ДОЗАТОР АВТОМАТИЧЕСКИЙ ЖИДКОСТНЫЙ ДАЖ-2М

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

214.2.508.006РЭ

Редакция 25.10.2023

Оглавление

Важные указания 5

1 Меры безопасности 6

2 Описание 7

2.1 Назначение 7

2.2 Технические характеристики 8

2.3 Комплектность 11

2.4 Устройство 11

2.4.1 Общие сведения 11
2.4.2 Механизм дозирования 14
2.4.3 Узел дозирования и микрошприцы 15
2.4.4 Узел промывки 17
2.4.5 Привод механизма дозирования 18
2.4.6 Кассета с приводом 18

3 Режимы работы 20

3.1 Промывка растворителем перед набором пробы 21

3.1.1 Режим промывки "сверху" 21
3.1.2 Режимы промывки "из виалы А" и "из виал А и В" 23
3.1.3 Режим прокачки воздухом микрошприцев 100 и 250 мкл 25

3.2 Промывка микрошприца пробой 25

3.3 Набор пробы 26

3.3.1 Алгоритм набора пробы "простой" 26
3.3.2 Алгоритм набора пробы "сэндвич" 27
3.3.3 Алгоритм набора пробы "сэндвич с растворителем" 28
3.3.4 Алгоритм набора пробы "сэндвич с внутренним стандартом" 29

3.4 Ввод пробы в испаритель 30

3.4.1 Стандартный ввод пробы 30
3.4.2 Многократный ввод 31

3.5 Промывка растворителем после ввода пробы 33

3.6 Промывка лайнера 33

4 Использование по назначению 34

4.1 Подготовка к работе 34

4.1.1 Установка гайки и мембраны испарителя хроматографа 34

4.1.2 Контроль герметичности испарителя 36
4.1.3 Установка дозатора на хроматографе 38
4.1.4 Подключения кабелей и трубопроводов 39
4.1.5 Загрузка виал 40
4.1.6 Включение дозатора 41

4.2 Установка и снятие узлов дозирования и микрошприцев 41

4.2.1 Установка узла дозирования 41
4.2.2 Настройка положения поршня 42
4.2.3 Установка микрошприца 43
4.2.4 Особенности установки шприцев в дозаторе 214.2.508.006-03 44
4.2.5 Снятие микрошприцев и узлов дозирования 45

4.3 Работа с дозатором 45

4.3.1 Рекомендации по выбору режима работы 45
4.3.2 Использование Планировщика 47

5 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению 51

6 Техническое обслуживание 53

6.1 Рекомендации по применению микрошприцев 53

6.1.1 Рекомендации Hamilton 53
6.1.2 Особенности эксплуатации микрошприцев в дозаторе 55
6.1.3 Затирание поршня 55
6.1.4 Засорение иглы 56

6.2 Виды технического обслуживания 57

6.3 Текущее техническое обслуживание 57

6.3.1 Проверка легкости движения поршня в корпусе микрошприца 58
6.3.2 Замена мембраны испарителя хроматографа 58
6.3.3 Контроль чистоты каналов микрошприца 59

6.4 Периодическое техническое обслуживание 59

7 Транспортирование и хранение 61

8 Гарантии изготовителя 62

9 Сведения о рекламациях 63

Важные указания

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для ознакомления с дозатором автоматическим жидкостным ДАЖ-2М (далее – дозатор) и обеспечения его правильной эксплуатации.

Перед вводом в эксплуатацию дозатора следует внимательно ознакомиться с содержанием РЭ и эксплуатационной документацией на хроматограф (комплекс), с которым предполагается использование дозатора.

Во время эксплуатации рекомендуется периодически перечитывать данное РЭ для восстановления в памяти характерных особенностей использования дозатора.

Дозатор 214.2.508.006 поставляется с узлом дозирования, оснащенным микрошприцем объёмом 10 мкл, с насадкой для промывки "сверху" или промывки "из виал". По отдельному заказу дозатор может комплектоваться микрошприцами объёмом 0.5, 1.0, 5.0 и 10.0 мкл (применяются в автосамплерах Agilent 7673). При этом реализуется только режим промывки "из виал".

