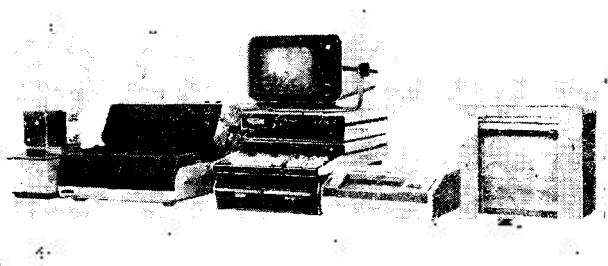

**ХРОМАТОГРАФЫ
ХЖ 1309М**

**Внесены
в Государственный
реестр
под № 11461—88**

Утверждены Государственным комитетом СССР по стандартам 12 июля 1988 г.

НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Хроматографы ХЖ 1309М — микроколоночные гель-хроматографы предназначены для исследования биорганических и синтетических соединений методом гель-хроматографии в режиме изократического анализа с детектированием их в потоке элюата по изменению показателя преломления Г.



Хроматографы могут быть использованы для проведения научных исследований в органической химии, биологии, молекулярной биологии, генной инженерии, при разработке научных основ биотехнологии.

Хроматографы могут эксплуатироваться при следующих условиях: температура окружающего воздуха от 10 до 35 °С; относительная влажность окружающего воздуха до 80 % при температуре 25 °С; атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 мм до 800 мм рт. ст.).

ОПИСАНИЕ

В основу работы хроматографа положен метод гель-проникающей хроматографии, основанной на избирательном распределении макромолекул между фа-

замь хроматографической системы в зависимости от соотношения размеров макромолекулы и пор сорбента при отсутствии адсорбционного взаимодействия между ними.

В основе разделения смеси анализируемых веществ лежит молекулярно-ситовый эффект. При попадании смеси анализируемых веществ в колонку молекулы будут распределяться по размерам: крупные молекулы из-за своих размеров не попадут в поры и будут вымываться из колонки первыми, средние по размерам молекулы будут частично проникать в поры и вымываться по мере уменьшения размеров; самые маленькие молекулы будут проникать во все поры и дольше задерживаться в колонке.

В качестве сорбента используется композиция из ненабухающих макропористых стекол с размером частиц 5—7 мкм.

Группы молекул, сконцентрированные по молекулярным массам, поступают в кювету детектора. Выходной сигнал детектора, пропорциональный концентрации исследуемого вещества, поступает на самопишущий потенциометр для регистрации хроматограммы. Хроматограмма обрабатывается на ЭВМ.

Полученная хроматограмма позволяет судить о молекулярно-массовом распределении полимеров, о размерах макромолекул, о некоторых структурных особенностях, например, степени разветвленности полимеров, зависимости размеров молекул сополимеров от их состава и молекулярных масс, числе изомеров, ассоциатов и комплексов в белковой или полимерной смеси, соответствующих равновесных константах изомеризации, ассоциации и комплексообразования.

Хроматограф выпускается в трех исполнениях, отличающихся комплектацией и степенью автоматизации: ХЖ1309М включает аналитический блок, электронно-вычислительную машину (ЭВМ), термостат, самопишущий потенциометр, устройство последовательного обмена; ХЖ1309М-01 включает аналитический блок, термостат, самопишущий потенциометр; ХЖ1309М-02 включает только аналитический блок.

Аналитический блок, термостат, самопишущий потенциометр и ЭВМ соединяются между собой жгутами.

В состав аналитического блока входят: оптический блок, насосный блок, блок элюента, коммутирующее устройство, кран-переключатель, блок клапанов, камеры наборная и приемная.

Все устройства аналитического блока расположены в корпусе настольного исполнения. Каркас корпуса выполнен из профилированного алюминиевого сплава. В нижней части корпуса размещены блоки: насосный и элюента. В верхней части корпуса находятся печатные платы электронного блока. Датчики и исполнительные элементы блоков — оптического, насосного и элюента — соединяются с электронным блоком.

Для обеспечения доступа к элементам гидравлической системы и разъемам аналитический блок имеет съемные верхние крышки, закрывающие электронный блок, съемные задние стенки и откидывающиеся боковые стенки.

На задней стенке аналитического блока расположены разъемы для подсоединения ЭВМ, самопишущего потенциометра, вспомогательные розетки на 220 В, штуцеры подачи воды от термостата, предохранители, болт для заземления.

На лицевой панели аналитического блока размещены органы управления работой хроматографа, пневмосхема и цифровые индикаторы.

Кнопкой СЕТЬ включают напряжение питания 220 В. Кнопками ДИАПАЗОН устанавливают необходимую чувствительность детектора. Кнопками СЕКУНДА выбирают постоянную времени детектора.

При нажатых кнопках НАБОР и ПОДАЧА насос работает с объемной подачей, установленной на задатчике МКЛ/МИН. Если нажать кнопку У, то насос будет работать с максимальной подачей независимо от установленной на задатчике.

