тем же микрошприцем, в неизменном темпе, с постоянной глубиной ввода и временем выдержки иглы в испарителе и т.д. Допускается проводить дозирование жидкости ручным или автоматическим микродозатором, имеющим аттестованные объемы доз в диапазоне от 1 до 3 мкл. При этом выбранный режим работы хроматографа должен быть постоянным и должны соблюдаться нормальные внешние условия. При подготовке к измерениям допускается подбор температур термостатов колонок и испарителей в пределах ± 20 °С от указанных

выше значений для достижения полного разделения пика контрольного вещества от неинформативных компонентов.

При периодической поверке хроматографа, укомплектованного газовым краном-дозатором, достаточно провести определение площади пика контрольного вещества для детекторов ПИД и ДТП только по газовым пробам.

Ж.7.2.10 Определение площади пика контрольного вещества с детекторами ПИД и ДТП по жидкости проводят при дозировании микрошприцем контрольной смеси гелтана в нонане с концентрацией 2,73 мг/мл. Объем пробы – 2 мкл с насадочной колонкой и не более 1 мкл с капиллярной колонкой. Условия определения с ПИД по методике п.Ж.7.2.3 при рекомендуемом сопротивлении 10^8 Ом, с ДТП по методике п.Ж.7.2.7.

Ж.7.2.11 Определение площади пика контрольного вещества с детекторами ПИД и ДТП по газу проводят при дозировании краном-дозатором ПГС пропана в азоте или в гелии (ПИД) и пропана в гелии (ДТП) с концентрацией 0,19-3,3 % об. Объем дозы крана-дозатора 0,25 мл. Условия определения с ПИД по методике п.Ж.7.2.3, при рекомендуемом сопротивлении 10^8 Ом, с ДТП по методике п.Ж.7.2.7. Режим работы крана-дозатора автоматический или ручной.

При периодической поверке допускается использовать в качестве ПГС смесь пропана в азоте или гелии с концентрацией пропана, соответствующей НТД на методику выполнения измерений при условии, что погрешность аттестации концентрации не превышает 10 %.

Ж.7.2.12 Определение площади пика контрольного вещества с детекторами ДПР и ДПР-К проводят при дозировании контрольной смеси линдана в гексане с концентрацией 2×10^{-5} мг/мл. Объем пробы 2 мкл. Условия определения по методике п.Ж.7.2.4, при рекомендуемом сопротивлении 10^{10} Ом.

Ж.7.2.13 Определение площади пика контрольного вещества с детектором ТИД проводят при дозировании контрольной смеси метафоса в ацетоне с концентрацией 0,001 мг/мл. Условия определения по методике п.Ж.7.2.5 (по фосфору) при рекомендуемом сопротивлении 10^{10} Ом. Объем пробы 2 мкл.

Ж.7.2.14 Определение площади пика контрольного вещества с детектором ПФД проводят при дозировании контрольной смеси метафоса в ацетоне с концентрацией 0,01 мг/мл. Условия определения по методике п.Ж.7.2.6 (по сере). Объем пробы 2 мкл.

Ж.7.2.15 Определение площади пика контрольного вещества с детектором ФИД проводят при дозировании краном-дозатором парогазовой смеси бензола в воздухе, формируемой парогазовой приставкой с аттестованной ампулой. Объем дозы крана-дозатора 0,25 мл. Условия определения с ФИД по методике п.Ж.7.2.8, при рекомендуемом сопротивлении 10^9 Ом.

Режим работы крана автоматический.

Ж.7.2.16 Предел детектирования (C_{\min} , г/с) для ионизационных детекторов ПИД, ТИД, ДПР, ПФД рассчитать по формуле

2047 10.10.2017

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S}, \quad (\text{Ж.1})$$

а предел детектирования (C_{\min} , г/мл) для детекторов ДТП, ФИД рассчитать по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S \cdot Q}, \quad (\text{Ж.2})$$

где ΔX - экспериментально полученное значение уровня флуктуационных шумов А(В);

G - масса, введенного контрольного вещества, г ;

Q - расход газа-носителя, мл/с;

S - средняя площадь пика из 10 результатов наблюдений в А · с (В · с).

Массу, введенного жидкого вещества микрошприцем, рассчитать по формулам:

$$G = C_o \cdot V_{\partial} \quad - \text{ для ПИД, ДПР и ДТП, (с насадочной колонкой); } (\text{Ж.3})$$

$$G = C_o \cdot V_{\partial} \cdot K_{\text{дел}} \quad - \text{ для ПИД, ДПР (с капиллярной колонкой); } (\text{Ж.4})$$

$$G = 0,118 \cdot C_o \cdot V_{\partial} \quad - \text{ для ТИД (по фосфору); } (\text{Ж.5})$$

$$G = 0,122 \cdot C_o \cdot V_{\partial} \quad - \text{ для ПФД (по сере), } (\text{Ж.6})$$

где C_o - концентрация контрольного вещества, г/мл;

V_{∂} - объем пробы, введенной шприцем, мл;

$K_{\text{дел}}$ - коэффициент деления пробы, равный отношению расхода газа-носителя через КК к расходу на сбросе.

Массу контрольного вещества (пропана), введенного краном-дозатором, рассчитать по формуле

$$G = \frac{7,06 \cdot 10^{-6} \cdot P \cdot C_o \cdot V_{\partial}}{T}, \quad (\text{Ж.7})$$

где P - атмосферное давление, мм рт.ст.;

V_{∂} - объем дозы, мл;

С.51 5Е1.550.205–01 РЭ

T - температура окружающего воздуха, К;

C_0 - концентрация контрольного вещества в пробе, % об..

Массу контрольного вещества (бензола - для ФИД) введенного краном-дозатором, рассчитать по формуле

$$G = J \cdot \frac{V_{\partial} \cdot T_k}{Q_1 \cdot T_{\partial}}, \quad (\text{Ж.8})$$

где J - поток массы бензола по паспорту источника микропотока, г/мин;

V_{∂} - объем дозы крана-дозатора, мл;

Q_1 - расход воздуха через термостат установки, мл/мин;

T_k - температура окружающего воздуха, К;

T_{∂} - температура дозы крана-дозатора, К.

В таблице Ж.3 приведены нормированные значения пределов детектирования при обработке сигнала ПК.

Таблица Ж.3 – Пределы детектирования

Детектор	Предел детектирования	Контрольное вещество и его концентрация на входе в хроматограф
ПИД - с насадочной колонкой	2×10^{-12} г/с	пропан 0,5 % гептан 2,73 мг/мл
- с капиллярной колонкой	10×10^{-12} г/с	гептан 2,73 мг/мл
ДПР - с насадочной колонкой	2×10^{-14} г/с	линдан 2×10^{-5} мг/мл
- с капиллярной колонкой	2×10^{-14} г/с	линдан 2×10^{-5} мг/мл
ТИД фосфор	1×10^{-14} гР/с	метафос 1×10^{-3} мг/мл
ПФД сера фосфор	2×10^{-12} гS/с 1×10^{-12} гР/с	метафос 1×10^{-2} мг/мл метафос 1×10^{-2} мг/мл
ФИД лампа КрРВ	5×10^{-14} г/мл	бензол 1×10^{-5} мг/мл
ДТП	1×10^{-9} г/мл	пропан 0,5 % гептан 2,73 мг/мл

Расчет предела детектирования при работе с ПО "Цвет-Аналитик" проводится по команде ПРЕДЕЛ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ на закладке СПЕЦИАЛЬНЫЕ.

Ж.7.3 Определение метрологических характеристик

КСНП Двз. РБ/М/СР

Ж.7.3.1 Определение значений относительных средних квадратических отклонений (ОСКО) выходных сигналов проводят в изотермическом режиме для площадей пиков и времени удерживания контрольных веществ:

1) при первичной поверке при дозировании жидкости микрошприцем - со всеми детекторами, входящими в комплект поставки хроматографа, при периодической поверке - только с используемыми детекторами;

2) при первичной поверке при дозировании газа - с детекторами ПИД и/или ДТП, а также ФИД, если хроматограф укомплектован краном-дозатором, при периодической поверке – только с используемым детектором.

Для многодетекторного комплекта поставки хроматографа допускается проводить определение ОСКО времени удерживания только при работе с одним детектором, как правило, с ПИД при дозировании жидкости. При периодической поверке хроматографа, эксплуатируемого только с газовым краном-дозатором, допускается проводить определение ОСКО площадей пиков с ПИД и/или ДТП только при дозировании газа краном-дозатором в автоматическом или ручном режиме.

Предварительно рекомендуется ввести не менее пяти проб контрольного вещества для насыщения колонки, затем провести последовательно десять или более дозирования. Расчет ОСКО вести по 10 последним результатам анализов. Выходные сигналы детектора регистрируются системой обработки - персональным компьютером.

Для определения ОСКО площади пика $\delta(X_i)$ и ОСКО времени удерживания $\delta(t_i)$ хроматограф выводится на заданный режим. ОСКО X_i , %, рассчитать по формуле

$$\delta(X_i) = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{X} - X_i)^2}{n-1}}, \quad (\text{Ж.9})$$

где \bar{X} - среднее арифметическое значение площади пика;

X_i - значение площади пика в i -ом наблюдении.

Для расчета $\delta(X_i)$ и $\delta(t_i)$ следует использовать результаты измерений площади и времени удерживания, полученные: для ПИД и ДТП - по методике п.Ж.7.2.10 и Ж.7.2.11, для ДПР - по методике п.Ж.7.2.12, для ТИД - по методике п.Ж.7.2.13, для ПФД по методике п.Ж.7.2.14 и для ФИД - по методике п.Ж.7.2.15.

Значения ОСКО площадей пиков для различных типов детекторов, дозаторов и колонок приведены в таблице Ж.4.

Таблица Ж.4 – Относительное СКО высот и площадей пиков

Детектор	Дозатор	Колонка	ОСКО площади, %
ПИД	газ-кран (ручной)	насадочная	1
	газ-кран (автомат.)	насадочная	0,5
	микрошприц	насадочная	1
	микрошприц	капиллярная	10
ДТП	газ-кран (ручной)	насадочная	1
	газ-кран (автомат.)	насадочная	0,5
	микрошприц	насадочная	1
ТИД	микрошприц	насадочная	4
ПФД	микрошприц	насадочная	5
ДПР	микрошприц	насадочная	4
ДПР-К	микрошприц	капиллярная	10
ФИД			
Лампа КсРВ	газ-кран (автомат.)	насадочная	1
Лампа КрРВ	газ-кран (автомат.)	насадочная	1

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

Расчет ОСКО выходных сигналов при работе с ПО "Цвет-Аналитик" проводится по команде РАСЧЕТ СКО на закладке СПЕЦИАЛЬНЫЕ.

Ж.7.3.2 Определение изменения площади пика контрольного вещества за цикл измерений 48 часов непрерывной работы хроматографа проводят при первичной поверке для площадей пиков контрольных веществ при дозировании жидкости микрошприцем со всеми детекторами и, если хроматограф укомплектован краном-дозатором, при дозировании газов с ПИД, ДТП и ФИД. При периодической поверке многодетекторного хроматографа допускается проводить определение только с используемыми детекторами. Для хроматографа, эксплуатируемого только с газовым краном-дозатором, допускается проводить определение только с ПИД, ДТП и/или ФИД при дозировании газа краном-дозатором в автоматическом или ручном режиме.

Условия и режимы определения аналогичны изложенным в методиках п.Ж.7.3.1. Жидкие контрольные смеси объемом не менее 50 мл во время определения следует хранить в герметичной посуде в холодильнике. При работе с газовыми смесями необходимо следить за сохранением начального давления на входе в кран-дозатор.

Перед началом определения рекомендуется провести 8-часовой прогон хроматографа с периодическим дозированием контрольной смеси для насыщения колонки, после чего проводят не менее 5 измерений площади пика контрольного вещества и находят их среднее арифметическое начальное значение \bar{X}_0 . Через каждые 8 часов рекомендуется провести не менее 5 дозирования контрольного вещества. Через 48 часов непрерывной работы хроматографа (без корректировки его рабочего режима) повторяют измерение площади пика и находят их среднее арифметическое конечное значение \bar{X}_t . Изменение площади пика (δ_t , %) за цикл измерения 48 часов рассчитывают по формуле

$$\delta_t = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}_0}{\bar{X}_0} \cdot \frac{P_0}{P_t} \cdot 100 \quad (\text{Ж.10})$$

где: P_0 и P_t - значения атмосферного давления для начала и конца цикла измерений. В случае дозирования микрошприцом жидких проб соотношение P_0/P_t принимается равным единице.

Изменения площади пика за цикл измерений 48 часов непрерывной работы хроматографа не должны превышать ± 4 % - с ПИД и ДТП, ± 8 % - с ДПР, ТИД и ПФД и ± 12 % - с ФИД.

Примечание - Необходимость непрерывной работы устанавливают метрологические службы, осуществляющие поверку хроматографа. При соответствующем обосновании допускается уменьшать время непрерывной работы.

Ж.7.3.3 Определение погрешности результатов измерений

Определение погрешности результатов измерений проводят при наличии НТД на методику выполнения измерений (МВИ). Условия измерения должны соответствовать требованиям НТД на МВИ. Образцы (градуировочные или тестовые смеси с известной концентрацией C_d контрольного компонента) для контроля погрешности должны удовлетворять требованиям МИ 2335-95.

Хроматограф выводят на режим, предписанный НТД на методику, вводят контрольный образец, определяют концентрацию в нем контрольного компонента по процедуре, указанной в НТД.

Результат измерения концентраций (добавки) C контрольного компонента должен удовлетворять условию

$$|C - C_d| \leq K, \quad (\text{Ж.11})$$

где K - норматив оперативного контроля погрешности, установленный в НТД на МВИ.

Удовлетворительный результат определения погрешности измерений по методике п.Ж.7.3.3 является достаточным основанием для общего заключения о

положительном результате периодической поверки хроматографа при использовании его по данной МВИ.

Ж.8 Оформление результатов поверки

Ж.8.1 Результаты поверки считают положительными и хроматограф годен к применению, если он отвечает требованиям настоящей методики.

Ж.8.2 Результаты поверки заносят в протокол по форме приложения Ж.Б настоящей МП, отдельно для каждого детектора.

При периодической поверке должно быть записано:

- в протоколах Ж.Б.1-Ж.Б.4 – результаты измерений со всеми детекторами, при использовании которых проведена поверка с указанием варианта программного обеспечения;

- в протоколе Ж.Б.5 – по какой МВИ проверен норматив оперативного контроля погрешности.

Ж.8.3 Положительные результаты первичной и периодической поверки оформляют записью в паспорте и выдачей свидетельства о поверке.

Свидетельство должно содержать сведения с какими детекторами проведена поверка.

Ж.8.4 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей МП, к выпуску в обращение и применению не допускают, на них оформляется извещение с указанием причин непригодности по ПР 50.2.006-94.

2047 (вс. 28/12/07

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж.А
(обязательное)

ИНСТРУКЦИЯ

по приготовлению жидких контрольных смесей для поверки
аналитического газового хроматографа "Цвет-800".

Настоящая инструкция устанавливает процедуру приготовления жидких контрольных смесей (растворов) для поверки хроматографа "Цвет-800" на основе использования ГСО контрольных веществ. Относительная погрешность концентрации контрольного вещества в смеси (по процедуре приготовления) не превышает 10%.

Ж.А.1 Реактивы и оборудование

Для приготовления растворов используют следующие средства измерения, стандартные образцы и реактивы:

- весы лабораторные общего назначения 2 класса точности по ГОСТ 24104-2001;
- термометр лабораторный с ценой деления 0,1 °С по ТУ25-2021-003-88;
- пипетки 2 класса точности с номинальной вместимостью 1 и 2 мл по ГОСТ 20292-74;
- колбы наливные 2 класса точности вместимостью 500, 250, 100, 25 мл по ГОСТ 1770-74;
- МСО 0359: 2002, МСО состава гептана (99,85 %);
- ГСО 7889-2001, ГСО состава пестицида гамма – ГХЦГ (линдана) (99,8 %);
- ГСО 7888-2001, ГСО состава пестицида паратион-метила(метафоса) (99,4%);
- нонан "Ч" по ТУ 6-09-26-485 с содержанием основного компонента 98%;
- ацетон ОСЧ по ТУ 6-09-3513-86 с содержанием основного компонента 99,8%;
- гексан "Ч" по ТУ 6-09-3375-78 с содержанием основного компонента 99%.

Ж.А.2 Приготовление контрольных смесей

Растворы в диапазоне от 1 до 10 мг/мл готовят объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента (C_0 , мг/мл) определяют по формуле

$$C_0 = \frac{m_i}{V}, \quad (\text{Ж.А.1})$$

где m_i - масса контрольного компонента, мг;

V - объем приготовленного раствора, мл.

Исходные вещества, используемые для приготовления раствора, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов не должна изменяться более чем на 4 °С.

Определяют массу (m_1) мерной колбы. Результат взвешивания записывают до первого десятичного знака.

В мерную колбу вносят 100-1000 мг контрольного компонента и вновь взвешивают колбу (m_2).

Вычисляют массу контрольного компонента (m) в мг по формуле

$$m = m_2 - m_1, \quad (\text{Ж.А.2})$$

В колбу с контрольным компонентом вводят от 20 до 25 мл растворителя, перемешивают содержимое и доводят объём раствора до метки. Тщательно перемешивают раствор.

Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по формуле (Ж.А.1).

Растворы с концентрацией контрольного компонента от 5×10^{-5} до 1 мг/мл готовят объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов. Массовая концентрация контрольного компонента в растворах определяется по формуле

$$C_x = \frac{C_0 \times V_1}{V_2}, \quad (\text{Ж.А.3})$$

2044 (2.8.15/2) 87

где C_x - массовая концентрация контрольного компонента в растворе, приготовленном разбавлением раствора с массовой концентрацией C_0 , г/мл;
 C_0 - массовая концентрация контрольного компонента в исходном растворе, г/мл;
 V_1 - аликвотная доля раствора с массовой концентрацией C_0 , мл, необходимая для приготовления раствора с массовой концентрацией C_x в объеме V_2 , мл;
 V_2 - объем приготовленной контрольной смеси с массовой концентрацией C_x , мл.

В мерную колбу вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до метки и тщательно перемешивают.

Контрольную смесь хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре 4-8 °С.

Срок хранения исходного раствора от 3 до 5 дней, смеси меньших концентраций хранению не подлежат.

Ж.А.2.1 Приготовление контрольных смесей для ПИД и ДТП

Пипеткой на 2 мл набрать 2 мл гептана и перенести в мерную колбу на 500 мл, довести до метки нонаном. Полученный раствор имеет концентрацию 2,73 мг/мл гептана в нонане.

Ж.А.2.2 Приготовление контрольных смесей для ДПР. Взвесить 12,5 мг γ -гексахлорциклогексана (линдана) на аналитических весах второго класса в мерной колбе на 25 мл. Растворить навеску гексаном, доведя до метки. Полученный раствор имеет концентрацию 0,5 мг/мл.

Отобрать пипеткой 1 мл полученного раствора в мерную колбу на 250 мл. Довести до метки гексаном. Полученный раствор имеет концентрацию линдана 0,002 мг/мл.

Отобрать пипеткой 1 мл полученного раствора в мерную колбу на 100 мл, довести до метки гексаном. Полученный раствор имеет концентрацию 0,00002 мг/мл линдана в гексане. Этот раствор используется как контрольную смесь для ДПР.

Ж.А.2.3 Приготовление контрольных смесей для ПФД и ТИД

Взвесить 12,5 мг метафоса в мерной колбе на 25 мл.