Дозатор 214.2.508.006-03 (являющийся модификацией дозатора 214.2.508.006) может быть укомплектован микрошприцами объёмом 0.5, 1.0, 5.0 и 10.0 мкл, а также 100,0 и 250,0 мкл (для ввода в испаритель паровой фазы). При использовании микрошприцев объёмом 100,0 и 250,0 мкл реализуется специальный режим промывки – прокачка их рабочих полостей воздухом.

Дозатор 214.2.508.006-03.01 (являющийся модификацией дозатора 214.2.508.006-03) может быть укомплектован только микрошприцами объёмом 5.0 и 10.0 мкл с длиной иглы 51 мм. Дозатор такого исполнения исключает работу режима промывки "сверху".

При заказе указывается модификация шприцев (узлов дозирования), поставляемых в комплекте поставки с дозатором. Поставляются микрошприцы 10 мкл (промывка из виалы) или узлы дозирования (промывка сверху и промывка из виалы). Сведения о комплекте поставки приведены в паспорте на Дозатор.

Указания, отмеченные такой рамкой, необходимо выполнять, чтобы исключить получение травм при работе с хроматографом или повреждение оборудования.

1 Меры безопасности

Дозатор является устройством робототехники, поэтому следует остерегаться его движущихся частей.

К работе с дозатором допускаются лица, изучившие настоящее руководство, и прошедшие проверку навыков работы на рабочем месте.

Дозатор должен быть заземлен. Заземление осуществляется с помощью сетевой вилки и дополнительно – через клемму заземления, расположенную на задней панели дозатора. Контакт ⊥ сетевой розетки для подключения дозатора должен быть соединен с контуром (шиной) внешнего заземления с помощью медного провода сечением не менее 1,5 мм^2; клемму подключают к контуру заземления с помощью кабеля 6.644.056 из комплекта ЗИП.

Работа со снятыми кожухами **ЗАПРЕЩАЕТСЯ!**

Техническое обслуживание, замену виал, заправку флакона промывочной жидкостью допускается проводить только при отключенном шнуре питания от электросети, перекрытой воздушной (или газовой) магистрали.

При работе с горючими, вредными и агрессивными веществами, в том числе используемыми для промывки микрошприца, должны соблюдаться меры противопожарной безопасности, регламентируемые ГОСТ12.1.004-91, а также меры, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем (в соответствии со спецификой применяемых веществ), на основании ГОСТ 12.1.007-76.

При перерывах в работе дозатор следует отключать от электросети и перекрывать газовую магистраль.

2 Описание

2.1 Назначение

Дозатор предназначен для автоматического отбора и ввода жидких образцов (проб) в газовые хроматографы "Кристалл 2000М", "Хроматэк – Кристалл 5000", "Хроматэк – Кристалл 9000" (далее – хроматографы серии "Кристалл"), а также – для автоматического отбора и ввода паровой фазы дозатором специального исполнения. Управление дозатором осуществляется из программы "Панель управления", входящей в состав пакета программ "Хроматэк Аналитик".

Эксплуатация дозатора осуществляется в закрытых лабораторных и других помещениях, в которых горючие газы и легковоспламеняющиеся жидкости могут быть в количествах, недостаточных для создания взрывопожароопасной смеси. Условия эксплуатации: температура окружающего воздуха от 10 до 35 °С, относительная влажность не более 80 %, атмосферное давление от 84 до 107 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.), содержание примесей в окружающем воздухе в пределах санитарных норм, регламентированных ГОСТ 12.1.005-88.

По климатическому исполнению дозатор относится к исполнению УХЛ категории 4.2 по ГОСТ 15150-69.

Электрическое питание дозатора осуществляется от сети переменного тока напряжением от 187 до 242 (В), частотой (50±1) Гц.

Дозатор по электробезопасности соответствует требованиям класса 1, тип Н по ГОСТ 12.2.025-76.

Для нормальной работы данного дозатора необходимы:

- Программа "Панель управления" версии не ниже 1.2.3.1 (рекомендуется не ниже 2.0.8.x).
- Центральный модуль ПМ2 (прошивка) версии не ниже 3.00.09.000.
- Центральный модуль ПМ3 (прошивка) версии не ниже 3.09.16.384.