Индикатор «°С» индицирует значение температуры в термостате колонки. Индикатор ДЕТЕКТОР индицирует электрический сигнал детектора, пропорциональный разности показателей преломления. Индикатор КГС/СМ² индицирует значение давления в системе. Индикатор МКЛ при отжатой кнопке АНАЛИЗ индицирует текущее значение объема элюента, при нажатой кнопке АНАЛИЗ — объем элюента с момента ввода пробы.

Слева, за откидывающейся стенкой аналитического блока, находятся органы контроля, настройки и регулировки:

электрический разъем КОНТРОЛЬ, предназначенный для проверки и контроля напряжений питания и сигналов, поступающих от детектора, с выходов АЦП, с датчиков давления и температуры;

однодекадный переключатель для установки предельного давления $KГС/СМ^2 \times 20$;

переключатель сигнала, подаваемого на самопишущий потенциометр, 10 и 100 мВ, 1 и 5 В;

кнопка МОДУЛЯЦИЯ, включающая подачу модулирующего напряжения на оптический блок;

кнопка МЕШАЛКА, включающая магнитную мешалку в нижней части напорной камеры;

потенциометры: «0» СП — для электрической установки нуля самопишущего потенциометра; МАСШТАБ — для согласования показаний индикатора ДЕТЕКТОР с показаниями самопишущего потенциометра; ФАЗА — для регулировки фазы при синхронном детектировании сигнала оптического блока; УСИЛЕНИЕ — для регулировки усиления схемы обработки сигнала оптического блока.

Аналитический блок имеет ручку калибровки и установки нуля оптического блока. Оптический блок предназначен для получения электрического сигнала, пропорционального концентрации анализируемого вещества, и передачи этого сигнала для обработки в электронный блок. Оптический блок и схема обработки электрического сигнала, расположенные в электронном блоке, образуют рефрактометрический детектор.

В основу работы детектора положен интерференционно-поляризационный метод определения разности показателей преломления двух сред. Сущность метода заключается в следующем. Если два когерентных, поляризованных во взаимно перпендикулярных плоскостях лучка света пропустить через среды с различными показателями преломления, а затем соединить в один пучок, то результатом их интерференции будет эллиптически поляризованная световая волна, эллиптичность которой определяется разностью показателей преломления. Изменяя разность фаз компонент эллиптически поляризованной волны, можно определить разность показателей преломления.

Насосный блок предназначен для подачи элюента в блок элюента, измерения и индирования значения давления в гидравлической системе хроматографа. В состав блока входят микронасос, кран-переключатель с разделительной камерой, плата.

Микронасос предназначен для подачи элюента из нижней части разделительной камеры в жидкостную систему хроматографа. Кран-переключатель предназначен для коммутации элементов гидравлической системы хроматографа. Кран имеет два положения: в одном положении микронасос заполняется дистиллированной водой, в другом — микронасос подает элюент в гидравлическую систему.

Разделительная камера предназначена для разделения двух жидкостей — дистиллированной воды, на которой работает микронасос, и элюента (метилэтилкетона).

В блок элюента входят кран ввода пробы, кран с кюветой, котэжика.

Кран ввода пробы предназначен для ввода в колонку исследуемого вещества. Кран имеет четыре положения: в положении 0 — насосный блок соединяется с емкостью, из которой в режиме «Набор» можно набирать жидкость, а в режиме «Подача» выдавливать жидкость из нижней части разделительной камеры; в положении 1 только элюент проходит через колонку; в положении 2 — элюент проходит через колонку и заполняется пробой дозирующий объем; в положении 3 заполненный дозирующий объем вводится в колонку и готов для заполнения второй дозирующий объем.

Узел крана с кюветой состоит из крана низкого давления и измерительной и сравнительной кювет детектора. Кран низкого давления имеет два положения: «1 кювета», при котором колонка соединяется только с измерительной кюветой, и «2 кювета» — при этом измерительная и сравнительная кюветы соединены последовательно между собой. Это дает возможность проводить измере-

ние вычитанием сигнала от сравнительной кюветы из сигнала от измерительной кюветы.

Колонка предназначена для разделения исследуемой пробы на составляющие компоненты. Колонка представляет собой фторопластовую трубку, помещенную в металлическую трубку. Фторопластовая трубка заполнена сорбентом, в ней с обеих сторон установлены фильтры из пористого материала.

Приемная камера предназначена для отбора элюента, исключения контакта с атмосферой и для поддержания постоянного давления на выходе гидравлической системы после колонки.

Наборная камера предназначена для набора элюента и перемешивания его перед поступлением в колонку и кювету.

Конструктивно обе камеры выполнены одинаково из двух полостей: верхней — из оргстекла и нижней — металлической. Пустоты разделены мягкой мембраной. В обеих камерах для контроля давления установлены манометры, давление создается ручными насосами. В нижней части наборной камеры имеется магнитная мешалка.

Электронный блок предназначен для управления работой гидравлической системы хроматографа, обработки сигнала детектора и обработки и передачи информации в ЭВМ.