С.59 5Е1.550.205–01 РЭ

Растворить навеску ацетоном, довести до метки. Исходный раствор имеет концентрацию 0,5 мг/мл метафоса в ацетоне.

Отобрать пипеткой 1 мл полученного раствора и перенести в мерную колбу на 50 мл. Разбавить до метки ацетоном. Полученный раствор имеет концентрацию метафоса 0,01 мг/мл. Этот раствор используют как контрольную смесь для ПФД.

Пипеткой на 1 мл отобрать 1 мл исходного раствора концентрацией 0,5 мг/мл в мерную колбу на 500 мл, довести до метки ацетоном.

Полученный раствор имеет концентрацию метафоса 0,001 мг/мл. Этот раствор используют в качестве контрольной смеси для ТИД.

2004-2005-2006/2007

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж.Б
(обязательное)

ПРОТОКОЛ _____
поверки газового аналитического
хроматографа "Цвет-800", принадлежащего

_____ наименование организации

Изготовитель ООО "Цвет", г.Дзержинск, год изготовления - _____

Номер хроматографа (по паспорту) - _____

Наименования, обозначения и номера дополнительных детекторов, блоков и устройств (заполняется при их наличии):

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха	К (°С);
Атмосферное давление	кПа;
Относительная влажность	%;
Напряжение питания	В.

1041
15.02.17г

Ж.Б.1 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Тип детектора	Значение уровня флуктуационных шумов детектора			
	по паспорту		действительное	
	ампер	вольт	ампер	вольт

Ж.Б.2 Определение предела детектирования

с детектором _____

Значения площади пика	Среднее арифметическое значение площади пика	Значение предела детектирования	
		по паспорту	действительное

Ж.Б.3 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

(времени удерживания и площади пика)

с детектором _____

Значения выходного сигнала		Среднее арифметическое значение выходного сигнала		Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала			
				по паспорту		действительное	
t_i	X_i	\bar{t}	\bar{S}	$\delta(t_i)$	$\delta(X_i)$	$\delta(t_i)$	$\delta(X_i)$

2014-11-18 14:27

Ж.Б.4 Определение изменения площади пика контрольного вещества
за цикл измерений 48 часов непрерывной работы
с детектором _____

Среднее арифметическое значение начальных площадей пиков	Среднее арифметическое значение конечных площадей пиков	Значение изменения площади пика контрольного вещества	
		по ТУ	действительное
\bar{X}_0	\bar{X}_t	$\delta_{st}, \%$	$\delta_{st}, \%$

Ж.Б.5 Определение погрешности результатов измерений

Значение концентрации (добавки) контрольного компонента, полученное при измерении	Значение концентрации контрольного компонента по МВИ (расчетное значение добавки)	Норматив оперативного контроля погрешности по НТД на МВИ

Заключение по результатам поверки

Выдано свидетельство о поверке или извещение о непригодности

№ _____ от _____ 200__ г.

Поверительное
клеймо

Поверитель

_____ личная подпись

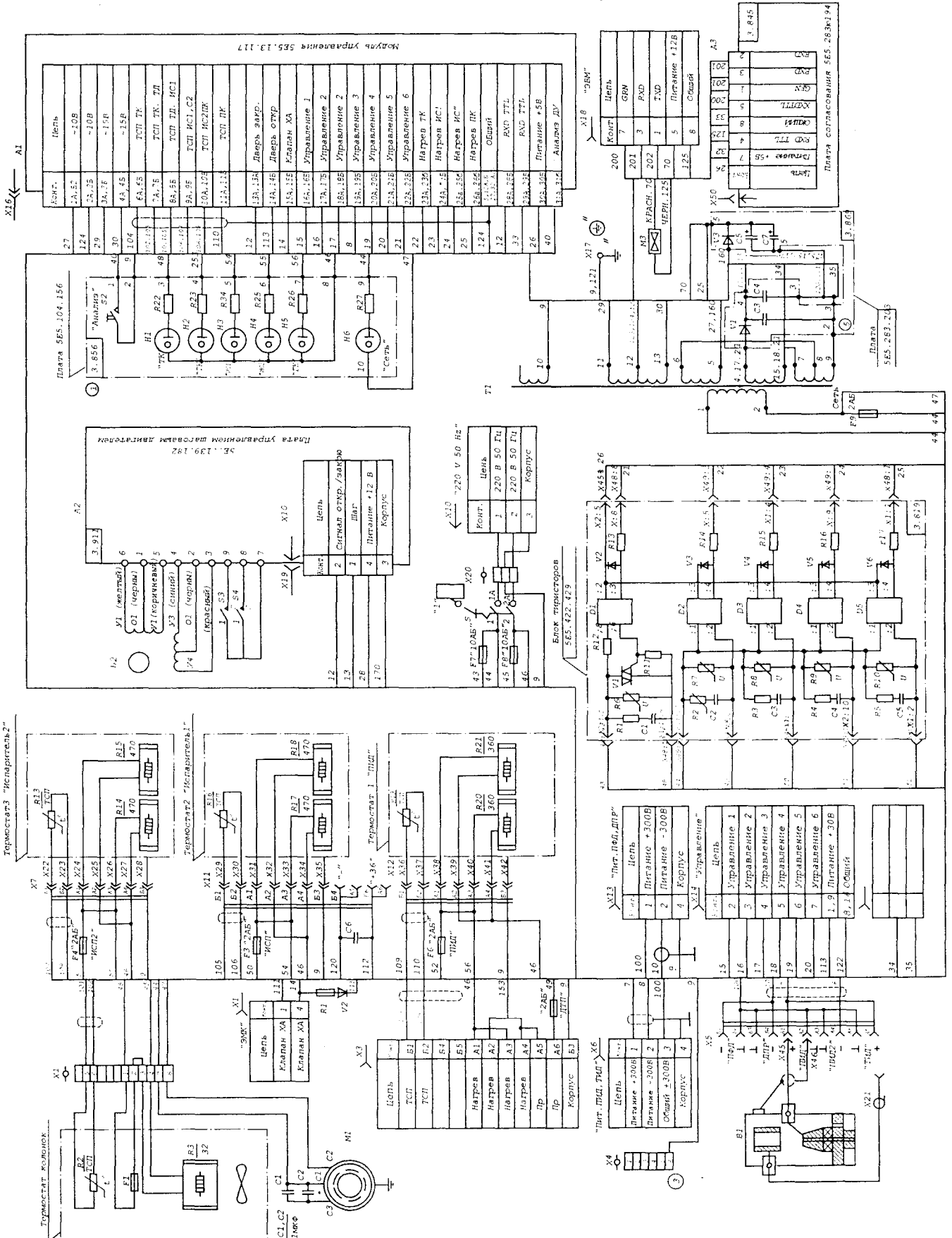
_____ инициалы, фамилия

_____ 200__ г.

ПРИЛОЖЕНИЕ И
(Обязательное)

Схема электрическая принципиальная 5E2.320.121-02 ЭЭ

Блок аналитический БА-121-02



ОКП 42 1541

УТВЕРЖДАЮ

Директор ООО ТД "Цвет"

С.Б. Никитин

" 4 " февраля 2011 г.

ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ АНАЛИТИЧЕСКИЙ
"Ц В Е Т – 800"

Руководство по эксплуатации
5E1.550.205-02 РЭ



СОГЛАСОВАНО:

И.о. начальника КТО

Л.В. Савинова

" 4 " февраля 2011 г.

И.о. начальника отдела
хроматографии

И.В. Семченко

" 4 " февраля 2011 г.

Ведущий инженер

С.М. Самарин

" 4 " февраля 2011 г.

Инженер-химик 1 кат.

Г.М. Рыбалченко

" 4 " февраля 2011 г.

Нормоконтроль

Н.И. Белова

" 4 " февраля 2011 г.

Ответственный за метрологическое обеспечение Авт. Шмелев

СОДЕРЖАНИЕ

1	Описание и работа хроматографа	4
1.1	Назначение	4
1.2	Технические характеристики	5
1.3	Состав изделия	8
1.4	Устройство и работа	10
1.5	Средства измерения, инструмент и принадлежности	19
1.6	Маркировка и пломбирование	20
1.7	Упаковка	20
2	Использование по назначению	22
2.1	Меры безопасности при использовании хроматографа	22
2.2	Подготовка хроматографа к использованию	24
2.3	Использование хроматографа	28
3	Техническое обслуживание	30
4	Техническое освидетельствование	31
5	Ресурсы, хранение, транспортирование и утилизация	31
6	Гарантии изготовителя	32
	Приложение А - Комплект запасных частей 5Е4.070.402-01	33
	Приложение Б - Комплект монтажных частей 5Е4.075.220-01	34
	Приложение В - Комплект сменных частей 5Е4.071.178-01	35
	Приложение Г - Комплект инструмента и принадлежностей 5Е4.078.394-01	36
	Приложение Д - Схема пневматическая принципиальная блока аналитического БА-121-03 5Е2.320.121-03 ПЗ	37
	Приложение Е - Схема электрическая соединений 5Е1.550.205-02 Э4	39
	Приложение Ж – Комплект монтажных частей ПИД	41
	Приложение И - Ссылочные нормативные документы	44
	Приложение К – Методика поверки	46

Настоящее руководство по эксплуатации хроматографа "Цвет-800" с блоком аналитическим БА-121-03 (далее - "ЦветАналитик") предназначено для обеспечения правильной эксплуатации хроматографа, выпускаемому по техническим условиям ТУ 4215-002-04681267-2002 на хроматограф газовый аналитический "Цвет-800". Хроматограф «Цвет-800» зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений Российской Федерации под №16904-08. Сертификат об утверждении типа средств измерений RU.C.31.011A №30850 выдан 14 апреля 2008 года.

Блок аналитический БА-121-03 по электрозащитности относится к классу 1, дополнительные блоки хроматографа – к классу 0,1 по ГОСТ Р 51350.

Приводятся сведения о составе хроматографа, описываются его технические характеристики и аналитические возможности, конструкция и принцип работы. Даются указания о порядке подготовки к работе, описываются особенности эксплуатации, основные приемы работы и проверки технического состояния хроматографа.

Руководство по эксплуатации включает текстовый материал, таблицы и рисунки, приложения и ссылочные нормативные документы.

Порядок работы с дополнительными блоками и устройствами приводится в отдельных руководствах по эксплуатации.

ВНИМАНИЕ: НЕ ПРИСТУПАЙТЕ К УСТАНОВКЕ, МОНТАЖУ И ПУСКУ ХРОМАТОГРАФА, НЕ ОЗНАКОМИВШИСЬ С НАСТОЯЩИМ РУКОВОДСТВОМ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ.

Для обеспечения безопасной работы хроматографа обслуживающий персонал должен иметь высокую квалификацию, пройти производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа.

Для управления работой хроматографа используется персональный компьютер (далее – ПК) с процессором Pentium III и выше (при работе в операционной системе Windows XP). Порядок установки программного обеспечения (далее – ПО) и последовательность операций для задания необходимых режимов анализа с последующей обработкой хроматограмм, изложены в руководствах пользователя: "Панель управления хроматографом "ЦветАналитик" " и "Программа сбора и обработки хроматографических данных "ЦветАналитик" для WINDOWS" версия V1.03F, где приведены требования к характеристикам ПК.

Потребитель должен обладать опытом работы на ПК, навыками эксплуатации газового хроматографа.

При трудностях в монтаже, пуске и обслуживании хроматографа обращайтесь за технической помощью к предприятию-разработчику и изготовителю ООО "Цвет" по адресу: Россия, 606000, г. Дзержинск Нижегородской обл.

В связи с тем, что конструкция и технология изготовления хроматографа и дополнительных устройств постоянно совершенствуются, в конструкции могут встретиться незначительные отклонения от настоящего руководства, не влияющие на их характеристики.

1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА ХРОМАТОГРАФА

1.1 Назначение

1.1.1 Хроматограф "ЦветАналитик" предназначен для качественного и количественного анализа смесей органических и неорганических веществ с температурами кипения до 450 °С при аналитическом контроле производственных процессов и выполнении исследовательских работ.

1.1.2 По защищенности от воздействия окружающей среды хроматограф относится к обыкновенному исполнению; по устойчивости к воздействию температуры и влажности окружающего воздуха - к группе В1, по стойкости к механическим воздействиям - к виброустойчивому исполнению группы L3 изделий ГСП по ГОСТ 12997. Эксплуатация хроматографа должна осуществляться в лабораторных помещениях при температуре окружающего воздуха от 10 до 35 °С, относительной влажности не более 80 % и атмосферном давлении от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.). Содержание агрессивных веществ в воздухе помещения не должно превышать санитарные нормы в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

1.1.3 Хроматограф является индивидуально градуируемой измерительной системой. На хроматограф распространяется действие ГОСТ 26703, группа – лабораторные стационарные хроматографы (ЛСХ).

1.1.4 Электрическое питание хроматографа осуществляется от сети переменного тока напряжением (220_{-33}^{+22}) В, частотой (50±1) Гц по ГОСТ 21128 и ГОСТ 13109.

1.1.5 Газовое питание хроматографа осуществляется газом-носителем (азот, аргон, гелий), водородом и воздухом. Необходимое давление на входе в хроматограф: газа-носителя 0,4 МПа (4 кгс/см²), водорода 0,15 МПа (1,5 кгс/см²), воздуха 0,20 МПа (2,0 кгс/см²).

1.1.6 Установка расхода газа-носителя осуществляется в диапазоне от 5 до 100 мл/мин через насадочные колонки и в диапазоне от 0,5 до 8 мл/мин через капиллярные колонки.

1.1.7 Установка расхода водорода осуществляется в диапазоне от 5 до 100 мл/мин.

1.1.8 Установка расхода воздуха осуществляется в диапазоне от 50 до 600 мл/мин.

1.1.9 Основание пламенно-ионизационного детектора (переходная камера) термостатируется в диапазоне температур от 50 до 400 °С с дискретностью задания 1 °С.

1.2 Технические характеристики

1.2.1 Система термостатирования обеспечивает установку температур термостата колонок в диапазоне от 50 до 400 °С, при использовании криогенного устройства в диапазоне от минус 50 до 400 °С, с дискретностью задания в 1 °С. Предел допускаемой абсолютной погрешности установленного значения температур в диапазоне от минус 50 до плюс 199 °С - ± 5 °С. Предел допускаемой относительной погрешности установленного значения температур в диапазоне от 200 до 400 °С - $\pm 2,5$ %.

Программирование температуры термостата колонок осуществляется по линейному закону в диапазоне от минус 50 до 300 °С со скоростью от 1 до 25 °С/мин и в диапазоне от 300 до 400 °С со скоростью от 1 до 15 °С /мин с дискретностью задания в 1 °С/мин. Предел допускаемой относительной погрешности скорости программирования температур в термостате колонок в диапазоне от 1 до 25 °С/мин - ± 5 %.

Охлаждение термостата колонок по окончании цикла программирования осуществляется автоматически.

1.2.2 Система термостатирования обеспечивает установку температур каждого термостата испарителя в диапазоне от 50 до 450 °С с дискретностью задания в 1 °С. Предел допускаемой абсолютной погрешности установленного значения температур в диапазоне от 50 до 199 °С - ± 5 °С. Предел допускаемой относительной погрешности установленного значения температур в диапазоне от 200 до 450 °С - $\pm 2,5$ %.

1.2.3 Детекторы ДТП и ДПР термостатируются в индивидуальных термостатах. Система термостатирования обеспечивает установку температур в термостатах детекторов в диапазоне от 50 до 350 °С с дискретностью задания температуры в 1 °С. Предел допускаемой абсолютной погрешности установленного значения температур в диапазоне от 50 до 199 °С - ± 5 °С. Предел допускаемой относительной погрешности установленного значения температур в диапазоне от 200 до 350 °С - $\pm 2,5$ %.

1.2.4 Газовые линии хроматографа должны сохранять герметичность при испытательном давлении: газа-носителя - 0,4 МПа (4,0 кгс/см²), водорода – 0,15 МПа (1,5 кгс/см²), воздуха - 0,20 МПа (2,0 кгс/см²). Проверка герметичности линий проводится соответствующим газом. Изменение испытательного давления должно быть не более 2 % за 30 минут.

1.2.5 Уровни флуктуационных шумов нулевого сигнала для каждого детектора и пределы их детектирования при обработке сигнала ПК должны быть не более значений, приведенных в таблице 1.

С. 6 5Е1.550.205-02 РЭ

Примечание – Режимы для определения значений уровней флуктуационных шумов нулевого сигнала, пределов детектирования и относительных средних квадратических отклонений выходных сигналов приведены в "Методике поверки" на хроматограф. При других режимах работы хроматографа эти значения определяются индивидуально, согласно методикам, используемым потребителем.

Таблица 1 - Уровни флуктуационных шумов нулевого сигнала и пределы детектирования

Детектор	Уровень шумов нулевого сигнала		Предел детектирования	Контрольное вещество и его концентрация на входе в хроматограф
	А	В		
ПИД:				
- с насадочной колонкой	1×10^{-14}		2×10^{-12} г/с	пропан, 0,5 % гептан, 2,73 мг/мл
-с капиллярной колонкой	1×10^{-14}		10×10^{-12} г/с	гептан, 2,73 мг/мл
ДПР:				
- с насадочной колонкой	2×10^{-14}		2×10^{-14} г/с	линдан, 2×10^{-5} мг/мл
- с капиллярной колонкой	2×10^{-14}		2×10^{-14} г/с	линдан, 2×10^{-5} мг/мл
ПФД: сера	$2,6 \times 10^{-12}$		2×10^{-12} г/с	метафос, 1×10^{-2} мг/мл
фосфор	$2,6 \times 10^{-12}$		1×10^{-12} г/с	метафос, 1×10^{-2} мг/мл
ТИД, фосфор	$5,2 \times 10^{-14}$		1×10^{-14} г/с	метафос, 1×10^{-3} мг/мл
ДТП		$5,2 \times 10^{-7}$	1×10^{-9} г/мл	пропан, 0,5 % гептан, 2,73 мг/мл
ФИД с				
лампой КрРВ	4×10^{-14}		5×10^{-14} г/мл	бензол, 1×10^{-5} мг/мл
лампой КсРВ	2×10^{-14}		4×10^{-12} г/мл	бензол, 1×10^{-5} мг/мл

1.2.6 Пределы допускаемых значений относительных средних квадратических отклонений (СКО) площадей пиков контрольных веществ в изотермическом режиме для различных типов детекторов, дозаторов и колонок приведены в таблице 2.

5358 28/12/07

Таблица 2 – Относительные СКО площадей пиков

Детектор	Дозатор	Колонка	Относительное СКО площади, %
ПИД	газовый кран (ручной)	насадочная	1
	газовый кран (автомат.)	насадочная	0,5
	микрошприц	насадочная	1
	микрошприц	капиллярная	10
ДТП	газовый кран (ручной)	насадочная	1
	газовый кран (автомат.)	насадочная	0,5
	микрошприц	насадочная	1
ТИД	микрошприц	насадочная	4
ПФД	микрошприц	насадочная	5
ФИД с лампой	газовый кран (автомат)	Насадочная	1
		насадочная	1
ДПР	микрошприц	насадочная	4
ДПР-К	микрошприц	капиллярная	10

1.2.7 Предел допускаемых значений относительных СКО времен удерживания контрольных веществ при дозировании в изотермическом режиме со всеми детекторами - 1,0 %.

1.2.8 Пределы допускаемых значений изменения выходных сигналов хроматографа за цикл измерения 48 часов:

- $\pm 4,0$ % - с детекторами ПИД и ДТП;
- $\pm 8,0$ % - с детекторами ДПР, ТИД, ПФД;
- $\pm 12,0$ % - с детектором ФИД.

1.2.9 Время выхода хроматографа на режим не превышает двух часов при работе с любым детектором. Критерием выхода на режим является соответствие требованиям уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала по п.1.2.5 настоящего РЭ.