Программа "Панель управления" устанавливается в составе пакета ПО "Хроматэк Аналитик". Необходимый центральный модуль записывается в хроматограф на предприятии – изготовителе. Так же файл прошивки содержится на диске с ПО "Хроматэк Аналитик".

2.2 Технические характеристики

Параметр	**Значение**
Сменные микрошприцы объёмом, мкл (в том числе 10.0[1] – в узле дозирования, с насадкой для обеспечения потоковой промывки рабочих полостей).	0.5; 1.0; 5.0; 10.0; 10.0[1]; 100.0; 250.0
Объём вводимой пробы, мкл	
для шприца 0.5 мкл	от 0.01 до 0.5
для шприца 1.0 мкл	от 0.02 до 1.0
для шприца 5.0 мкл	от 0.5 до 5.0
для шприца 10 мкл	от 0.1 до 10.0
для шприца 100 мкл	от 1.0 до 100.0
для шприца 250 мкл	от 2.5 до 250.0
Дискретность задания, мкл, для микрошприцев объёмом:	
0.5 мкл	0.01
1.0 мкл	0.02
5.0 мкл	0.05
10.0 мкл	0.10
100.0 мкл	1.0
250.0 мкл	2.5
Емкость карусели	22 виалы
Объём виалы, мл	2 (со вставкой до 0,25)
Режимы промывки:	
для узла дозирования с микрошприцем объёмом 10[1] мкл	"Сверху" и "из виал"
для микрошприцев объёмом 0.5, 1.0, 5.0 и 10.0 мкл	"Из виал"
для микрошприцев объёмом 100.0, 250.0 мкл	воздухом окружающей среды
для микрошприцев объёмом 5.0 и 10.0 мкл с длиной иглы 51 мм	"Из виал"
Параметры промывки в режиме "сверху" (потоковой):	
емкость флакона для промывочной жидкости, мл	30
емкость для стока промывочной жидкости, мл	8
количество виал для слива промывочной жидкости	до 4-х
время промывки микрошприца, с	от 1 до 60
с дискретностью задания, с	1
давление газа на входе дозатора, МПа	от 0.17 до 0.2 или от 0.4 до 0.6

Параметры промывки в режиме "из виалы":	
количество виал для промывочной жидкости	2 (по 2 мл)
количество виал для стока промывочной жидкости	2 (по 2 мл)
количество промывок образцом (пробой) до ввода	Задаваемое программно
Параметры промывки для шприцев 100.0, 250.0 мкл	от 1 до 10 возвратно-поступательных движений поршня (прокачек)

Режимы отбора и ввода пробы (выбираются оператором в программе управления дозатором):

- простой ввод пробы (проба расположена в рабочем объёме и игле микрошприца);
- простой "сэндвич" (в рабочем объёме микрошприца расположена проба, которая разделена воздушными прослойками между торцом поршня и иглой);
- "сэндвич" с растворителем (в рабочем объёме микрошприца расположены проба и растворитель, которые разделены воздушными прослойками между собой, торцом поршня и иглой);
- "сэндвич" с внутренним стандартом (в рабочем объёме микрошприца расположены проба и внутренний стандарт, которые разделены воздушными прослойками между собой, торцом поршня и иглой).

Скорости отбора и ввода пробы приведены ниже (Таблица 2.1).

Количество прокачек при отборе пробы (возвратно-поступательных движений поршня микрошприца)	от 1 до 10
Количество инжекций (отборов и вводов проб) из одной виалы	от 1 до 99
Приоритетная виала[2]	Имеется
Минимальное время ввода – вывода иглы микрошприца в испаритель, с[3], не более	0,1
Время выдержки иглы микрошприца в испарителе до ввода пробы (дискретность задания выдержки иглы, с)	от 0 до 60 (1)
Глубина погружения иглы микрошприца в виалу от поверхности септы, мм (дискретность задания, мм)	от 4 до 22 (2)
Задержка для вязких образцов (время между остановкой поршня микрошприца в верхнем положении и началом его движения вниз), с	от 0 до 7
Глубина погружения иглы микрошприца в испаритель от поверхности мембраны, мм (дискретность задания, мм)	от 2 до 36 (2)
Время выдержки иглы микрошприца в испарителе после ввода пробы, с (дискретность задания, с)	от 0 до 60 (1)
Относительное СКО по площади пика (по смеси С10-С16 в изооктане или октане), не более, %	0.3