Электронный блок включает в себя следующие функциональные узлы: схемы обработки сигнала оптического блока; преобразования сигнала датчика температуры; индикации аналоговых сигналов; управления работой гидравлической системы; контроля параметров и сигналов управления гидравлической системой; усилителей мощности и источников питания шаговых двигателей; индикации значений объема рабочей жидкости; АЦП и контроллер.

ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Время выхода на режиме 2 ч.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала $5 \cdot 10^{-8}$ единиц рефракции.

Дрейф нулевого сигнала при непрерывной записи сигнала в течение 0,5 ч после выхода хроматографа на режим $5 \cdot 10^{-7}$ единиц рефракции.

Амплитуда выходного сигнала хроматографа при введении стандартного образца полистирола молекулярной массой в диапазоне от 15000 до 35000 концентраций 0,25 г/л объемом «З» крана ввода пробы, 50 % от конечного значения шкалы самопишущего потенциометра.

Средние квадратические отклонения (СКО) выходных сигналов хроматографа, %, не более: по отношению высот пиков 2; по временам удерживания 1.

СКО результата измерений молекулярной массы в диапазоне от 10^4 до $5 \cdot 10^5$ 5 %.

Пределы допускаемых значений относительного изменения выходного сигнала хроматографа, %: за 12 ч непрерывной работы ± 4 ; при изменении напряжения питания на $\pm 22 \text{ В} \pm 3$.

Пределы допускаемых значений относительного изменения выходного сигнала хроматографа при изменении температуры окружающего воздуха на каждые 10°C в пределах рабочего диапазона температур от 10 до $35^\circ\text{C} \pm 5$ %.

Максимальное рабочее давление, при котором гидравлическая система хроматографа герметична, 12 МПа (120 кгс/см^2).

Рабочий диапазон объемной подачи от 2 до 20 мкл/мин.

Отклонение средней объемной подачи от установленного значения ± 10 %.

Отклонение объемной подачи от среднего значения $\pm 0,5$ %.

Нелинейность выходного сигнала детектора при изменении угла разворота плоскости поляризации до $11^\circ 22' 40''$ (что соответствует $8 \cdot 10^{-5}$) ± 3 %.

Пределы допускаемых значений относительной погрешности деления выходного сигнала ± 1 %.

Объем кюветы детектора 0,1 мкл.

Параметры колонки: длина 300 мм, внутренний диаметр 0,5 мм, материал — фторопласт 4МБ.

Ориентировочный объем пробы, вводимой в колонку, (определяется геометрическими размерами), 0,03, 0,08, 0,15 мкл.

Значение сигнала, подаваемого на самопишущий потенциометр, от 0 до 1; от 0 до 5 и от 0 до 10 В; от 0 до 10 и от 0 до 100 мВ.

Электрическая мощность, потребляемая хроматографом, кВ·А: 3,0 для исполнения ХЖ 1309М; 2,1 для исполнения ХЖ 1309М-01; 0,3 для исполнения ХЖ 1309М-02.

Наработка на отказ 1000 ч.

Средний ресурс (до списания) 10000 ч.

Среднее время восстановления 4 ч.

Средний срок службы (до списания) 8 лет.

Габаритные размеры блока аналитического 580 × 720 × 395 мм.

Масса блока аналитического 75 кг.

Примечание. Габаритные размеры, масса и мощность покупных комплектующих изделий— по стандартам и техническим условиям на них.

КОМПЛЕКТНОСТЬ

В комплект поставки хроматографа должны входить составные части и документация, перечисленные в таблице.

Наименование	Количество на исполнение ХЖ1309М			Примечание
	основ-ной	01	02	
Блок аналитический	1	1	1	Тип электронно-вычислительной машины (ЭВМ), термостата и самопишущего потенциометра может меняться
Электронно-вычислительная машина ЭВМ МС 0507	1	—	—	
6К0.305.181ТУ	1	—	—	
Устройство последовательного обмена	1	—	—	
Жгут 1Г6.701.688	1	—	—	
Жгут 1Г6.701.689	1	1	—	При поставке на экспорт типы самописца, ЭВМ и термостата должны быть согласованы с организацией, выдавшей заказ-наряд
Термостат У-4 (изделие ГДР)	1	1	—	
Самопишущий потенциометр А550—001—02 0—100 %, 0—5 В, ТУ 25—05.21077—84	1	—	—	
Обеспечение программное хроматографа ХЖ 1309М	1	—	—	
Комплект запасного имущества и принадлежности	1	1	1	Зависит от типа ЭВМ, входящей в комплект поставки хроматографа
Методика поверки	1	1	1	
Комплект эксплуатационных документов согласно ведомости 1Г2.840.227 ЭД	1	—	—	При поставке на экспорт эксплуатационные документы комплектуются согласно ведомости 1Г2.840.227 ЭД1
1Г2.840.227—01 ЭД	—	1	—	
1Г2.840.227—02 ЭД	—	—	1	

ПОВЕРКА

Поверка хроматографа проводится в соответствии с методикой, входящей в комплект поставки.

Испытания проводила государственная комиссия. Результаты испытаний рассматривал Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологической службы (ВНИИМС).

Изготовитель — Академия Наук СССР.