1.2.10 Электрическая прочность изоляции силовых электрических цепей относительно корпуса хроматографа должна выдерживать без пробоя в течение одной минуты испытательное напряжение величиной 1500 В переменного тока при нормальных условиях эксплуатации.

1.2.11 Электрическое сопротивление изоляции между силовыми цепями питания и корпусом хроматографа должно быть не менее 20 МОм при нормальных условиях и не менее 5 МОм при верхнем значении температуры рабочих условий (при 35 °С).

1.2.12 Сопротивление между клеммой заземления и доступными прикосновению металлическими нетоковедущими частями хроматографа, которые могут оказаться под напряжением, должно быть не более 0,1 Ом.

1.2.13 Хроматограф по надежности относится к восстанавливаемым изделиям.

С. 8 5Е1.550.205-02 РЭ

1.2.13.2 Показатель надежности устанавливается для условий и режимов эксплуатации хроматографа. Средняя наработка на отказ одного канала формирования сигнала аналитической информации хроматографа без учета отказов ПК - не менее 12000 часов.

1.2.13.3 Средний срок сохраняемости до ввода в эксплуатацию - не менее двух лет при соблюдении условий консервации по варианту защиты ВЗ-10 в соответствии с ГОСТ 9.014 и п.4.1 настоящего РЭ.

1.2.14 Верхний предел потребляемой мощности после выхода хроматографа на режим – 1.5 кВт · А.

1.2.15 Масса аналитического блока БА-121-03 без упаковки – не более 46 кг (без учета массы компьютера и принтера, дополнительных и сервисных устройств), в упаковке БА-121-03 - не более 65 кг.

1.2.16 Габаритные размеры аналитического блока (длина × ширина × высота) не более 490 × 600 × 510 мм.

1.3 Состав изделия

1.3.1 Комплектность поставки хроматографа приведена в таблице 3.

Таблица 3 - Комплектность поставки хроматографа

Наименование блока, комплекта, технической документации	Обозначение	Кол.
1 Блок аналитический БА-121-03	5Е2.320.121-03	1
- с детектором ПИД	5Е2.722.240-03	1
- с платой управления	5Е5.284.146	1
2 Персональный компьютер IBM PC, с процессором Pentium III и выше и принтером		
3 Программа сбора и обработки хроматографических данных ПО "ЦветАналитик"		1
4 Комплект запасных частей	5Е4.070.402-01	1
5 Комплект сменных частей	5Е4.071.178-01	1
6 Комплект монтажных частей	5Е4.075.220-01	1
7 Комплект инструмента и принадлежностей	5Е4.078.394-01	1
8 Руководство пользователя "Панель управления хроматографом "ЦветАналитик" "	5Е1.550.205-02 РП	1
9 Паспорт на хроматограф газовый аналитический "Цвет-800"	5Е1.550.205-02 ПС	1
10 Руководство по эксплуатации на хроматограф газовый аналитический "Цвет-800"	5Е1.550.205-02 РЭ	1
11 Методика поверки на хроматограф газовый аналитический "Цвет-800"	5Е1.550.205 МП (Приложение Ж в 5Е1.550.205-01 РЭ)	1
Примечание – Персональный компьютер и принтер поставляются по согласованию с потребителем. Обозначение, состав и наименование комплектов, предназначенных для выполнения работ по техническому обслуживанию и текущему ремонту хроматографа, приведены в приложениях А, Б, В, Г настоящего РЭ.		

5399 87 3.12.10

1.3.2 Хроматограф может доукомплектовываться другими детекторами и устройствами для решения специфических аналитических задач.

В таблице 4 приведен перечень детекторов и устройств, которые могут быть приобретены заказчиком по предварительной заявке вместе с хроматографом или по отдельному заказу после приобретения хроматографа.

Таблица 4 – Перечень дополнительных устройств к хроматографу

Наименование	Обозначение	Примечание
1 Детектор постоянной скорости рекомбинации ДПР	5E2.722.150	
2 Детектор постоянной скорости рекомбинации ДПР-К	5E2.722.150-01	С капиллярной колонкой
3 Пламенно-фотометрический детектор ПФД	5E2.722.223	
4 Фотоионизационный детектор ФИД	5E2.722.229	
5 Термоионный детектор ТИД	5E2.722.249-02	
6 Детектор по теплопроводности ДТП	5E2.722.258	Проточный
7 Детектор по теплопроводности ДТП	5E2.722.258-01	Полудиффузионный
8 Детектор по теплопроводности ДТП	5E2.722.258-05	Сдвоенный
9 Комплект для работы с ДТП	5E2.722.258-06	Работа ПИД и ДТП
10 Комплект для работы сдвоенного ДТП	5E2.722.258-09	С краном
11 Колонка 1 м	5E6.498.718	Металлическая
12 Колонка 2 м	5E6.498.719	Металлическая
13 Колонка 3 м	5E6.498.720	Металлическая
14 Колонка 4 м	5E6.498.729	Металлическая
15 Колонка 5 м	5E6.498.730	Металлическая
16 Колонка 6 м	5E6.498.731	Металлическая
17 Колонка 8 м	5E6.498.732	Металлическая
18 Колонка 9 м	5E6.498.733	Металлическая
19 Колонка 4 м	5E6.498.734	Стеклянная
20 Колонка 3 м	5E6.498.736	Стеклянная
21 Колонка 1 м	5E6.498.721	Стеклянная
22 Колонка 2 м	5E6.498.722	Стеклянная
23 Микрошприц МШ-1М	5E2.833.105	1 мкл
24 Микрошприц МШ-50	5E2.833.104	50 мкл
25 Пленочный расходомер	5E2.833.157	50 см ³
26 Устройство криогенное УК-84	5E2.840.084	
27 Термодесорбер ТД-147-01	5E2.840.147-01	С насадочной колонкой
28 Термодесорбер ТД-147-02	5E2.840.147-02	С капиллярной колонкой
29 Комплект монтажных частей для метанирования	5E4.075.228-01	

Продолжение таблицы 4

Наименование	Обозначение	Примечание	
30 Устройство для анализа трансформаторного масла	5Е2.840.133-02	Один поток газаносителя Для крана-дозатора	
31 Панель газовая	5Е3.620.188		
32 Панель подготовки анализируемого газа	5Е3.620.189		
33 Устройство для отбора равновесного пара "Фаза"	5Е2.840.141-01		
34 Устройство дозирования жидкости и газа УДЖ-179-01	5Е3.620.179-01		
35 Устройство обогатительное УО-89-01	5Е2.840.089-01		
36 Комплект для работы с ПИД	5Е4.075.237-01		Два ПИД, ТИД, ПФД
37 Комплект для работы с капиллярной колонкой	5Е4.075.241-03		Анализ нефти
38 Комплект для работы с капиллярной колонкой	5Е4.075.241-04		Анализ спирта
39 Комплект для работы с капиллярной колонкой	5Е4.075.241-05		Испаритель ИК-59
40 Кран-дозатор КД-234-04	5Е4.460.234-04	6-ти ходовой, с приводом, термостат.	
41 Кран-дозатор КД-234-05	5Е4.460.234-05	10-ти ходовой с приводом, термостатируемый	
42 Кран-дозатор ручной КД-234-06	5Е4.460.234-06	6-ти ходовой, термостатируемый	
43 Кран-дозатор ручной КД-234-07	5Е4.460.234-07	10-ти ходовой, термостатируемый	
44 Кран-дозатор ручной КД-234-10	5Е4.460.234-10	6-ти ходовой, не термостатируемый	

Дополнительные устройства имеют собственные руководства по эксплуатации и паспорта.

1.4 Устройство и работа

1.4.1 Принцип действия хроматографа основан на реализации метода газовой хроматографии на хроматографических колонках в изотермическом режиме или режиме линейного программирования температуры.

1.4.2 Хроматограф состоит из блока аналитического, выполняющего основные функции:

- подготовки газов для хроматографического анализа с возможностью формирования восьми газовых потоков;
- дозирования анализируемых жидких проб с использованием микрошприца, а газовых – краном-дозатором;
- газохроматографического разделения смеси веществ в хроматографических колонках с возможностью установки одновременно четырех насадочных ко-

лонок при использовании двухканальной схемы газа-носителя или двух капиллярных колонок;

- детектирования определяемых компонентов с возможностью использования шести детектирующих систем, включая детектор ПИД, с одновременной работой двух детекторов по двум независимым каналам разделения:

- 1) пламенно-ионизационный (ПИД);
- 2) термоионный (ТИД);
- 3) электронно-захватный, далее по тексту – постоянной скорости рекомбинации (ДПР);
- 4) пламенно-фотометрический с фосфорным или серным каналами (ПФД);
- 5) по теплопроводности (ДТП);
- 6) фотоионизационный (ФИД).

Для усиления выходных сигналов с детекторов используются усилители: два электрометрических - для ионизационных детекторов, другие два – для усиления сигналов разбаланса моста детектора по теплопроводности. Предусмотрена возможность одновременной работы двух усилителей в любой комбинации. Для преобразования выходных сигналов с детекторов в цифровую форму и ввода их в ПК для обработки результатов анализа предназначен двухканальный аналого-цифровой преобразователь. Управление температурными режимами работы хроматографа и обеспечение переключения восьми дискретных каналов осуществляется с платы управления, на которой также расположены усилители сигналов детекторов и аналого-цифровой преобразователь. Задание всех этих параметров осуществляется при помощи руководства пользователя "Панель управления хроматографом "ЦветАналитик". При помощи "Панели управления хроматографом "ЦветАналитик" " проводится выбор и управление всеми режимами работы хроматографа.

Хроматограф обеспечивает одновременную и независимую работу двух каналов обработки хроматографических данных в следующих режимах:

- а) автоматический – два автоматических крана-дозатора;
- б) полуавтоматический – автоматический кран-дозатор и испаритель;
- в) ручной – два испарителя или два ручных крана-дозатора.

Система сбора и обработки хроматографических данных "ЦветАналитик" версия V1.03.F позволяет проводить градуировку и расчет концентраций всеми общепринятыми и наиболее употребительными методами:

- а) нормализация
- б) абсолютная градуировка с применением метода наименьших квадратов (МНК);
- в) внутренний стандарт.

Программа минимизирует количество параметров обработки, определяемых аналитиком, сведя их к двум (порогу обнаружения и начальной полуширине пика), и представляет возможность ручного или автоматического определения их значений. По выбору аналитика обработка проводится либо по площади, либо по высоте пиков, при этом возможно назначение для обработки любых интересующих аналитика пиков или всех пиков на хроматограмме (но не более десяти в режиме градуировки).

Предусмотрена возможность запоминания хроматограмм, ее повторных вызовов на экран с целью выполнения аналитиком маркировки пиков и предварительной ручной разметки характерных точек пиков (начала, максимума, конца) или корректировки автоматической разметки для последующего повторения обработки той же хроматограммы с другой разметкой или иными значениями параметров обработки, а также с использованием других методов градуировки. Аналитик может просматривать фрагменты хроматограммы с изменением масштаба по временной и амплитудной осям, производить фильтрацию импульсных помех, осуществлять вычитание нулевой линии и проведение ее по своему усмотрению.

Аналитику предоставляется возможность выбирать или самостоятельно формировать таблицу результатов и состав распечатываемого протокола анализа с включением сведений о характере, размере пробы и месте ее отбора, методических условиях анализа, времени его проведения и другой информации. Программа обеспечивает запоминание действий аналитика, осуществляемых с помощью клавиатуры, для выполнения сервисных функций в однотипных анализах, а также запоминания данных по градуировочным коэффициентам. Все это позволяет аналитику оперативно участвовать в обработке и вводить адаптирующие коррективы в автоматический процесс определения состава анализируемой смеси.

Программное обеспечение предназначено для совместимых с IBM PC компьютеров, работающих под управлением системы Windows XP.

Все необходимые сведения по использованию программного обеспечения изложены в руководстве пользователя "ЦветАналитик" версия V1.03.F.

1.4.3 Хроматограф выполнен в настольном варианте. Основным конструктивным элементом является каркас аналитического блока со съемными панелями.

На передней панели расположены:

- кнопки ВКЛ, ВЫКЛ для включения хроматографа в сеть с индикатором СЕТЬ;

- кнопки АНАЛИЗ 1, АНАЛИЗ 2 для запуска двух независимых хроматографических анализов с индикатором РЕЖИМ для отображения текущего состояния, в котором находится хроматограф.

На задней панели расположены:

- заслонка с маркировкой "ОСТОРОЖНО! ГОРЯЧИЙ ВОЗДУХ" для автоматического охлаждения камеры термостата колонок, при охлаждении холодный воздух поступает в термостат через нижнюю заслонку, расположенную на задней стенке камеры термостата колонок;

- изолированные отверстия для высокоомных кабелей ионизационных детекторов;

- оси переменных резисторов БАЛАНС 1, БАЛАНС 2 для балансировки мостовых схем (нулевой линии) детекторов ДТП;


- разъемы БИД 1, БИД 2 для подключения кабелей ионизационных детекторов;

- разъем ЭМК для подключения электромагнитного клапана при работе с минусовыми температурами в термостате колонок;

- разъем ПК для подключения персонального компьютера;

- разъем ЦП для подключения дополнительного автоматизированного оборудования (автосамплер и др.);

- шнур сетевого питания ~220 V 50 Hz (1,5 kV·A);

- винт заземления блока с маркировкой "  "

- четыре предохранителя на 10 А цепей нагревателей термостата колонок-ТК, детекторов и испарителей-ИС;

- предохранитель на 2 А в цепи сетевого питания;

- штуцера ВОЗДУХ, ВОДОРОД, ГАЗ-НОСИТ.1 и ГАЗ-НОСИТ.2;

1.4.4 В настоящем руководстве по эксплуатации приведен порядок работы и схема пневматическая принципиальная блока аналитического БА-121-03 с детектором ПИД (Приложение Д) и двумя детекторами ПИД (Приложение Ж). Порядок работы с другими детекторами и схемы пневматические изложены в отдельных руководствах по эксплуатации на соответствующий детектор, кран или капиллярный испаритель.

Функционирование газовой схемы, предназначенной для формирования трех газовых потоков: газа-носителя (азот, гелий, аргон), водорода и воздуха, осуществляется следующим образом.

Газы, поступающие от источников, проходят первичную очистку в фильтрах методами сорбционной и механической фильтрации. Конструктивно фильтры

представляют собой трубку, оканчивающуюся штуцерами для подсоединения газовых линий. Фильтры заполнены молекулярными ситами СаА или NaX, прокаленными при температуре 623-673 К (350-400 °С) в течение трех часов. Фильтры крепятся внутри блока гайками. После фильтров газы поступают на регуляторы давления с манометрами для установки, стабилизации и индикации рабочих давлений. Регуляторы давления работают по известному принципу сравнения усилий установочной и сравнительной пружины на узле сопло-заслонка.

С выходов регуляторов давлений газы поступают на стойку блока подготовки газовых потоков, расположенную с левой стороны внутри аналитического блока. В базовом варианте на стойке расположены три модуля. На верхнем посадочном месте всегда устанавливается регулятор расхода газа РРГ-1000-2 (канал 1 на "Панели управления хроматографом"), предназначенный для формирования потока воздуха. На втором месте сверху устанавливается РРГ-100-2 (канал 2 на "Панели управления хроматографом"), предназначенный для формирования потока водорода. На третьем месте сверху - модуль газовый универсальный МГ-100-2 (каналы 3 и 7 на "Панели управления хроматографом"), предназначенный для формирования и измерения величины потока газа-носителя 1.

Выходы модулей соединены через фильтры Ф5 и Ф6 со штуцерами 5Е6.454.147 "1", "2" и "3", расположенными на задней стенке термостата колонок.

В зависимости от аналитической задачи, возможны другие разные варианты комплектования блока подготовки газов. При работе хроматографа с двумя ПИД (комплект 5Е4.075.237-01) на стойке должны быть установлены шесть газовых модулей, при этом верхний и нижний модули всегда РРГ-1000-2 (воздух), рядом с ними - модули РРГ-100-2 (водород). На четвертом сверху посадочном месте устанавливается модуль МГ-100-2 (каналы 4 и 8 на "Панели управления хроматографом"), предназначенный для формирования и измерения величины давления потока газа-носителя 2.

Выходы дополнительных модулей соединены со штуцерами "8", "9" и "10", расположенными на задней стенке термостата колонок.

На внутренней стороне газовой стойки установлена кросс-плата, на которой имеются разъемы типа ВН-14 с нумерацией сверху вниз: X1, X3, X4, X6, X7, X9. Разъемы X1 и X9 предназначены для подключения к ним верхнего и нижнего газового модуля РРГ-1000-2, а разъемы X4 и X6 для подключения верхнего и нижнего модулей МГ-100-2. К разъемам X3 и X7 подключаются водородные газовые модули РРГ-100-2 в соответствии с их посадочными местами.

В верхней части кросс-платы установлено шесть светодиодов для контроля напряжения на регулирующих клапанах и температуры термостатов газовых модулей.

5399 А.с. 28/12 02

В базовом исполнении хроматографа потоки газов проходят следующим образом: водород после дополнительной очистки на фильтре Ф5 через штуцер с маркировкой "2" и воздух через штуцер с маркировкой "1" поступают в детектор ПИД на горение, а газ-носитель после дополнительной очистки на фильтре Ф6 поступает через штуцер с маркировкой "3" в испаритель, где подхватывает анализируемую пробу. Для одновременной работы на двух насадочных колонках и детекторах ПИД используются два идентичных испарителя: ИС1, расположенный справа от детектора ПИД, и ИС2 - слева от детектора, которые выполнены в блочном исполнении, что упрощает их демонтаж.

Корпус испарителя (рисунок 1) изготовлен из нержавеющей стали, обогревается электрическими нагревателями (5), сопротивление каждого из которых (470±25) Ом. В корпусе (1) испарителя выполнен вертикальный канал в который сверху устанавливается сменная металлическая или стеклянная трубка - "лайнер" (4). Верхний штуцер испарителя закрыт прокладкой (12) из резины типа 52-336/4, предназначенной для работы испарителя до температуры 450 °С. Для обеспечения герметичности испарителя и охлаждения узла ввода микрошприца, прокладка (12) уплотняется гайкой (радиатором) (10). Кроме того, в комплекте запасных частей 5E4.070.402-01 имеются импортные прокладки (септы), работающие при более низких температурах испарителя, но обеспечивающие большее количество уколов микрошприца. К нижнему штуцеру подсоединяется колонка. В каждом испарителе помещены термопреобразователи типа ТСП (термопреобразователь сопротивления платиновый гр.100П) (2).