Напряжение питания, В (частота, Гц).	220 (50)
Потребляемая мощность, Вт, не более	50
Масса, кг, не более	5.5
Габаритные размеры (ширина, глубина, высота), мм, не более	145, 370, 400

[1]В узле дозирования, с насадкой для обеспечения потоковой промывки рабочих полостей.

[2]В программе управления предусмотрена возможность прерывания выполняемой дозатором последовательности, с последующим возобновлением прерванной последовательности (Пауза) – для введения приоритетного образца или выполнения оперативных мероприятий без отключения дозатора от сети.

[3]Максимальное время нахождения иглы микрошприца в испарителе – с момента появления кончика иглы в полости испарителя до момента исчезновения кончика иглы в мембране испарителя – без учета времени выдержки иглы в испарителе и при условии корректного ввода пробы.

Таблица 2.1 – Скорости отбора и ввода пробы

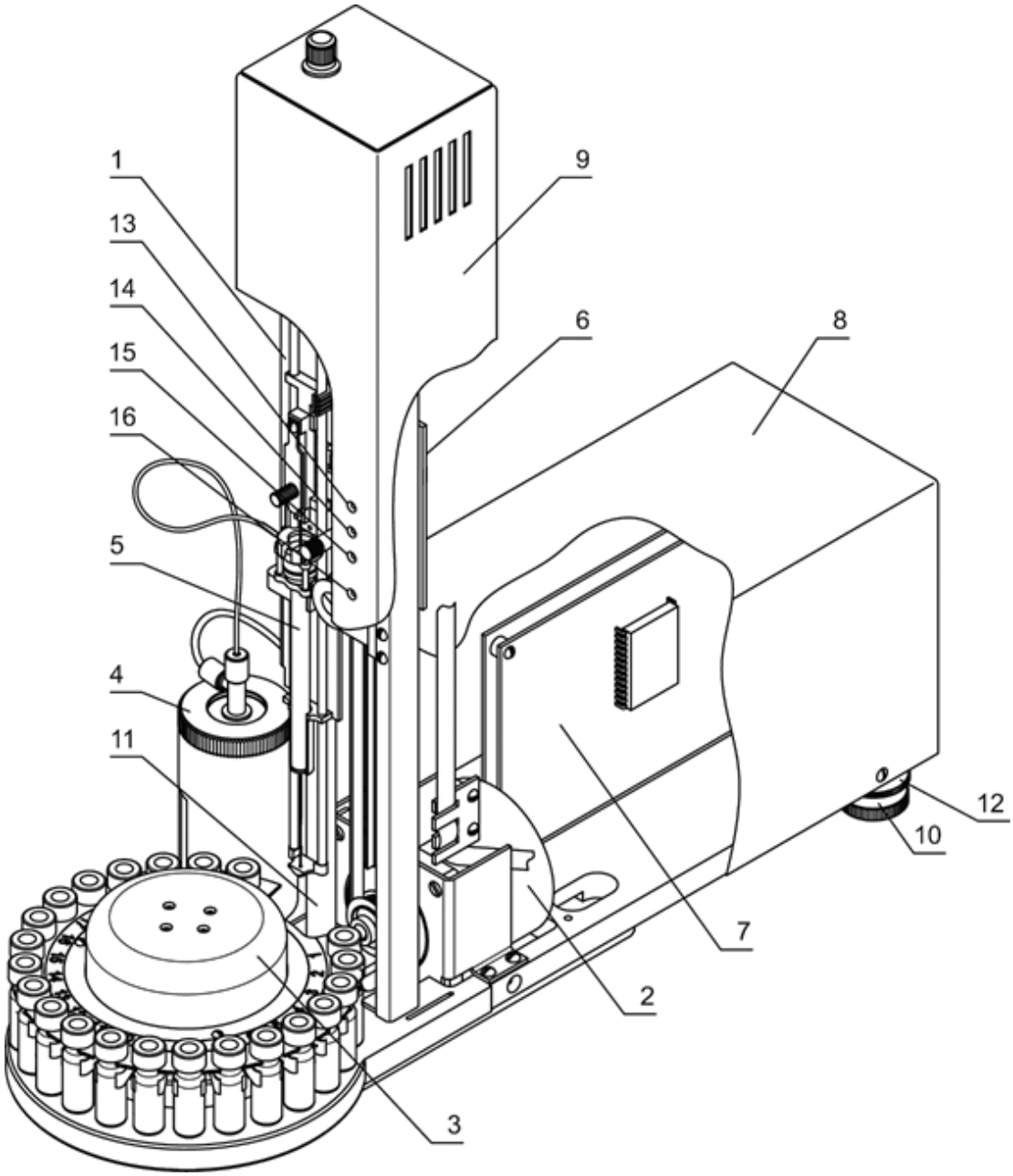
Микрошприц, мкл	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**	**10**
Скорость фактическая, мкл /с										
0,5	0,15	0,175	0,21	0,26	0,35	0,52	0,70	1,05	2,10	3,95
1	0,30	0,35	0,42	0,52	0,70	1,04	1,40	2,10	4,20	7,90
5	0,75	0,875	1,05	1,30	1,75	2,60	3,50	5,25	10,5	19,75
10	1,50	1,75	2,10	2,60	3,50	5,20	7,00	10,5	21,0	39,5
100	14,1	16,5	19,8	24,8	33,0	49,5	66,0	99,0	198	317
250	35,25	41,25	49,5	62,0	82,5	123,75	165,0	247,5	495	792,5
Время ввода (отбора) 1 мкл пробы, мс										
0,5	6670	5710	4760	3840	2860	1920	1430	950	480	250
1	3335	2855	2380	1920	1430	960	715	475	240	125
5	1334	1142	952	467	572	384	286	190	96	50
10	667	571	476	384	286	192	143	95	48	25
100	71	60	50	40	30	20	15	10	5	3
250	28,4	24	20	16	12	8	6	4	2	1,2