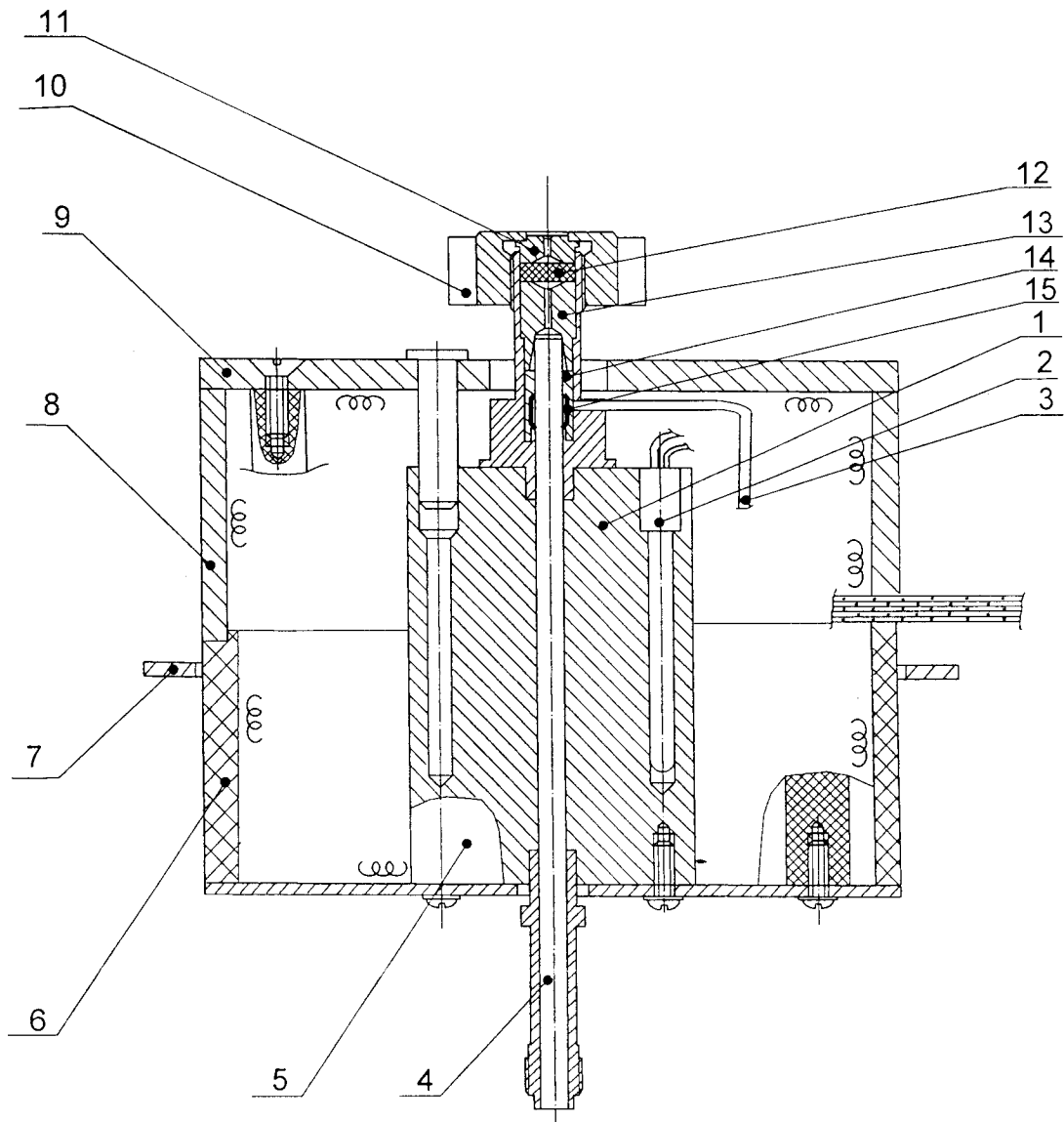
Газ-носитель поступает по трубке (3) в верхнюю часть внутреннего канала испарителя, проходит по пазам во втулке (14), шайбе (13) и попадает в "лайнер" (4) в который через прокладку (12) вводится игла микрошприца.

Из испарителя газ-носитель с анализируемой пробой поступают в хроматографическую колонку, где происходит разделение смеси веществ при их перемещении по слою сорбента в потоке газа-носителя. В хроматографе используются насадочные колонки различной длины из нержавеющей стали с внутренним диаметром 3 мм или стеклянные колонки с внутренним диаметром 2 мм. Все колонки требуют заполнения, что выполняется потребителем или на предприятии-изготовителе по отдельному заказу.

Капиллярные колонки устанавливаются при помощи специального капиллярного испарителя и поставляются потребителю по отдельному заказу.

При температуре в термостате колонок менее 250 °С уплотнение колонок допускается проводить при помощи резиновых прокладок 5E8.685.351 из комплекта запасных частей 5E4.070.402-01, а при температурах свыше 250 °С только при помощи графитовых втулок 5E8.220.758.

3288
201-20/1508



- 1 - Корпус 5E6.113.496-01;
- 2 - Термопреобразователь сопротивления 5E5.869.036-02;
- 3 - Трубка подвода газа-носителя;
- 4 - Трубка 5E8.236.077-01 (металлическая);
- 5 - Нагреватель 5E5.863.178;
- 6 - Основание 5E8.077.265;
- 7 - Каркас 5E6.180.903;
- 8 - Кожух 5E8.635.561;
- 9 - Крышка 5E8.058.203;
- 10 - Гайка 5E8.939.588 (радиатор)
- 11 - Втулка 5E8.224.039-01;
- 12 - Прокладка 5E8.685.314;
- 13 - Шайба 5E9.443.138-01;
- 14 - Втулка 5E8.224.037;
- 15 - Втулка 5E8.220.758 (графитовая);

Рисунок 1 - Испаритель 5E2.967.052-01

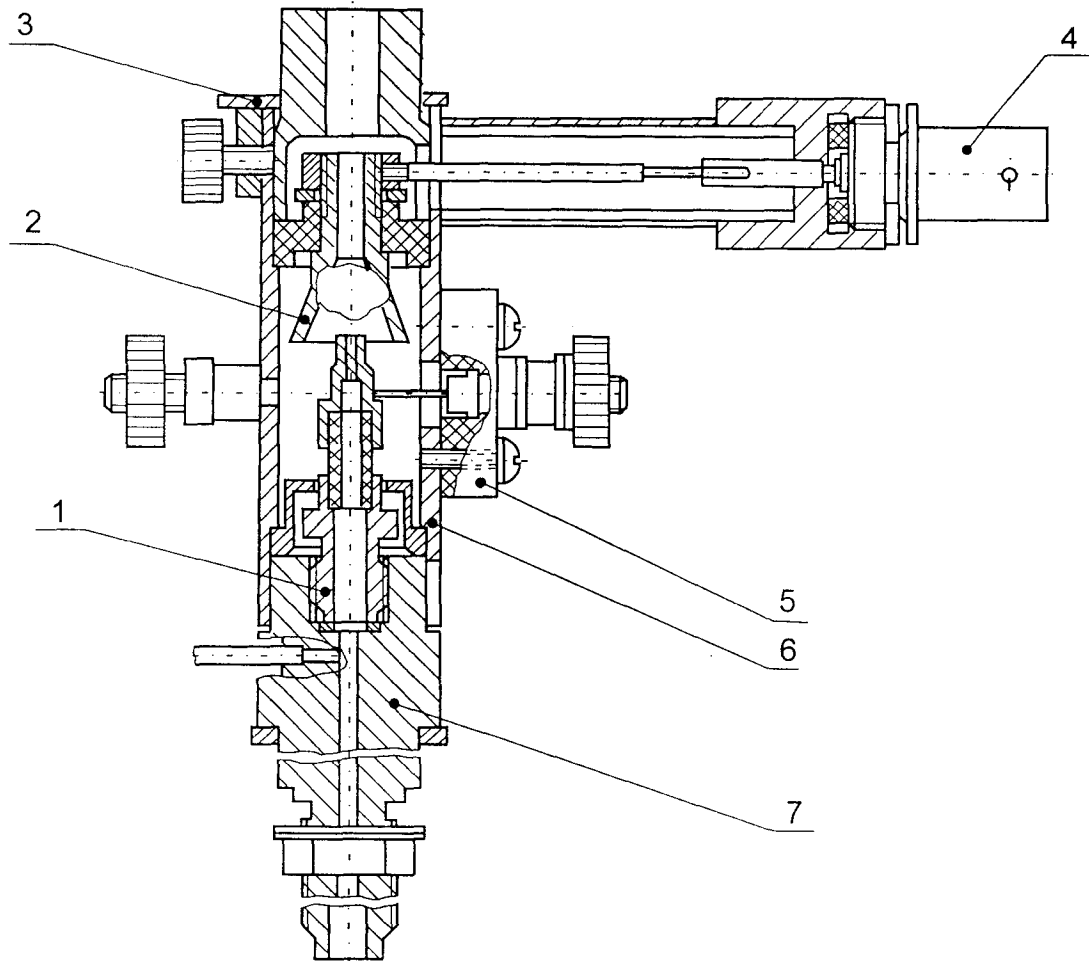
5399 Лис-20/5 08

Насадочные колонки устанавливаются в вертикальной плоскости камеры термостата, имеющей размеры 210x380x275 мм, с принудительной циркуляцией воздуха. Циркуляция воздуха осуществляется крыльчаткой, посаженной на вал асинхронного двигателя. Охлаждение камеры термостата осуществляется при автоматическом открывании двух заслонок, расположенных на задней стенке термостата колонок, привод которых выполнен на основе шагового двигателя. Через нижнюю заслонку в термостат поступает холодный воздух, а горячий воздух выходит из термостата через верхнюю заслонку с маркировкой "ОСТОРОЖНО! ГОРЯЧИЙ ВОЗДУХ". Термостат колонок предназначен для работы в двух температурных режимах: изотермическом и программирования температуры (линейного или линейноступенчатого). Задание режимов всех термостатов осуществляется независимо друг от друга.

Разделенные компоненты, увлекаемые газом-носителем, попадают в ячейку детектора ПИД, предназначенного для преобразования массового расхода органических веществ в электрический сигнал. Действие детектора основано на ионизации органических веществ в пламени водорода и преобразовании концентрации определяемого вещества в ионный ток, образующийся под воздействием напряжения, приложенного к электродам.

Детектор (рисунок 2) выполнен в виде цилиндрической камеры, ограниченной штуцером (7), корпусом (6) и установленном на нем кронштейном с зажигалкой (3) для автоматического поджига пламени. Штуцер (7) имеет каналы и соответствующие входные трубки, отмеченные укрепленными на них бирками с обозначением Н (водород) и В (воздух), для питания детектора водородом и воздухом, центральный канал соединяется с выходом хроматографической колонки. Зажигалка, предназначенная для автоматического поджига пламени и на рисунке не обозначенная, расположена на кронштейне (3) в верхней части детектора.

В штуцер детектора (7) ввернута горелка (1), состоящая из втулки, изолятора и наконечника, являющегося поляризующим электродом. Контакт поляризующего электрода с колодкой электрического питания (5) осуществляется за счет пружинящих свойств двух усиков. Коллекторный электрод (2) изолирован от корпуса (6) керамическим изолятором. Соединение коллекторного электрода (2) с высокоомным разъемом-электродом (4) осуществляется с помощью жесткого коаксиала. Крепление корпуса (6) и штуцера (7), а также фиксирование положения коллекторного электрода, осуществляются при помощи двух стоек, на рисунке не обозначенных.



- 1 - Горелка 5E6.877.018;
- 2 - Коллекторный электрод 5E5.596.068;
- 3 - Кронштейн с зажигалкой 5E5.863.360;
- 4 - Электрод;
- 5 - Колодка электрического питания 5E5.282.908;
- 6 - Корпус 5E6.115.218;
- 7 - Штуцер 5E6.454.136

Рисунок 2 - Пламенно-ионизационный детектор ПИД 5E2.722.240-03

Для предотвращения конденсации высококипящих анализируемых веществ на стенках канала газа-носителя, детектор устанавливается на основании, температура которого регулируется по каналу ПЕРЕХОДНАЯ КАМЕРА. Рекомендуемые диапазоны расходов газов, обеспечивающие максимальное соотношение сигнал-шум, составляют:

- водорода – от 27 до 32 мл/мин;
- воздуха – от 270 до 320 мл/мин;
- газа-носителя (азота, гелия) – от 25 до 35 мл/мин.

Диапазон чувствительности ионизационных детекторов определяется значением входных резисторов электрометрического усилителя (БИД).

Перечень возможных неисправностей приведен в таблице 5.

Таблица 5 – Перечень возможных неисправностей ПИД

Наименование неисправности, внешнее проявление и дополнительные признаки	Вероятная причина	Способ устранения
1 Сигнал детектора очень мал, иногда наблюдается инверсия сигнала	Отсутствие напряжения на горелке (нет контактов между пружинным контактом и наконечником горелки)	Отделить корпус ячейки от основания, зачистить и протереть места контакта, подправить пружинный контакт
2 Сигнал детектора отсутствует	Обрыв сигнального кабеля в месте пайки к разъему	Разобрать разъем, устранить обрыв
3 Уменьшена чувствительность детектора	Сопrotивление изоляции коллекторного электрода меньше 10 ТОм	Снять и промыть этиловым спиртом изолятор коллекторного электрода
Примечание – В таблице приведены вероятные причины, связанные с неисправностями самого детектора. Если устранение причин, указанных в таблице не дает эффекта, следует искать неисправность в других узлах хроматографа, связанных с работой детектора. Настоящее примечание относится ко всем типам детекторов.		

1.5 Средства измерения, инструмент и принадлежности

1.5.1 Для выполнения работ по техническому обслуживанию хроматографа необходимы следующие контрольно-измерительные приборы:

- манометр деформационный кл.0,4 на 2,5-6,0 кгс/см²
- расходомер пленочный (например, 5E2.833.157);
- секундомер двухстрелочный типа СДПР-1-2-010 ТУ 25-1819.003-90.

Примечание – Допускается замена вышеуказанных приборов на другие с аналогичными характеристиками.

С. 20 5Е1.550.205-02 РЭ

1.5.2 Средства измерения, необходимые для проведения периодической проверки хроматографа, приведены в "Методике проверки" 5Е1.550.205 МП (приложение К руководства по эксплуатации 5Е1.550.205-02 РЭ).

1.6 Маркировка и пломбирование

1.6.1 На аналитическом блоке хроматографа установлена фирменная планка, на которой нанесено: фирменный знак предприятия-изготовителя, знак утверждения типа средств измерений по ПР 50.2.009-94, тип прибора, заводской номер, год изготовления прибора, обозначение технических условий.

На дополнительные устройства и узлы хроматографа, не имеющие собственных ТУ, устанавливаются планки, на которые наносятся: фирменный знак предприятия-изготовителя, тип блока, заводской номер, год изготовления.

Маркировка сохраняется в течение всего срока службы хроматографа.

1.6.2 На транспортную тару нанесена транспортная маркировка груза в соответствии с ГОСТ 14192, основные и дополнительные надписи, манипуляционные знаки: ХРУПКОЕ - ОСТОРОЖНО, БЕРЕЧЬ ОТ ВЛАГИ, ВЕРХ, НЕ КАНТОВАТЬ, информационные надписи: масса нетто и масса брутто грузового места - в килограммах, габаритные размеры грузового места - в сантиметрах (длина x ширина x высота), объем грузового места - в кубических метрах, количество грузовых мест в партии и порядковый номер внутри партии и срок хранения без переконсервации с надписью: "Законсервировано до _____ 20__ года".

Надписи нанесены по трафарету эмалью НЦ-11 черного цвета по ГОСТ 9198 или перхлорвиниловой эмалью ХВ-124 по ГОСТ 10144.

1.6.3 Хроматограф и дополнительные блоки пломбируются изготовителем в предусмотренных конструкторской документацией местах с целью предотвращения самостоятельного ремонта потребителем в период действия гарантийных обязательств:

- отделом технического контроля предприятия-изготовителя;
- представителем государственной метрологической службы.

Пломбирование транспортной тары не производится.

1.7 Упаковка

1.7.1 Хроматограф и дополнительные блоки хроматографа перед упаковкой в транспортные ящики типа III-2 по ГОСТ 2991 или типа VI по ГОСТ 5959 законсервированы по варианту защиты ВЗ-10 в соответствии с ГОСТ 9.014 помещением в чехлы из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 с осушителем - силикагелем марки КСМК по ГОСТ 3956.

10.11/81. 5395 01. 28/11/07

Комплекты запасных и монтажных частей помещены в чехлы и пакеты, уложены в картонные упаковочные коробки. Внутри коробок изделия переложены технической ватой по ГОСТ 5679.

1.7.2 Техническая и товаросопроводительная документация вложена в чехлы из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354. Чехлы заварены.

1.7.3 Законсервированные блоки, комплекты запасных, сменных и монтажных частей укладываются в транспортные ящики. В качестве амортизирующего и уплотняющего материала используют гофрированный картон марки Т 22А по ГОСТ 7376 (стружку, распорки из губчатой резины и т.п.).

Техническая и товаросопроводительная документация находится в транспортном ящике.

1.7.4 Транспортная тара хранится потребителем в течение срока действия гарантийных обязательств, после чего или используется или сжигается. Чехлы из полиэтиленовой пленки сжигать не рекомендуется.

2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПО НАЗНАЧЕНИЮ

2.1 Меры безопасности при использовании хроматографа

Раздел содержит требования, достаточные для обеспечения безопасности при эксплуатации хроматографа.

2.1.1 К обслуживанию хроматографа допускаются лица, достигшие 18-летнего возраста, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа. Квалификация обслуживающего персонала должна быть не ниже техника или слесаря КИП пятого разряда.

2.1.2 Освещенность в помещении, где установлен хроматограф, должна быть не менее 300 люкс (разряд зрительной работы - IV, подразряд - Г в соответствии с СНиП 23-05. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией согласно СНиП 2-04-05.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны помещений не должно превышать ПДК по ГОСТ 12.1.005.

2.1.3 При работе с хроматографом следует руководствоваться разделами 13, 14 и 23 ПОТ РО 1400-005.

В связи тем, что для питания хроматографа используются сжатые газы давлением до 0,4 МПа (4,0 кгс/см²), следует соблюдать "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением", утвержденные Госгортехнадзором 18.04.95.

Баллоны рекомендуется устанавливать вне здания в специальных металлических шкафах. Отбор газа из баллона должен производиться через редуктор, предназначенный для данного газа.

Перед установкой редуктора следует продуть вентиль на баллоне поворотом маховика вентиля на одну четверть оборота. При продувке нельзя находиться против штуцера вентиля. Необходимо при использовании баллона оставлять в нем газ с избыточным давлением не менее 0,05 МПа (0,5 кгс/см²).

По окончании пользования баллоном вентиль на баллоне необходимо плотно закрыть и стравить газ из редуктора. Оставлять редуктор под давлением не рекомендуется.

Допускается производить питание хроматографа от генератора водорода при соблюдении мер безопасности, приведенных в научно-технической документации на генератор водорода.

2.1.4 Электрическое питание хроматографа осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В, поэтому следует соблюдать "Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей", изд. ЗАО Энергосервис 2003, а также "Общие требования безопасности" ГОСТ 12.2.007.0.

Запрещается проводить ремонт хроматографа, не отключив его от сети.

Хроматограф должен быть надежно заземлен. Сечение заземляющего провода должно быть не менее 1 мм².

Требование к знаку "ЗАЗЕМЛЕНИЕ" должно соответствовать ГОСТ 21130.

Сопротивление между заземляющей клеммой и каждой доступной прикосновению металлической нетоковедущей частью хроматографа, которая может оказаться под напряжением, не должно превышать 0,1 Ом согласно ГОСТ Р 51350.

2.1.5 При работе с газообразным водородом обслуживающий персонал должен знать его основные свойства. В обычных условиях водород представляет собой бесцветный газ без вкуса и запаха, горючий и взрывоопасный. Температура воспламенения водорода в воздухе 510 °С. Температура самовоспламенения 530 °С.

Нижний предел взрываемости смеси водорода с воздухом 4 % объемных, верхний предел - 75 % объемных. В связи с незначительным удельным весом и большой диффузией водорода необходимо тщательно следить за герметичностью газовых линий и работать с приточно-вытяжной вентиляцией. В помещениях, где проводится работа с водородом, не разрешается курить и проводить работы с применением пламени.

2.1.6 При эксплуатации хроматографа необходимо соблюдать "Противопожарные нормы" согласно ППБ-01-03.

Помещение, где работает хроматограф, должно быть оснащено пожарным инвентарем, готовым к немедленному применению. В случае возникновения пожара следует немедленно выключить хроматограф из сети и закрыть все газы. Тушение производят огнетушителем и песком. В качестве огнетушительных средств для тушения водорода применять азот. Электропроводку, находящуюся под напряжением, тушить только углекислотным огнетушителем.

2.1.7 Погрузку и подъем хроматографа при монтаже проводить в соответствии с ГОСТ 12.3.009.

2.1.8 Хроматограф может доукомплектовываться детектором ДПР с источником β-излучения из никеля-63 ИБИРЗН-63 тип 2Б-1 и тип 1-а

С. 24 5Е1.550.205-02 РЭ

(ТУ 7016-056-41805307-2002) или типов ВNi3.C3.4 и ВNi3.C1.2 (РИ 47.К8.04.00.ТУ), установленным в ячейке детектора (максимальная температура до 350 °С), имеющим отдельное руководство по эксплуатации 5Е2.722.150 РЭ.

Мощность дозы излучения не превышает 0,1 мкГр/ч на поверхности высоко-температурной камеры ВК.

При эксплуатации детектора ДПР необходимо соблюдать требования техники безопасности, изложенные в руководстве по эксплуатации на детектор постоянной скорости рекомбинации ДПР 5Е2.722.150 РЭ.

2.2 Подготовка хроматографа к использованию

2.2.1 Подготовка рабочего места

Хроматограф с персональным компьютером устанавливается на столе в помещении, которое обеспечивает рабочие условия согласно п.1.1.2 настоящего руководства по эксплуатации.

При размещении хроматографа следует обратить внимание на отсутствие в месте установки вибраций, резких колебаний температуры и воздуха, сильных электрических и магнитных полей.

При этом должен быть обеспечен доступ к задним стенкам прибора для удобства монтажа газовых и электрических линий.

2.2.2 Подготовка к работе состоит из ряда операций:

- установка капиллярного испарителя или детектора в соответствии с методикой анализа;
- установка дополнительных регуляторов расхода или давления газа, преобразователей давления, предусмотренных соответствующим комплектом монтажных частей;
- подготовка и установка аналитических колонок;
- проверка герметичности газовых линий;
- подготовка к работе с газовым краном-дозатором, если он имеется в комплекте поставки;
- задание параметров режима работы хроматографа и контроль задания;
- корректировка режима по результатам предварительной записи хроматограмм;
- задание параметров обработки выходных сигналов.

2.2.2.1 Следует иметь в виду, что детектор ПИД, с использованием которого проводится, как правило, большая часть анализов, устанавливается непосредственно на предприятии-изготовителе. Детектор ДПР или ДТП устанавливаются на

5355 (2008-2008/12) 07

место пластины с маркировкой "ДТП, ДПР". Детекторы ФИД, ТИД и ПФД устанавливаются слева от ячейки ПИД.

2.2.2.2 Выбор типа, длины, материала и сорбента аналитических колонок проводится в зависимости от специфики аналитической задачи. Установка колонок и присоединение их к переходнику испарителя и детектору осуществляются в следующем порядке (рисунок 3):

- надеть на их концы последовательно гайку (4) 5E8.939.488-05, металлическую 5E8.223.777 втулку (3) из комплекта сменных частей 5E4.071.178-01 и графитовую 5E8.220.758 втулку (2) из комплекта запасных частей 5E4.070.402-01;

- один конец колонки вставить до упора в переходник испарителя, а другой – в штуцер детектора. Придерживая одной рукой колонку в таком положении, навинтить гайки на штуцера. Затянуть гайку (4) ключом на 12 мм, придерживая от проворачивания втулку (3) ключом на 5,5 мм;

- по окончании монтажа установить расход газа-носителя 30 мл/мин и обмылить узлы соединения. При обнаружении утечки подтянуть гайки до устранения течи.

После первого затягивания графитовая втулка впрессовывается в металлическую втулку и эта пара может использоваться неоднократно.

Для уплотнения колонок при работе термостата колонок до 150 °С можно использовать резиновые прокладки из комплекта запасных частей 5E4.070.402-01.

Подсоединение капиллярных колонок описано в руководстве по эксплуатации, поставляемом с капиллярным испарителем.

Для уплотнения испарителя можно также использовать прокладки GR-2 Septa (серая) и Thermogreen LB-2 Septa (зеленая), применяемые при температурах в испарителе от 50 до 200 °С и от 100 до 350 °С, соответственно.

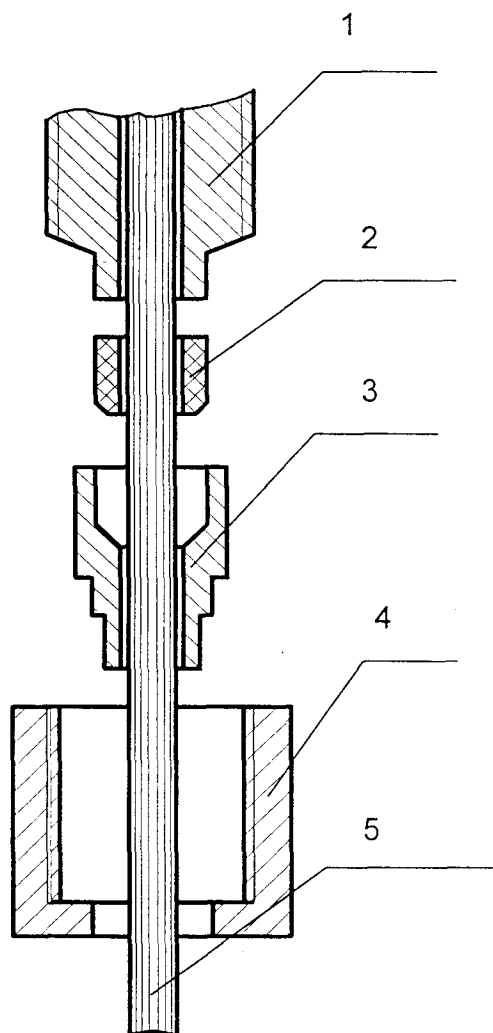
2.2.2.3 Для подключения газового питания соединить входы аналитического блока с соответствующими источниками (баллонами или линиями) газов. Установить давления газов на входе в аналитический блок хроматографа:

- газа-носителя - 0,4 МПа (4,0 кгс/см²);
- воздуха - 0,20 МПа (2,0 кгс/см²);
- водорода - 0,15 МПа (1,5 кгс/см²).

Давление газового питания должно поддерживаться с погрешностью ± 10 % от установленного.

Подача в аналитический блок газов, необходимых для работы, осуществляется трубками 2x0,5 мм из нержавеющей стали 12X18H10T из комплекта монтажных частей 5E4.075.220-01 с использованием резиновых уплотнительных втулок 5E8.220.964 из комплекта запасных частей 5E4.070.402-01.

5358 д.с. - 20/1/08



- 1 – Штуцер переходника испарителя (детектора)
5E6.454.147;
- 2 - Графитовая втулка 5E8.220.758;
- 3 - Металлическая втулка 5E8.223.777;
- 4 - Гайка 5E8.939.488-05;
- 5 – Колонка 5E6.498.718

Рисунок 3 - Присоединение колонок

ВНИМАНИЕ! Минимальный перепад давления между входным и рабочим для любого газа, подаваемого на аналитический блок, должен быть не менее:

0,05 МПа (0,5 кгс/см²) – для работы с колонками длиной от 1 до 3 м;

0,1 МПа (1,0 кгс/см²) – для работы с колонками длиной от 4 до 6 м.

2.2.2.4 Провести необходимые электрические соединения хроматографа с компьютером и принтером согласно схеме электрических соединений, приведенной в приложении Е, используя кабели, входящие в состав монтажных частей хроматографа и персонального компьютера.

ВНИМАНИЕ! Монтаж электрических кабелей осуществлять при выключенных хроматографе и компьютере.

Подключение хроматографа к сети 220 В рекомендуется осуществлять при помощи фильтра-удлинителя из комплекта монтажных частей. В случаях низкого "качества" электрической сети, характеризующегося провалами напряжения, персональный компьютер рекомендуется подсоединять через источник бесперебойного питания. Качество электрического питания должно соответствовать ГОСТ 13109.

Подсоединить к клемме заземления хроматографа провод сечением не менее 1,0 мм² от шины заземления рабочего места.

ВНИМАНИЕ! Перед включением прибора необходимо извлечь транспортную заглушку из воздуховода с надписью "ОСТОРОЖНО! ГОРЯЧИЙ ВОЗДУХ" со стороны задней стенки аналитического блока хроматографа.

2.2.2.5 При проведении анализов с использованием стеклянной колонки в испарителе необходимо заменить металлическую трубку - "лайнер" 5E8.236.077-01 на стеклянную трубку 5E7.352.109, отвернув гайку-радиатор (10), далее вынуть втулку (11), прокладку (12), шайбу (13) и извлечь трубку (4) с втулками (14) и (15). При смене стеклянной или металлической трубки - "лайнера" на ней необходимо предварительно обжечь графитовую втулку (15) при помощи устройства 5E6.479.000-01.

2.2.2.6 Необходимо сначала включить персональный компьютер с установленным программным обеспечением.

2.2.2.7 Включить аналитический блок только после включения ПК и активизации программы "Панель управления". Задать значения расходов газов с использованием программы "Панель управления" по руководству пользователя "Панель управления хроматографом "ЦветАналитик" ". Проверить герметичность соединений путем обмыливания их при давлении в системе 0,4 МПа (4,0 кгс/см²).

Для проверки герметичности можно использовать показания измерителя расхода газов, расположенного в блоке подготовки газов. С этой целью необходимо заглушить выход колонки или детектора на соответствующей линии и через некоторое время, если линия герметична, показания измерителя расхода газа должны составить $0 \div 0,5$ мл/мин.

2.2.2.8 При первом включении хроматографа с любым детектором (или после длительного перерыва в работе) необходимо провести предварительную приработку хроматографа. Для этого установить все необходимые расходы газов, вывести хроматограф на режим с максимальными рабочими температурами термостатов колонок, испарителя, детектора, зажечь пламя ионизационного детектора пользуясь "Панелью управления" по руководству пользователя "Панель управления хроматографом "ЦветАналитик" ". Для автоматического поджига пламени в детекторе ПИД, осуществляемом в режиме "Задание НУ", рекомендуется увеличить расход водорода до 40 мл/мин и уменьшить расход воздуха до 200 мл/мин. Для других детекторов режимы подбираются индивидуально. Если аналитическая колонка ограничивает температуру термостата колонок, вместо нее можно поставить колонку с инертным носителем. После прогрева и "холостой" работы хроматографа в этом режиме в течение не менее 10 часов можно устанавливать рабочий режим и начинать аналитическую работу на хроматографе.

Для реализации предельных возможностей хроматографа по чувствительности необходимо регенерировать сорбенты фильтров на соответствующих газовых линиях хроматографа путем прокаливания содержащегося в них адсорбента (молекулярных сит) при температуре 350-400 °С в течение трех часов.

2.3 Использование хроматографа

2.3.1 Включить персональный компьютер, затем блок аналитический.

2.3.2 Хроматограф вывести на режим, соответствующий решению конкретной аналитической задачи, и выполнить следующие операции при работе с "Панелью управления" по руководству пользователя "Панель управления хроматографом "ЦветАналитик" ":

- на закладке ТЕРМОСТАТ задать температуры термостатов колонок, испарителей, переходной камеры детектора ПИД, при необходимости режим программирования температуры термостата колонок;

- на закладке БПГ задать рекомендуемые расходы водорода и воздуха для поддержания пламени в ПИД и расход газа-носителя по определенному каналу формирования;

- на закладке АЦП подключить устройство БИД к одному из каналов аналого-цифрового преобразователя;

- на закладке БИД панели управления определить номинал измерительного сопротивления, задать выходное напряжение источника питания 300 В и осуществить поджиг пламени в детекторе ПИД в выбранном канале.

2.3.3 Задав режимы работы хроматографа выполнить следующие операции:

- определить уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала по методике, приведенной в "Методике поверки" приложения К руководства по эксплуатации 5E1.550.205-02 РЭ, п.п.К.7.2.2, К.7.2.3, по которому можно судить о выходе хроматографа на рабочий режим;

- провести дозирование анализируемой смеси в зависимости от ее состава – микрошприцем или краном-дозатором;

- провести обработку хроматографических пиков и регистрацию результатов обработки хроматографической информации.

2.3.4 При выключении хроматографа необходимо сначала на закладке КОМПЛЕКС нажать клавишу ВЫКЛЮЧИТЬ для выполнения режима "мягкого" отключения и только после выключения аналитического блока можно выйти из программ "Панель управления хроматографом "ЦветАналитик" " и "Программа сбора и обработки хроматографических данных "ЦветАналитик" для Windows".

3 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

3.1 Общие указания

Надежность работы хроматографа зависит от квалифицированного и качественного технического обслуживания.

Техническое обслуживание включает в себя ежедневный осмотр и ежемесячное периодическое обслуживание.

3.2 Порядок технического обслуживания

3.2.1 Ежедневный осмотр включает в себя:

- визуальный осмотр состояния газового и электрического монтажа хроматографа;

- проверку значений установленных рабочих давлений (ГН, Н₂, ВОЗДУХ) и значений расхода водорода, воздуха, газа-носителя.

3.2.2 При ежемесячном обслуживании рекомендуется провести:

- проверку сопротивления изоляции коллекторного электрода ячейки детектора ПИД, которую необходимо проводить тераомметром Е6-13А. Значение сопротивления между наружным контактом коллекторного электрода и корпусом ячейки должно быть не менее 1×10^{13} Ом;

- проверку сопротивления изоляции поляризующего электрода которую необходимо проводить омметром Щ-34. Значение сопротивления между наружным контактом питания и корпусом ячейки детектора должно быть не менее 4×10^9 Ом;

- проверку состояния зажигалки проводить омметром Щ-300. Значение сопротивления спирали нагревателя зажигалки должно быть $(1,8 \pm 0,1)$ Ом. Значение сопротивления изоляции спирали нагревателя зажигалки 5E5.863.360 должно быть не менее 2×10^7 Ом;

- при увеличении уровня шумов и (или) снижении чувствительности следует очищать внутренние детали корпуса детектора ПИД. Для этого корпус отделяется от основания, снимается коллекторный электрод с изолятором и затем все доступные места корпуса, коллекторный электрод и его изолятор, поляризующий электрод и его изолятор протираются тампоном из материи, смоченной водой, после чего протираются тампоном, смоченным ацетоном или этиловым спиртом.

Нормы расхода этилового спирта (ГОСТ 18300) приведены в таблице 6.

Таблица 6 - Нормы расхода этилового спирта

Наименование узлов	Количество узлов	Количество спирта, мл	
		На узел	Итого
1 Детектор (ПИД, ТИД, ПФД, ДТП, ФИД)	1	50	50
2 Газовый, жидкостный дозатор	1	50	50
3 Испаритель	2	50	100

4 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОСВИДЕТЕЛЬСТВОВАНИЕ

4.1 Хроматограф подлежит периодической поверке государственной метрологической службой в соответствии с методикой поверки 5Е1.550.205 МП (приложение К 5Е1.550.205-02 РЭ).

Межповерочный интервал – 1 год.

5 РЕСУРСЫ, ХРАНЕНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И УТИЛИЗАЦИЯ

5.1 Ресурс прибора до первого капитального ремонта – 20000 часов.

5.2 Хроматограф в упаковке должен храниться на складах предприятия-изготовителя и предприятия-потребителя согласно ГОСТ 15150 в условиях хранения 1, при отсутствии в окружающем воздухе газов и паров, разрушающе действующих на материалы хроматографа.

Срок хранения в упаковке один год в соответствии с указаниями на транспортных ящиках. По истечении срока консервации хроматограф подвергнуть переконсервации, вариант защиты ВЗ-10 по ГОСТ 9.014 с соответствующей записью в паспорте на хроматограф.

5.3 Упакованный хроматограф должен транспортироваться по правилам перевозок грузов соответствующих транспортных ведомств в условиях, соответствующих условиям хранения по ГОСТ 15150:

- по условиям хранения 5 - при перевозке сухопутным (закрытым автомобильным и железнодорожным) и внутренним водным транспортом;
- по условиям хранения 3 - при морских перевозках в трюме;
- в герметизированных отапливаемых отсеках - при перевозках воздушным транспортом.

При погрузке и выгрузке должны выполняться требования транспортной маркировки груза и ГОСТ 12.3.009.

При погрузке транспортных ящиков разной массы и габаритов ящики большей массы и габаритов должны быть уложены в нижних рядах транспортных средств.

Размещение и крепление в транспортных средствах упакованных изделий должно обеспечивать их устойчивое положение, исключать возможность ударов друг о друга, а также о стенки транспортных средств.

Пакетирование транспортных ящиков (при необходимости) производить в соответствии с требованиями "Правил перевозки грузов", утвержденных соответствующими ведомствами.

Таблица 7 - Транспортные характеристики изделия

Содержание ящика	Масса, кг	Габаритные размеры (длина x ширина x высота), мм
Место 1 - Блок аналитический БА-121-03 Место 2 - Персональный компьютер с принтером	65	610 x 760 x 605 В зависимости от типа компьютера

6 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

Изготовитель гарантирует соответствие хроматографа требованиям технических условий при соблюдении условий эксплуатации, хранения и транспортирования, указанных в эксплуатационной документации.

Гарантийный срок эксплуатации - 18 месяцев с момента ввода хроматографа в эксплуатацию.

Потребитель лишается гарантийного обслуживания хроматографа в случаях:

- 1) нарушения целостности пломб;
- 2) при проведении установочно-регулирующих работ сторонней организацией или частными лицами, не имеющими поручения предприятия-изготовителя.

Предприятие-изготовитель и организации, имеющие его поручения, гарантируют проведение установочно-регулирующих работ в месячный срок с момента получения от потребителя уведомления о готовности хроматографа к проведению указанных работ.

- 3) при обслуживании хроматографа неподготовленным персоналом.

Имеют право на проведение установочно-регулирующих работ только лица, прошедшие специальное обучение в организациях, имеющих лицензию на обучение, и получившие соответствующее удостоверение. Обязательно проверяйте у организаций или лиц, проводящих установочно-регулирующие работы, или поручение (договор) предприятия-изготовителя, или удостоверение. По договоренности с потребителем предприятие проводит послегарантийный ремонт хроматографа.