2.3 Комплектность

Дозатор содержит изделия и документы, приведенные в паспорте на изделие.

2.4 Устройство

2.4.1 Общие сведения



1 – механизм дозирования; 2 – привод механизма дозирования; 3 – кассета с приводом; 4 – узел промывки; 5 – узел дозирования (или микрошприц); 6 – оптоэлектронный датчик положений узла дозирования; 7 – блок управления; 8, 9 – кожухи; 10 – ножка; 11 – направляющая; 12 – контргайка; 13 – индикатор "Связь"; 14 – индикатор "Режим"; 15 – индикатор "Пауза"; 16 – индикатор "Авария".

Рисунок 2.1 – Общий вид дозатора

Дозатор содержит следующие основные функциональные узлы:

- механизм дозирования;
- привод механизма дозирования;
- кассету с приводом;
- узел промывки;
- узел дозирования (или микрошприц);
- блок управления механизмами дозатора.

Механизм дозирования 1 (Рисунок 2.1) совместно с установленным на нем узлом дозирования 5 (или микрошприцем) обеспечивает отбор и ввод заданного количества пробы. При этом механизм дозирования обеспечивает необходимые перемещения поршня микрошприца.

Механизм дозирования 1 перемещается по цилиндрической направляющей 11 с помощью привода 2 и может занимать три положения: верхнее, промежуточное и нижнее, положения которых контролируются оптоэлектронным датчиком 6. Кроме того, числовые значения промежуточного и нижнего положений задаются оператором, в соответствии с особенностями методики анализа.

При нахождении механизма дозирования в верхнем положении возможно круговое перемещение кассеты 3.

В промежуточном положении производится отбор пробы, а также:

- при режиме промывки микрошприца "сверху" – прокачка микрошприца (движения его поршня вверх-вниз) или слив промывочной жидкости;
- при режиме промывки микрошприца "из виал" – промывка микрошприца.

В нижнем положении производится ввод пробы в испаритель.