57355 (203. 28/11/2007

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

КОМПЛЕКТ ЗАПАСНЫХ ЧАСТЕЙ
5E4.070.402-01

Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5E8.685.314	Прокладка	10	До температуры испарителя 450 °С, Ø11 мм
Thermogreen LB-2 (зеленая)	Прокладка	10	До температуры испарителя 350 °С, Ø11 мм
GR-2 Septa (серая)	Прокладка	5	До температуры испарителя 200 °С, Ø11 мм
5E8.680.164	Прокладка	3	Для фильтра
5E5.863.369	Зажигалка	1	
5E8.220.758	Втулка (графит)	20	Уплотнение колонки
5E8.220.964	Втулка	25	Уплотнение трубок Ø2 мм
5E8.685.351	Прокладка (резина)	20	Уплотнение колонки
5E8.939.595-01	Гайка накидная	3	Уплотнение трубок Ø2 мм
5E9.443.125	Шайба	10	Уплотнение трубок Ø2 мм
5E8.236.077-01	Трубка	1	"Лайнер" в испаритель (металл)
	Вставка плавкая ВП2Б-1В-2А АГО.481.304 ТУ	2	(2А)
	Вставка плавкая ВП2Б-1В-10А АГО.481.304 ТУ	4	(10А)
	Проволока ДКРНХ 1,50 БТ Ц1 ГОСТ 13073-77	0,5 м	Термопредохранитель термостата колонок

5399 дс. 20/208

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

КОМПЛЕКТ МОНТАЖНЫХ ЧАСТЕЙ 5E4. 075.220-01

Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5E4.853.400	Кабель	1	БА-ПК
5E4.850.093	Кабель	1	По спец. заказу для ДПР-К, ПФД, ФИД
5E6.453.821	Тройник	1	Для редуктора баллона с газом-носителем
5E6.453.889	Тройник	3	∅2x2x2 мм
5E6.454.147	Штуцер	3	∅2x2 мм
5E8.652.963	Ниппель	2	Для баллона
5E8.939.064	Гайка накидная	1	Для баллона (азот)
5E8.939.568	Гайка накидная	1	Для баллона (водород)
5E8.939.608	Гайка накидная	3	Для ерша (вход)
5E9.330.094	Ниппель	3	Ерш для входа в штуцер
	<u>Материалы</u>		
	Трубка 2x0,5 12X18N10T		
	ТУ 1373-004-325744-2001	5 м	
	Полиэтиленовая трубка		
	6x1 черная ТУ 19-272-85	6 м	
	Фильтр - удлинитель		Подсоединение хроматографа
	"SVEN"	1	к сети 220 В

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

КОМПЛЕКТ СМЕННЫХ ЧАСТЕЙ 5E4.071.178-01

Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5E6.498.718	Колонка L= 1м	1	Металлическая Ø4x0,5 мм
5E7.352.109	Трубка стеклянная	5	Для испарителя
5E8.223.777	Втулка металлическая	6	Для уплотнения колонок
5E8.939.488-05	Гайка накидная	6	- " -

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(обязательное)

КОМПЛЕКТ ИНСТРУМЕНТА И ПРИНАДЛЕЖНОСТЕЙ 5Е4.078.394-01

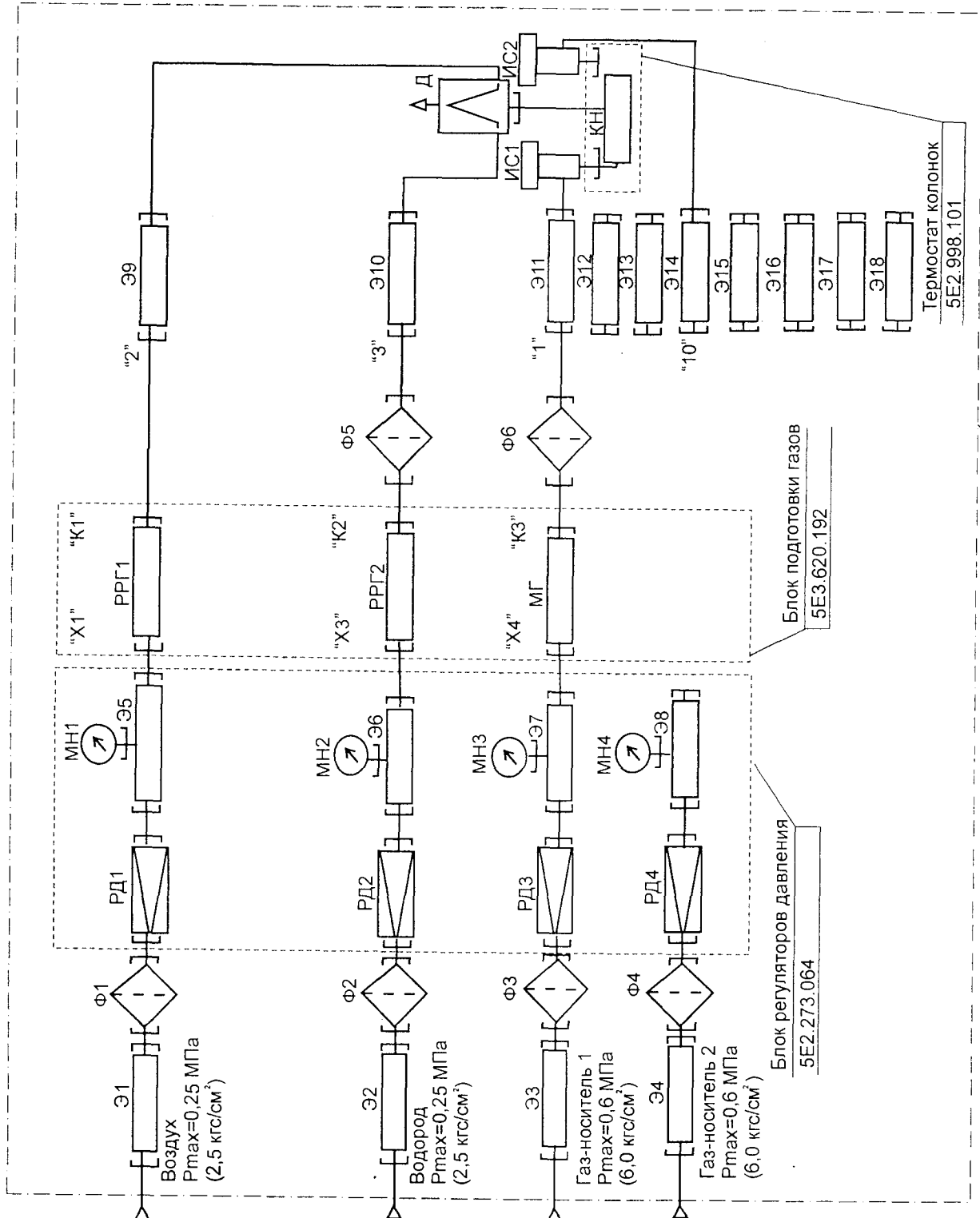
Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5Е2.833.166	Микрошприц МШ-10	2	10 мкл, 1 упаковка
5Е6.453.877	Тройник	1	Для подсоединения манометра к входному штуцеру
5Е5.183.083-01	Манометр	1	6 кгс/см ² , изм. входного давл
	Ключи ГОСТ 2839-80 хим.ОКС ПРМ		Покрытие в зависимости от поставки
	7811-0002 С1	1	5,5x7x100
	7811-0007 С1	1	12x13x140
	7811-0003 С1	1	8x10x120
	Отвертка 7810-0912 3В1 хим.ОКС, ПРМ ГОСТ 17199-88	1	0,5x3,5x180
	Отвертка 7810-0965 3В1 хим.ОКС, ПРМ ГОСТ 17199-88	1	0,5x2,3
5Е6.479.000-01	Устройство для обжатия графитовой втулки	1	Входит в состав комплекта принадлежностей 5Е4.078.402-01 испарителя 5Е2.967.052-01

ПРИЛОЖЕНИЕ Д

(обязательное)

СХЕМА ПНЕВМАТИЧЕСКАЯ

БЛОКА АНАЛИТИЧЕСКОГО БА-121-03 5E2.320.121-03 ПЗ



Блок аналитический БА-121-03
5E2.320.121-03

Таблица Д.1 – Перечень элементов

Поз. Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
Д	Детектор пламенно-ионизационный ПИД 5Е2.722.240-03	1	
ИС1, ИС2	Испаритель 5Е2.967.052-01	2	
КН	Колонка насадочная 5Е6.498.718	1	В комплекте сменных частей
МГ	Модуль газовый универсальный 5Е2.573.066	1	Газ-носитель
РРГ1	Регулятор расхода газа РРГ-1000-2 5Е2.833.181-02	1	Воздух
РРГ2	Регулятор расхода газа РРГ-100-2 5Е2.833.181-01	1	Водород
РД1-РД4	Регулятор давления 5Е2.573.062-01	4	
Ф1-Ф4	Фильтр 5Е2.966.118	4	
Ф5, Ф6	Фильтр 5Е2.966.119	2	
Э1-Э4	Штуцер 5Е6.454.147	4	
Э5-Э8	Тройник 5Е6.453.893	4	
Э9-Э18	Штуцер 5Е6.454.147	10	
МН1, МН2	Манометр ДМ40-1Р53-У2-0,25 МПа-2,5 ТУ 4212-070-00227471-99	2	
МН3, МН4	Манометр ДМ40-1Р53-У2-0,6 МПа-2,5 ТУ 4212-070-00227471-99	2	

ПРИЛОЖЕНИЕ Е

(обязательное)

Схема электрическая соединений 5E1.550.205-02 Э4

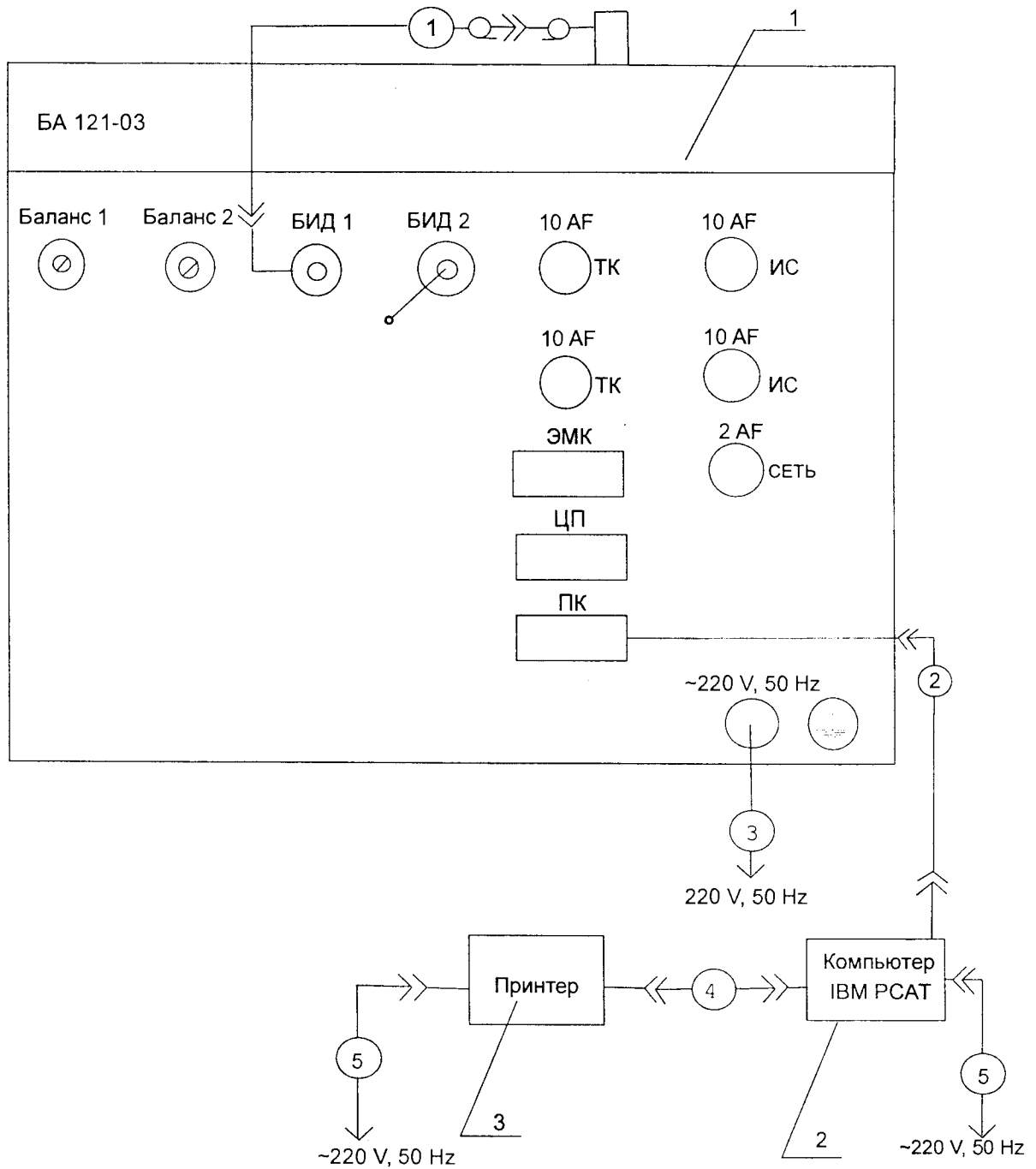


Таблица Е.1 – Перечень устройств

Поз. Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
1	Блок аналитический 5Е2.320.121-03	1	
2	Компьютер IBM	1	
3	Устройство вывода информации печатающее	1	

Таблица Е.2 – Перечень элементов

Поз. Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
1	Кабель 5Е4.850.093	1	БИД 1-ПИД
2	Кабель 5Е4.853.400	1	ПК-БА
3	Шнур сетевой	1	Входит в БА
4	Кабель для принтера CENTRONIKS	1	Входит в ПК
5	Кабель сетевой	2	Входят в ПК

5355 Стр. 28/47 07

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж

(обязательное)

КОМПЛЕКТ МОНТАЖНЫХ ЧАСТЕЙ ПИД 5Е4.075.237-01

Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
5Е2.833.181-01	Регулятор расхода газа РРГ-100-2	1	Водород, "К5", "Х7"
5Е2.833.181-02	Регулятор расхода газа РРГ-1000-2	1	Воздух, "К6", "Х9»
5Е2.573.066	Модуль газовый универсальный МГ-100-2	1	Газ-носитель 2, "К4", "Х6»
5Е2.966.119	Фильтр	2	"Ф5", "Ф8"
5Е4.850.093	Кабель	1	"БИД 2»
5Е6.453.889	Тройник	2	Монтаж газовых ли- ний
5Е6.640.763-01	Провод	1	Питание "-300 В" к контактам 18 и 20 колодки Х2
5Е8.224.041-01	Втулка	1	Монтаж РРГ-100-2, РРГ-1000-2, МГ-100-2 Дифференциальная работа ПИД или ТИД
	Винт ВМЗ-6gx6.36.016 ГОСТ 17473-80	8	
	Шайба 3.04.016 ГОСТ 11371-78	8	
	Тройник СР50-95Ф		
	ВРО.364.013 ТУ	1	
	Комплект запасных частей		
5Е5.863.369	Зажигалка	1	ПИД, ТИД
5Е5.877.018	Горелка	1	ПИД

Приложение Ж

(обязательное)

СХЕМА ПНЕВМАТИЧЕСКАЯ ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ

5Е4.075.237-01

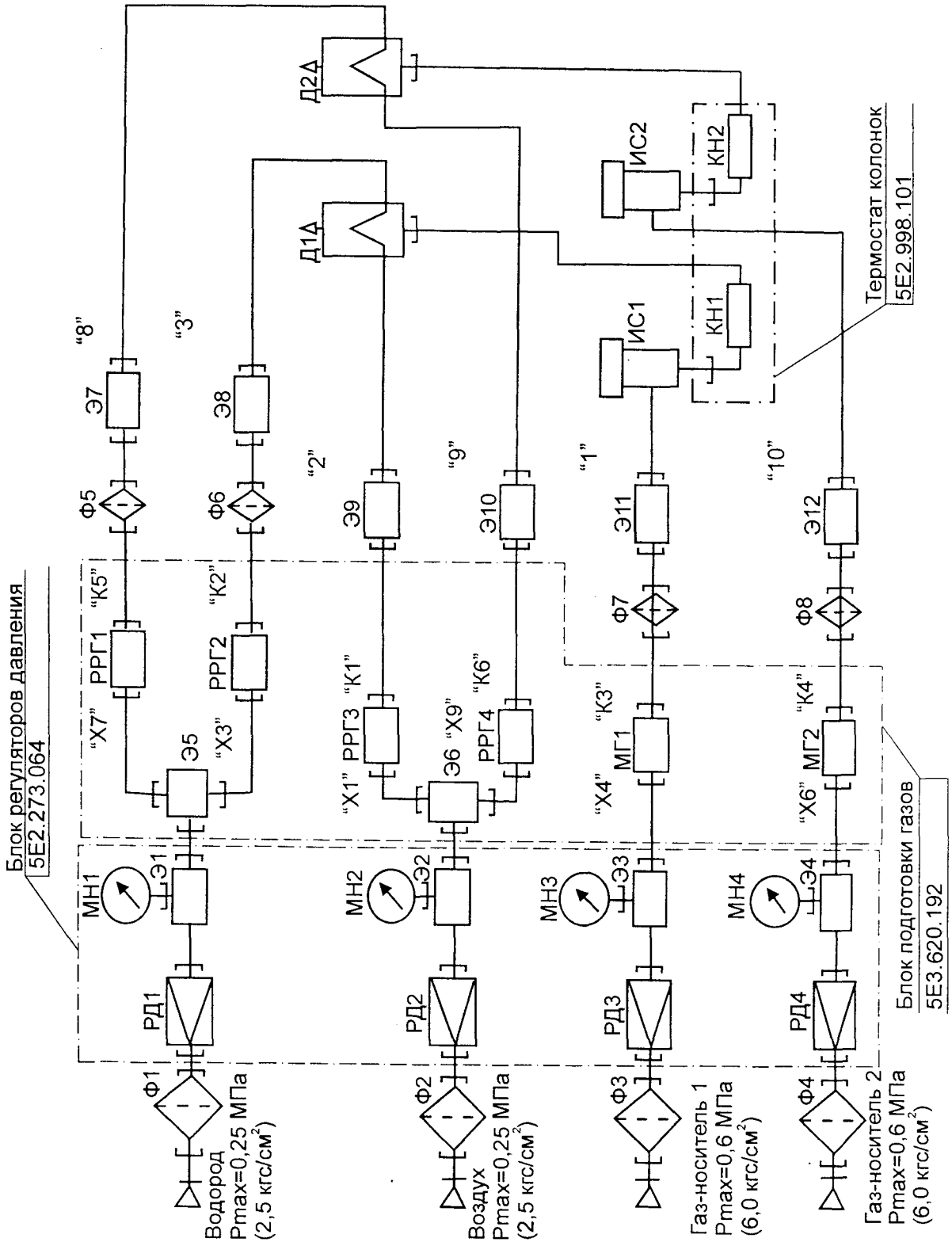


Таблица Ж.1 – Перечень элементов

Поз. Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание
Д1, Д2	Детектор пламенный – ионизационный ПИД 5E2.722.240-03	2	1 входит в БА
ИС1, ИС2	Испаритель 5E2.967.052-01	2	Входят в БА
КН1, КН2	Колонка набивная 5E6.498.718	2	Входит в комплект сменных частей
МГ1, МГ2	Модуль газовый универсальный 5E2.573.066	2	
РРГ1, РРГ2	Регулятор расхода газа РРГ-100-2 5E2.833.181-01	2	1 входит в БА
РРГ3, РРГ4	Регулятор расхода газа РРГ-1000-2 5E2.833.181-02	2	1 входит в БА
РД1-РД4	Регулятор давления 5E2.573.062-01	4	Входят в БА
Ф1-Ф4	Фильтр 5E2.966.118	4	Входят в БА
Ф5-Ф8	Фильтр 5E2.966.119	4	2 входят в БА
Э1-Э4	Тройник 5E6.453.893	4	Входят в БА
Э5-Э6	Тройник 5E6.453.889	2	Входят в комплект монтажных частей хроматографа
Э7-Э12	Штуцер 5E6.454.147	6	Входят в БА
МН1, МН2	Манометр ДМ40-1Р53-У2-0,25 МПа-2,5 ТУ 4212-070-00227471-99	2	Входят в БА
МН3, МН4	Манометр ДМ40-1Р53-У2-0,6 МПа-2,5 ТУ 4212-070-00227471-99	2	Входят в БА

ПРИЛОЖЕНИЕ И
(справочное)
ПЕРЕЧЕНЬ ДОКУМЕНТОВ

на которые даны ссылки в настоящем руководстве по эксплуатации

Обозначение	Наименование	Номер пункта
ПР 50.2.009-94	ГСИ. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений	1.6.1
ГОСТ 9.014-78	ЕСЗКС. Временная противокоррозионная защита изделий. Общие требования	1.2.13 5.1
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны	1.1.2 2.1.2.
ГОСТ 12.2.007.0-75	ССБТ. Изделия электрические. Общие требования безопасности	2.1.4
ГОСТ 12.3.009-76	ССБТ. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности	2.1.7, 5.2
ГОСТ 2991-85	Ящики дощатые неразборные для грузов массой до 500 кг. Общие технические условия	1.7.1
ГОСТ 3956-76Е	Силикагель технический. Технические условия	1.7.1
ГОСТ 5679-91	Вата хлопчатобумажная одежная и мебельная. Технические условия	1.7.1
ГОСТ 5959-80	Ящики из листовых древесных материалов неразборные для грузов массой до 200 кг. Общие технические условия	1.7.1
ГОСТ 7376-89	Картон гофрированный. Общие технические условия	1.7.3
ГОСТ 9198-83	Эмали марок НЦ-11 и НЦ-11А. Технические условия	1.6.2
ГОСТ 10144-89	Эмаль ХВ-124. Технические условия	1.6.2
ГОСТ 10354-82	Пленка полиэтиленовая. Технические условия	1.7.2
ГОСТ 12997-84	Изделия ГСП. Общие технические условия	1.1.2
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов	1.6.2
ГОСТ 15150-69	Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды	5.1, 5.2

Обозначение	Наименование	Номер пункта
ГОСТ 13109-97	Электрическая энергия. Совместимость технических средств электромагнитная. Нормы качества электрической энергии в системах электроснабжения общего назначения	2.2.2.4
ГОСТ 21130-75	Изделия электротехнические. Зажимы заземляющие и знаки заземления	2.1.4
ГОСТ 26703-93	Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний	1.1.3
ГОСТ 30167-95	Ресурсосбережение. Порядок установления показателей ресурсосбережения в документации на продукцию	5.1
ГОСТ Р 51350-99	Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования	Введение 2.1.4
СНиП 23-05-95	Естественное и искусственное освещение	2.1.2
СниП 2.04.05-91	Отопление, вентиляция и кондиционирование	2.1.2
ППБ-01-03	Противопожарные нормы	2.1.6
ПБ 10-115-96	Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением	
	Правила технической эксплуатации электроустановок потребителем (ПТЭ)	2.1.4
	Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем, 1986	2.1.4
ПОТ РО 14000-005-98	Положение. Работа с повышенной опасностью в химической лаборатории. Организация проведения, изд. "Химия", Москва 1998 г.	2.1.3
	Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Госгортехнадзором, 18.04.95 г.	2.1.3

ПРИЛОЖЕНИЕ К
(обязательное)

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ГЦИ СИ

«ФГУ Нижегородский ЦСМ»



И.И.Решетник

2007 г.

**ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ АНАЛИТИЧЕСКИЙ
"ЦВЕТ-800"**

Методика поверки

5Е1.550.205 МП

5395 клз. 28/07/07

Настоящая методика поверки (МП) распространяется на хроматограф газовый аналитический "Цвет-800" и устанавливает методы и средства его первичной и периодической поверок. Методика поверки составлена на основе Рекомендации МИ 2402-97.

Хроматограф "Цвет-800" является индивидуально градуируемым измерительным средством (системой). На хроматограф распространяется действие ГОСТ 26703-93 группа ЛСХ. Хроматограф подлежит комплектной поверке.

Межповерочный интервал - один год.

Хроматограф "Цвет-800" может комплектоваться несколькими детекторами. Для многодетекторных моделей допускается проводить периодическую поверку с теми детекторами (детектором), с которыми эксплуатируется хроматограф на данном предприятии в течение межповерочного интервала.

В хроматографе предусмотрен цифровой вариант регистрации выходных сигналов - с компьютерной обработкой и распечаткой результатов, с использованием версии программного обеспечения (ПО) "Цвет-Аналитик".

Если хроматограф при выпуске из производства укомплектован газовым краном-дозатором, первичная поверка проводится при введении газовой пробы краном-дозатором.

Если хроматограф эксплуатируется при дозировании жидких проб в испаритель, допускается проводить его периодическую поверку только по жидким контрольным смесям. Если хроматограф эксплуатируется при дозировании газов (паров) краном-дозатором, допускается проводить его периодическую поверку только с использованием поверочных газовых смесей (ПГС).

С. 48 5Е1.550.205-02 РЭ

К.1 Операции поверки

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

Таблица К.1 - Перечень операций при поверке хроматографа

Наименование операции	Номер пункта поверки	Обязательность проведения операции при	
		первичной поверки	периодической поверки
1 Внешний осмотр	К.7.1	да	да
2 Опробование	К.7.2	да	да
3 Определение метрологических характеристик:	К.7.3		
3.1 Относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала;	К.7.3.1	да	да
3.2 Изменения площади пика за 48 часов непрерывной работы;			
3.3 Погрешности результатов измерений	К.7.3.2	да ²⁾	да ¹⁾
	К.7.3.3	нет	да ³⁾

¹⁾ - при отсутствии нормативно-технической документации (далее - НТД) по ГОСТ Р 8.563-96 "Методики выполнения измерений".

²⁾ - для хроматографов, подвергаемых периодическим испытаниям;

³⁾ - при наличии НТД по ГОСТ Р 8.563-96 "Методики выполнения измерений".

К.2 Средства поверки

К.2.1 При проведении поверки должны быть применены следующие основные и вспомогательные средства поверки и материалы:

- микрошприц типа МШ-10 по ТУ 5Е2.833.106, максимальный объем доз 10 мкл, погрешность ± 5 %;
- смесь пропана с гелием ГСО 3972-87 или азотом ГСО 5326-90, диапазон концентраций пропана 0,19-3,3 % об., погрешность аттестации 10 % (допускается использовать по ТУ 6-16-2956-92 ПГС 2 разряда);
- гептан ДСЗУ 162.12-01 (ГСО 2584-83)-МСО 0359:2002;
- линдан ГСО 7889-2001 (99,8 %);
- метафос ГСО 7888-2001 (98,5 %);
- источник микропотока бензола ИМ 15-0-Б ИБЯЛ 418319.013 ТУ.

5355 Шер. 28/12/11

Указанные средства поверки должны быть поверены соответствии с ПР 50.2.006-94.

Допускается применять другие средства поверки, метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей методике поверки.

Жидкие контрольные смеси для поверки изготавливаются весообъемным методом на основе названных ГСО по прилагаемой инструкции (см. приложение К.А настоящей МП).

К.2.2 При проведении поверки применяют следующие вспомогательные средства и материалы и испытательное оборудование:

- установка динамическая "Микрогаз" 5Е2.966.057 ТУ или приставка парогазовая "Поток-А" ТУ 4215-001-04681267-98;
- кран-дозатор КД-234-02 5Е4.460.234-02 или КД-234-09 5Е4.460.234-09;
- гексан "ХЧ" по ТУ 6-09-3375 (99 %);
- нонан "Ч" по ТУ 6-09-26-485 (98 %);
- ацетон "ОСЧ" по ТУ 6-09-3513 (99,8%);
- газохроматографическая колонка;
- сорбент хроматон N=AW HMDS или N=AW DMCS, фракция 0,16-0,25 мм, пропитанный 3-5 % жидкой стационарной фазой SE-30 (силиконовое масло);
- сорбент хроматон N-AW, фракция 0,16-0,20 мм, пропитанный 15 % Apiezon L;
- сорбент силохром С-80 "ХЧ" по ТУ 6-09-17-48;
- барометр-анероид М-67 по ТУ 25-04-1797-75 с пределом измерений 80-106 кПа;
- психрометр аспирационный М-34 по ТУ 25-08-809-70 с погрешностью $\pm 3\%$;
- гелий марки А или Б по ТУ 51-940-80;
- азот технический по ГОСТ 9293-74;
- азот особой чистоты по ГОСТ 9293-74 или азот ПНГ по ТУ 6-21-39-79;
- водород технический марки А по ГОСТ 3022-80;
- воздух технический по ГОСТ 17433-80.

К.3 Требования к квалификации поверителей

Поверку хроматографов проводят лица, аттестованные Госстандартом России на право поверки.

Все действия по проведению измерений при поверке хроматографов и обработке результатов наблюдений проводят лица, изучившие настоящую методику и руководство по эксплуатации.

К.4 Требования безопасности

К.4.1 Раздел содержит требования, достаточные для обеспечения безопасности при поверке хроматографа. К поверке хроматографа допускаются ли-

сей по приложению К.А, выведение хроматографа на испытательный режим, указанный в пунктах раздела К.7 настоящей МП;

– при наличии НТД на методику выполнения измерений – подготовка колонок, приготовление градуировочной смеси, проверка герметичности газовых линий и выведение хроматографа на рабочий режим, предусмотренный методикой выполнения измерений.

Подготовительные операции, в частности, включение хроматографа и выведение его на режим, а также работу с хроматографом, следует проводить в соответствии с руководством эксплуатации на хроматограф.

К.7 Проведение поверки

К.7.1 Проверка комплектности и внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра и проверки комплектности хроматографа должно быть установлено наличие всех поставляемых в комплекте хроматографа изделий и нормативно-технических документов.

При внешнем осмотре устанавливаются отсутствие повреждений и дефектов, которые ухудшают внешний вид и могут препятствовать применению хроматографа.

К.7.2 Опробование

К.7.2.1 Операция опробования предусматривает измерение значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала и измерение значения предела детектирования (минимальной измеряемой концентрации контрольного вещества в стандартном режиме). Последнее выполняется косвенным методом по результатам измерений значений уровня флуктуационных шумов и выходных сигналов детектора при введении известного количества контрольного вещества.

К.7.2.2 Уровень шумов для всех детекторов определяется как среднее арифметическое значение высот шумовых сигналов, зарегистрированных системой обработки. Хроматограф вывести на режим, соответствующий каждому типу детектора, и выполнить следующие операции при работе с ПО "Цвет-Аналитик:

- выбрать тип детектора и входное измерительное сопротивление БИД (для ионизационных детекторов);
- задать ВРЕМЯ АНАЛИЗА 100 секунд;
- провести запись выходного сигнала на ПК, нажав кнопку АНАЛИЗ на аналитическом блоке;
- установить на участок хроматограммы графические указатели, между которыми будет выполнена операция расчета шумов;
- нажать кнопку РАСЧЕТ ШУМА ПО УЧАСТКУ ХРОМАТОГРАММЫ МЕЖДУ КУРСОРАМИ.

С. 52 5Е1.550.205-02 РЭ

В результате, в таблице на закладке СПЕЦИАЛЬНЫЕ в поле СРЕДНИЙ ШУМ появится среднее арифметическое значение высот шумовых пиков в нА для ионизационных детекторов или в мВ – для детектора по теплопроводности (ДТП).

В таблице К.2 приведены предельные допустимые значения уровней флуктуационных шумов для различных типов детекторов.

Таблица К.2 – Допустимые значения уровней флуктуационных шумов детекторов

Тип детектора	Нормируемое значение уровня флуктуационных шумов	
	А	В
1 Пламенно-ионизационный (ПИД)		
- с насадочной колонкой	1×10^{-14}	
- с капиллярной колонкой	1×10^{-14}	
2 Электронно-захватный (ЭЗД), далее по тексту постоянной скорости рекомбинации (ДПР) с насадочной колонкой	2×10^{-14}	
(ДПР-К) с капиллярной колонкой	2×10^{-14}	
3 Термоионный (ТИД)	$5,2 \times 10^{-14}$	
4 Пламенно-фотометрический (ПФД)	$2,6 \times 10^{-12}$	
5 По теплопроводности (ДТП)		$5,2 \times 10^{-7}$
6 Фотоионизационный (ФИД) с лампой		
КсРВ	2×10^{-14}	
КрРВ	4×10^{-14}	

К.7.2.3 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ПИД проводить через 2 часа после включения хроматографа с колонкой насадочной стальной длиной 1-2 м, заполненной прокаленным силикохромом С-80 (зернением от 0,2 до 0,25 мм), при следующих условиях:

- расходы газов:

азота и водорода — (30 ± 1) мл/мин;

воздуха — (300 ± 10) мл/мин;

- температуры для анализа жидких проб, вводимых в испаритель микрошприцем:

термостата колонок — 100°C ;

термостата переходной камеры — 150°C ;

термостата испарителя — 150°C ;

- температуры для анализа газовых (паровых) проб, вводимых краном-дозатором:

термостата колонок — 50°C ;

термостата переходной камеры — 100°C ;

термостата крана-дозатора — 50°C (если он обогревается);

5305 (2018-2019) РЭ

- входное измерительное сопротивление БИД- $R_{вх}=10^{10}$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 1×10^{-14} А.

Если хроматограф используется для анализа жидких проб с капиллярной кварцевой колонкой длиной от 25 до 30 метров, с внутренним диаметром от 0,18 до 0,2 мм, с химически привитым слоем неполярной жидкой фазы (SE-30, E-301 и др.), то устанавливаются следующие значения:

- расходы газов:

газа-носителя через КК - $(1 \pm 0,1)$ мл/мин;

газа-носителя на сбросе - (50 ± 5) мл/мин;

газа-носителя при обдуве мембраны - $(2 \pm 0,2)$ мл/мин

- температуры те же, что для анализа жидких проб;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{вх}=10^{10}$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 1×10^{-14} А.

К.7.2.4 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ДПР проводить через 2 часа после включения хроматографа с колонкой стеклянной длиной 1 м, заполненной хроматоном N-AW-HMDS или N-AW-DMCS зернением от 0,16 до 0,25 мм, пропитанным от 3 до 5 % силиконом SE-30 при следующих условиях:

- расход газа-носителя (азот особой чистоты) – (30 ± 1) мл/мин;

- температуры: термостата колонок - 200 °С;

термостата испарителя - 250 °С;

термостата детектора - 300 °С;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{вх}=10^{10}$ Ом.;

- сигнал детектора снимается с разъема "СИГНАЛ 1" выносного блока ДПР.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 2×10^{-14} А.

Если хроматограф используется для анализа с детектором ДПР-К с колонкой капиллярной кварцевой длиной от 25 до 50 метров, с внутренним диаметром от 0,18 до 0,2 мм, с химически привитым слоем неполярной жидкой фазы (SE30, E301 и др.), то устанавливаются следующие значения:

- расходы газов:

газа-носителя через КК - $(1 \pm 0,1)$ мл/мин;

газа-носителя на сбросе - (50 ± 5) мл/мин;

газа-носителя при обдуве мембраны - $(2 \pm 0,2)$ мл/мин;

газа-носителя при поддуве детектора - (20 ± 5) мл/мин

- температуры те же;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{вх}=10^{10}$ Ом;

- сигнал детектора снимается с разъема "СИГНАЛ 1" выносного блока ДПР.

С. 54 5E1.550.205-02 РЭ

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 2×10^{-14} А.

К.7.2.5 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ТИД проводить для режима регистрации фосфорсодержащих соединений через 2 часа после включения хроматографа с колонкой по п.К.7.2.4 при следующих условиях:

- расходы газов:
 - азота — (от 27 до 33) мл/мин;
 - водорода — (от 15 до 18) мл/мин (поджиг пламени при 40 мл/мин);
 - воздуха — (от 160 до 180) мл/мин.
- температуры:
 - термостата колонок — 190°C ;
 - термостата испарителя — 230°C ;
 - термостата переходной камеры — 320°C ;
- входное измерительное сопротивление БИД $R_{\text{вх}}=10^{10}$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более $5,2 \times 10^{-14}$ А.

К.7.2.6 Определение уровня флуктуационных шумов с ПФД проводить с интерференционным фильтром на серу через 2 часа после включения хроматографа с насадочной стеклянной колонкой по п.К.7.2.4 при следующих условиях:

- расход азота — (45 ± 2) мл/мин;
- расходы водорода и воздуха в соответствии с паспортом ПФД;
- температуры:
 - термостата колонок — 190°C ;
 - термостата испарителя — 230°C ;
 - термостата переходной камеры — 200°C ;
- входное измерительное сопротивление БИД $R_{\text{вх}}=10^9$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более $2,6 \times 10^{-12}$ А.

К.7.2.7 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ДТП проводить через 2 часа после включения хроматографа с двумя колонками по п.К.7.2.3. при следующих условиях:

- расход газа-носителя – (гелия) — (30 ± 1) мл/мин в обеих линиях;
- ток моста – от 220 до 240 мА;
- температуры для анализа жидких проб, вводимых в испаритель микрошприцем:
 - термостата колонок — 100°C ;
 - термостата детектора — 150°C ;
 - термостата испарителя — 150°C .

- температуры для анализа газовых (паровых) проб, вводимых краном-дозатором:

термостата колонок — 50 °С;

термостата детектора — 70 °С;

термостата крана-дозатора — 50 °С (если он обогревается).

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более $5,2 \times 10^{-7}$ В.

К.7.2.8 Определение уровня флуктуационных шумов при работе с ФИД с лампой типа КсРВ или КрРВ проводить через 2 часа после включения хроматографа с колонкой стальной длиной 1 м, заполненной хроматоном NAW (зернением от 0,16 до 0,20 мм) пропитанным 15 % апыезоном L при следующих условиях:

- расходы: газа-носителя (азота) - (30±3) мл/мин;

газа-разбавителя (воздуха) - (200±20) мл/мин;

- температуры: термостата колонок - 80 °С;

термостата крана-дозатора - 80 °С;

термостата переходной камеры - 120 °С;

- входное измерительное сопротивление БИД $R_{вх} = 10^{10}$ Ом.

Уровень флуктуационных шумов должен быть не более 2×10^{-14} А (лампа КсРВ) или $4 \cdot 10^{-14}$ А (лампа КрРВ).

К.7.2.9 Определение выходного сигнала детектора (площади пика контрольного вещества), необходимого для расчета предела детектирования с детекторами ПИД и ДТП ведется по жидким и/или газовым контрольным смесям (в зависимости от используемого варианта ввода пробы при эксплуатации хроматографа), с детекторами ДПР, ТИД и ПФД только по жидким смесям, а с детектором ФИД при дозировании газовым краном-дозатором.

В хроматограф вводят не менее 10 раз подряд одинаковый объем смеси, содержащей контрольное вещество известной концентрации, регистрируют пик контрольного вещества системой обработки. Система обработки (персональный компьютер) регистрирует площадь пика в ампер × секунда (А·с) – для ионизационных детекторов и в вольт × секунда (В·с) – для детектора ДТП.

При работе с жидкими контрольными смесями проба вводится микрошприцем при соблюдении условий, направленных на достижение максимальной сходимости величины пробы в серии измерений: проба должна вводиться одним оператором, одним и тем же микрошприцем, в неизменном темпе, с постоянной глубиной ввода и временем выдержки иглы в испарителе и т.д. Допускается проводить дозирование жидкости ручным или автоматическим микродозатором, имеющим аттестованные объемы доз в диапазоне от 1 до 3 мкл. При этом выбранный режим работы хроматографа должен быть постоянным и должны соблюдаться нормальные внешние условия. При подготовке к измерениям допуска-

ется подбор температур термостатов колонок и испарителей в пределах ± 20 °С от указанных выше значений для достижения полного разделения пика контрольного вещества от неинформативных компонентов.

При периодической поверке хроматографа, укомплектованного газовым краном-дозатором, достаточно провести определение площади пика контрольного вещества для детекторов ПИД и ДТП только по газовым пробам.

К.7.2.10 Определение площади пика контрольного вещества с детекторами ПИД и ДТП по жидкости проводят при дозировании микрошприцем контрольной смеси гептана в нонане с концентрацией 2,73 мг/мл. Объем пробы – 2 мкл с насадочной колонкой и не более 1 мкл с капиллярной колонкой. Условия определения с ПИД по методике п.К.7.2.3 при рекомендуемом сопротивлении 10^8 Ом, с ДТП по методике п.К.7.2.7.

К.7.2.11 Определение площади пика контрольного вещества с детекторами ПИД и ДТП по газу проводят при дозировании краном-дозатором ПГС пропана в азоте или в гелии (ПИД) и пропана в гелии (ДТП) с концентрацией 0,19-3,3 % об. Объем дозы крана-дозатора 0,25 мл. Условия определения с ПИД по методике п.К.7.2.3, при рекомендуемом сопротивлении 10^8 Ом, с ДТП по методике п.К.7.2.7. Режим работы крана-дозатора автоматический или ручной.

При периодической поверке допускается использовать в качестве ПГС смесь пропана в азоте или гелии с концентрацией пропана, соответствующей НТД на методику выполнения измерений при условии, что погрешность аттестации концентрации не превышает 10 %.

К.7.2.12 Определение площади пика контрольного вещества с детекторами ДПР и ДПР-К проводят при дозировании контрольной смеси линдана в гексане с концентрацией 2×10^{-5} мг/мл. Объем пробы 2 мкл. Условия определения по методике п.К.7.2.4, при рекомендуемом сопротивлении 10^{10} Ом.

К.7.2.13 Определение площади пика контрольного вещества с детектором ТИД проводят при дозировании контрольной смеси метафоса в ацетоне с концентрацией 0,001 мг/мл. Условия определения по методике п.К.7.2.5 (по фосфору) при рекомендуемом сопротивлении 10^{10} Ом. Объем пробы 2 мкл.

К.7.2.14 Определение площади пика контрольного вещества с детектором ПФД проводят при дозировании контрольной смеси метафоса в ацетоне с концентрацией 0,01 мг/мл. Условия определения по методике п.К.7.2.6 (по сере). Объем пробы 2 мкл.

К.7.2.15 Определение площади пика контрольного вещества с детектором ФИД проводят при дозировании краном-дозатором парогазовой смеси бензола в воздухе, формируемой парогазовой приставкой с аттестованной ампулой. Объем дозы крана-дозатора 0,25 мл. Условия определения с ФИД по методике п.К.7.2.8, при рекомендуемом сопротивлении 10^9 Ом.

Режим работы крана автоматический.

5359 (с. 56) 2012

К.7.2.16 Предел детектирования (C_{\min} , г/с) для ионизационных детекторов ПИД, ТИД, ДПР, ПФД рассчитать по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S}, \quad (\text{К.1})$$

а предел детектирования (C_{\min} , г/мл) для детекторов ДТП, ФИД рассчитать по формуле

$$C_{\min} = \frac{2 \cdot \Delta X \cdot G}{S \cdot Q}, \quad (\text{К.2})$$

где ΔX - экспериментально полученное значение уровня флуктуационных шумов А(В);

G - масса, введенного контрольного вещества, г ;

Q - расход газа-носителя, мл/с;

S - средняя площадь пика из 10 результатов наблюдений в А · с (В · с).

Массу, введенного жидкого вещества микрошприцем, рассчитать по формулам:

$$G = C_o \cdot V_{\partial} \quad - \text{ для ПИД, ДПР и ДТП, (с насадочной колонкой); } (\text{К.3})$$

$$G = C_o \cdot V_{\partial} \cdot K_{\text{дел}} \quad - \text{ для ПИД, ДПР (с капиллярной колонкой); } (\text{К.4})$$

$$G = 0,118 \cdot C_o \cdot V_{\partial} \quad - \text{ для ТИД (по фосфору); } (\text{К.5})$$

$$G = 0,122 \cdot C_o \cdot V_{\partial} \quad - \text{ для ПФД (по сере), } (\text{К.6})$$

где C_o - концентрация контрольного вещества, г/мл;

V_{∂} - объем пробы, введенной шприцем, мл;

$K_{\text{дел}}$ - коэффициент деления пробы, равный отношению расхода газа-носителя через КК к расходу на сбросе.

Массу контрольного вещества (пропана), введенного краном-дозатором, рассчитать по формуле

$$G = \frac{7,06 \cdot 10^{-6} \cdot P \cdot C_o \cdot V_{\partial}}{T}, \quad (\text{К.7})$$

К.7.3 Определение метрологических характеристик

К.7.3.1 Определение значений относительных средних квадратических отклонений (ОСКО) выходных сигналов проводят в изотермическом режиме для площадей пиков и времени удерживания контрольных веществ:

1) при первичной поверке при дозировании жидкости микрошприцем - со всеми детекторами, входящими в комплект поставки хроматографа, при периодической поверке - только с используемыми детекторами;

2) при первичной поверке при дозировании газа - с детекторами ПИД и/или ДТП, а также ФИД, если хроматограф укомплектован краном-дозатором, при периодической поверке – только с используемым детектором.

Для многодетекторного комплекта поставки хроматографа допускается проводить определение ОСКО времени удерживания только при работе с одним детектором, как правило, с ПИД при дозировании жидкости. При периодической поверке хроматографа, эксплуатируемого только с газовым краном-дозатором, допускается проводить определение ОСКО площадей пиков с ПИД и/или ДТП только при дозировании газа краном-дозатором в автоматическом или ручном режиме.

Предварительно рекомендуется ввести не менее пяти проб контрольного вещества для насыщения колонки, затем провести последовательно десять или более дозирования. Расчет ОСКО вести по 10 последним результатам анализов. Выходные сигналы детектора регистрируются системой обработки - персональным компьютером.

Для определения ОСКО площади пика $\delta(X_i)$ и ОСКО времени удерживания $\delta(t_i)$ хроматограф выводится на заданный режим. ОСКО X_i , %, рассчитать по формуле

$$\delta(X_i) = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{X} - X_i)^2}{n-1}}, \quad (K.9)$$

где \bar{X} - среднее арифметическое значение площади пика;

X_i - значение площади пика в i -ом наблюдении.

Для расчета $\delta(X_i)$ и $\delta(t_i)$ следует использовать результаты измерений площади и времени удерживания, полученные: для ПИД и ДТП - по методике п.К.7.2.10 и К.7.2.11, для ДПР - по методике п.К.7.2.12, для ТИД - по методике п.К.7.2.13, для ПФД по методике п.К.7.2.14 и для ФИД - по методике п.К.7.2.15.

Значения ОСКО площадей пиков для различных типов детекторов, дозаторов и колонок приведены в таблице К.4.

Таблица К.4 – Относительное СКО высот и площадей пиков

Детектор	Дозатор	Колонка	ОСКО площади, %
ПИД	газ-кран (ручной)	насадочная	1
	газ-кран (автомат.)	насадочная	0,5
	микрошприц	насадочная	1
	микрошприц	капиллярная	10
ДТП	газ-кран (ручной)	насадочная	1
	газ-кран (автомат.)	насадочная	0,5
	микрошприц	насадочная	1
ТИД	микрошприц	насадочная	4
ПФД	микрошприц	насадочная	5
ДПР	микрошприц	насадочная	4
ДПР-К	микрошприц	капиллярная	10
ФИД			
Лампа КсРВ	газ-кран (автомат.)	насадочная	1
Лампа КрРВ	газ-кран (автомат.)	насадочная	1

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

Расчет ОСКО выходных сигналов при работе с ПО "Цвет-Аналитик" проводится по команде РАСЧЕТ СКО на закладке СПЕЦИАЛЬНЫЕ.

К.7.3.2 Определение изменения площади пика контрольного вещества за цикл измерений 48 часов непрерывной работы хроматографа проводят при первичной поверке для площадей пиков контрольных веществ при дозировании жидкости микрошприцем со всеми детекторами и, если хроматограф укомплектован краном-дозатором, при дозировании газов с ПИД, ДТП и ФИД. При периодической поверке многодетекторного хроматографа допускается проводить определение только с используемыми детекторами. Для хроматографа, эксплуатируемого только с газовым краном-дозатором, допускается проводить определение только с ПИД, ДТП и/или ФИД при дозировании газа краном-дозатором в автоматическом или ручном режиме.

Условия и режимы определения аналогичны изложенным в методиках п.К.7.3.1. Жидкие контрольные смеси объемом не менее 50 мл во время определения следует хранить в герметичной посуде в холодильнике. При работе с газовыми смесями необходимо следить за сохранением начального давления на входе в кран-дозатор.

Перед началом определения рекомендуется провести 8-часовой прогон хроматографа с периодическим дозированием контрольной смеси для насыщения колонки, после чего проводят не менее 5 измерений площади пика контрольного

ного вещества и находят их среднее арифметическое начальное значение \bar{X}_0 . Через каждые 8 часов рекомендуется провести не менее 5 дозирования контрольного вещества. Через 48 часов непрерывной работы хроматографа (без корректировки его рабочего режима) повторяют измерение площади пика и находят их среднее арифметическое конечное значение \bar{X}_t . Изменение площади пика (δ_t , %) за цикл измерения 48 часов рассчитывают по формуле

$$\delta_t = \frac{\bar{X}_t - \bar{X}_0}{\bar{X}_0} \cdot \frac{P_0}{P_t} \cdot 100 \quad (\text{Ж.10})$$

где: P_0 и P_t - значения атмосферного давления для начала и конца цикла измерений. В случае дозирования микрошприцом жидких проб соотношение P_0/P_t принимается равным единице.

Изменения площади пика за цикл измерений 48 часов непрерывной работы хроматографа не должны превышать $\pm 4\%$ - с ПИД и ДТП, $\pm 8\%$ - с ДПР, ТИД и ПФД и $\pm 12\%$ - с ФИД.

Примечание - Необходимость непрерывной работы устанавливают метрологические службы, осуществляющие поверку хроматографа. При соответствующем обосновании допускается уменьшать время непрерывной работы.

К.7.3.3 Определение погрешности результатов измерений

Определение погрешности результатов измерений проводят при наличии НТД на методику выполнения измерений (МВИ). Условия измерения должны соответствовать требованиям НТД на МВИ. Образцы (градуировочные или тестовые смеси с известной концентрацией C_d контрольного компонента) для контроля погрешности должны удовлетворять требованиям МИ 2335-95.

Хроматограф выводят на режим, предписанный НТД на методику, вводят контрольный образец, определяют концентрацию в нем контрольного компонента по процедуре, указанной в НТД.

Результат измерения концентраций (добавки) C контрольного компонента должен удовлетворять условию

$$|C - C_d| \leq K, \quad (\text{Ж.11})$$

где K - норматив оперативного контроля погрешности, установленный в НТД на МВИ.

Удовлетворительный результат определения погрешности измерений по методике п.К.7.3.3 является достаточным основанием для общего заключения о положительном результате периодической поверки хроматографа при использовании его по данной МВИ.

К.8 Оформление результатов поверки

К.8.1 Результаты поверки считают положительными и хроматограф годен к применению, если он отвечает требованиям настоящей методики.

К.8.2 Результаты поверки заносят в протокол по форме приложения К.Б настоящей МП, отдельно для каждого детектора.

При периодической поверке должно быть записано:

- в протоколах К.Б.1-К.Б.4 – результаты измерений со всеми детекторами, при использовании которых проведена поверка с указанием варианта программного обеспечения;

- в протоколе К.Б.5 – по какой МВИ проверен норматив оперативного контроля погрешности.

К.8.3 Положительные результаты первичной и периодической поверки оформляют записью в паспорте и выдачей свидетельства о поверке.

Свидетельство должно содержать сведения с какими детекторами проведена поверка.

К.8.4 Хроматографы, не удовлетворяющие требованиям настоящей МП, к выпуску в обращение и применению не допускают, на них оформляется извещение с указанием причин непригодности по ПР 50.2.006-94.

ПРИЛОЖЕНИЕ К.А
(обязательное)

ИНСТРУКЦИЯ

по приготовлению жидких контрольных смесей для поверки
аналитического газового хроматографа "Цвет-800".

Настоящая инструкция устанавливает процедуру приготовления жидких контрольных смесей (растворов) для поверки хроматографа "Цвет-800" на основе использования ГСО контрольных веществ. Относительная погрешность концентрации контрольного вещества в смеси (по процедуре приготовления) не превышает 10%.

К.А.1 Реактивы и оборудование

Для приготовления растворов используют следующие средства измерения, стандартные образцы и реактивы:

- весы лабораторные общего назначения 2 класса точности по ГОСТ 24104-2001;
- термометр лабораторный с ценой деления 0,1 °С по ТУ25-2021-003-88;
- пипетки 2 класса точности с номинальной вместимостью 1 и 2 мл по ГОСТ 20292-74;
- колбы наливные 2 класса точности вместимостью 500, 250, 100, 25 мл по ГОСТ 1770-74;
- МСО 0359: 2002, МСО состава гептана (99,85 %);
- ГСО 7889-2001, ГСО состава пестицида гамма – ГХЦГ (линдана) (99,8 %);
- ГСО 7888-2001, ГСО состава пестицида паратион-метила(метафоса) (99,4%);
- нонан "Ч" по ТУ 6-09-26-485 с содержанием основного компонента 98%;
- ацетон ОСЧ по ТУ 6-09-3513-86 с содержанием основного компонента 99,8%;
- гексан "Ч" по ТУ 6-09-3375-78 с содержанием основного компонента 99%.

К.А.2 Приготовление контрольных смесей

Растворы в диапазоне от 1 до 10 мг/мл готовят объемно-весовым методом. Массовую концентрацию контрольного компонента (C_0 , мг/мл) определяют по формуле

$$C_0 = \frac{m_i}{v}, \quad (\text{К.А.1})$$

где m_i - масса контрольного компонента, мг;

v - объем приготовленного раствора, мл.

Исходные вещества, используемые для приготовления раствора, выдерживают не менее 2 ч в лабораторном помещении.

Температура окружающей среды при приготовлении контрольных растворов не должна изменяться более чем на 4 °С.

Определяют массу (m_1) мерной колбы. Результат взвешивания записывают до первого десятичного знака.

В мерную колбу вносят 100-1000 мг контрольного компонента и вновь взвешивают колбу (m_2).

Вычисляют массу контрольного компонента (m) в мг по формуле

$$m = m_2 - m_1, \quad (\text{К.А.2})$$

В колбу с контрольным компонентом вводят от 20 до 25 мл растворителя, перемешивают содержимое и доводят объем раствора до метки. Тщательно перемешивают раствор.

Рассчитывают массовую концентрацию контрольного компонента по формуле (К.А.1).

Растворы с концентрацией контрольного компонента от 5×10^{-5} до 1 мг/мл готовят объемным методом путем последовательного разбавления более концентрированных растворов. Массовая концентрация контрольного компонента в растворах определяется по формуле

$$C_x = \frac{C_0 \times V_1}{V_2}, \quad (\text{К.А.3})$$

573 55 (203-28/07 07

где C_X - массовая концентрация контрольного компонента в растворе, приготовленном разбавлением раствора с массовой концентрацией C_0 , г/мл;
 C_0 - массовая концентрация контрольного компонента в исходном растворе, г/мл;
 V_1 - аликвотная доля раствора с массовой концентрацией C_0 , мл, необходимая для приготовления раствора с массовой концентрацией C_X в объеме V_2 , мл;
 V_2 - объем приготовленной контрольной смеси с массовой концентрацией C_X , мл.

В мерную колбу вносят аликвотную долю разбавляемого раствора, доводят объем приготавливаемого раствора до метки и тщательно перемешивают.

Контрольную смесь хранят в чистых сухих склянках с хорошо притертыми пробками, вдали от источников огня и нагревательных приборов при температуре 4-8 °С.

Срок хранения исходного раствора от 3 до 5 дней, смеси меньших концентраций хранению не подлежат.

К.А.2.1 Приготовление контрольных смесей для ПИД и ДТП

Пипеткой на 2 мл набрать 2 мл гептана и перенести в мерную колбу на 500 мл, довести до метки нонаном. Полученный раствор имеет концентрацию 2,73 мг/мл гептана в нонане.

К.А.2.2 Приготовление контрольных смесей для ДПР. Взвесить 12,5 мг γ -гексахлорциклогексана (линдана) на аналитических весах второго класса в мерной колбе на 25 мл. Растворить навеску гексаном, доведя до метки. Полученный раствор имеет концентрацию 0,5 мг/мл.

Отобрать пипеткой 1 мл полученного раствора в мерную колбу на 250 мл. Довести до метки гексаном. Полученный раствор имеет концентрацию линдана 0,002 мг/мл.

Отобрать пипеткой 1 мл полученного раствора в мерную колбу на 100 мл, довести до метки гексаном. Полученный раствор имеет концентрацию 0,00002 мг/мл линдана в гексане. Этот раствор используется как контрольную смесь для ДПР.

К.А.2.3 Приготовление контрольных смесей для ПФД и ТИД

Взвесить 12,5 мг метафоса в мерной колбе на 25 мл.

С. 66 5E1.550.205-02 РЭ

Растворить навеску ацетоном, довести до метки. Исходный раствор имеет концентрацию 0,5 мг/мл метафоса в ацетоне.

Отобрать пипеткой 1 мл полученного раствора и перенести в мерную колбу на 50 мл. Разбавить до метки ацетоном. Полученный раствор имеет концентрацию метафоса 0,01 мг/мл. Этот раствор используют как контрольную смесь для ПФД.

Пипеткой на 1 мл отобрать 1 мл исходного раствора концентрацией 0,5 мг/мл в мерную колбу на 500 мл, довести до метки ацетоном.

Полученный раствор имеет концентрацию метафоса 0,001 мг/мл. Этот раствор используют в качестве контрольной смеси для ТИД.

5399 02.5-20/12 02

ПРИЛОЖЕНИЕ К.Б
(обязательное)

ПРОТОКОЛ _____
поверки газового аналитического
хроматографа "Цвет-800", принадлежащего
_____ наименование организации

Изготовитель ООО "Цвет", г.Дзержинск, год изготовления - _____

Номер хроматографа (по паспорту) - _____

Наименования, обозначения и номера дополнительных детекторов, блоков и устройств (заполняется при их наличии):

Условия поверки:

Температура окружающего воздуха	К (°С);
Атмосферное давление	кПа;
Относительная влажность	%;
Напряжение питания	В.

К.Б.1 Определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала

Тип детектора	Значение уровня флуктуационных шумов детектора			
	по паспорту		действительное	
	ампер	вольт	ампер	вольт

К.Б.2 Определение предела детектирования
с детектором _____

Значения площади пика	Среднее арифметическое значение площади пика	Значение предела детектирования	
		по паспорту	действительное

К.Б.3 Определение относительного среднего
квадратического отклонения выходного сигнала
(времени удерживания и площади пика)
с детектором _____

Значения выходного сигнала		Среднее арифметическое значение выходного сигнала		Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала			
				по паспорту		действительное	
t_i	X_i	\bar{t}	\bar{S}	$\delta(t_i)$	$\delta(X_i)$	$\delta(t_i)$	$\delta(X_i)$

8359 (203-20/01) 07

К.Б.4 Определение изменения площади пика контрольного вещества
за цикл измерений 48 часов непрерывной работы
с детектором _____

Среднее арифметическое значение начальных площадей пиков	Среднее арифметическое значение конечных площадей пиков	Значение изменения площади пика контрольного вещества	
		по ТУ	действительное
\bar{X}_0	\bar{X}_t	$\delta_{xt}, \%$	$\delta_{xt}, \%$

К.Б.5 Определение погрешности результатов измерений

Значение концентрации (добавки) контрольного компонента, полученное при измерении	Значение концентрации контрольного компонента по МВИ (расчетное значение добавки)	Норматив оперативного контроля погрешности по НТД на МВИ

Заключение по результатам поверки

Выдано свидетельство о поверке или извещение о непригодности

№ _____ от _____ 200__ г.

Поверительное
клеймо

Поверитель

личная подпись

инициалы, фамилия

_____ 200__ г.