Блок управления 7 служит для управления работой механизмов дозатора; содержит блок питания, выполненный на печатной плате, и плату контроллера.

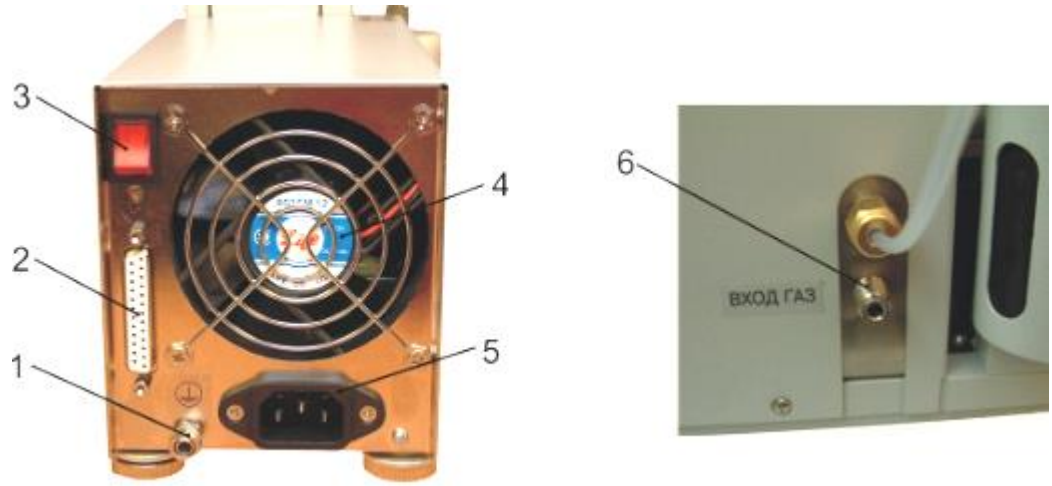
Механизмы дозатора закрыты двумя кожухами, 8 и 9, из них кожух 9 – легкосъемный. Для установки и регулировки положения дозатора на хроматографе он снабжен двумя регулируемыми по высоте ножками 10 с контргайками 12.

На кожухе 9 (Рисунок 2.1) расположены отверстия под световые индикаторы 13, 14, 15 и 16, указывающие на состояние дозатора. Включение (выключение) индикаторов информирует о следующих состояниях дозатора:

- поочередное включение-выключение ("Режим" – "Связь") с частотой примерно один раз в секунду означает ошибку работы дозатора (возникает после трехкратной попытки позиционирования одного из механизмов или в том случае, если дозатор не установлен на гайку испарителя);
- при нормальной работе дозатора светящийся индикатор "Связь" указывает на наличие связи дозатора с хроматографом. Включение – выключение индикатора "Связь" с частотой примерно раз в секунду говорит о том, что связь дозатора с хроматографом не установлена;
- при нормальной работе дозатора светящийся индикатор "Режим" указывает на то, что получен старт анализа от хроматографа. Включение-выключение индикатора "Режим" с

частотой примерно раз в секунду говорит о том, что методика принята, но старт анализа не получен;

- в том случае, если нет связи дозатора с хроматографом и нет принятой методики, оба индикатора включаются – выключаются одновременно.
- Свечение индикатора "Авария" указывает на наличие неисправности в блоке управления дозатора.
- Светящийся индикатор "Пауза" указывает на режим прерванной дозатором последовательности (нажата кнопка "Пауза" на кожухе блока управления, – для введения приоритетного образца или выполнения оперативных мероприятий без отключения дозатора от сети).



1 – клемма дополнительного заземления; 2 – разъем RS232; 3 – тумблер "Сеть"; 4 – вентилятор; 5 – разъем "Сеть 220В 50 Гц"; 6 – штуцер "Вход газ".

Рисунок 2.2 – Вид дозатора сзади и со стороны узла промывки

С задней стороны кожуха 9 расположен универсальный винт (Рисунок 2.3), который, в зависимости от положения, одновременно является транспортным (для фиксации механизма дозирования при транспортировании дозатора) и служит в качестве "ручки" для перемещения механизма дозирования вручную при вводе иглы микрошприца через мембрану в испаритель.

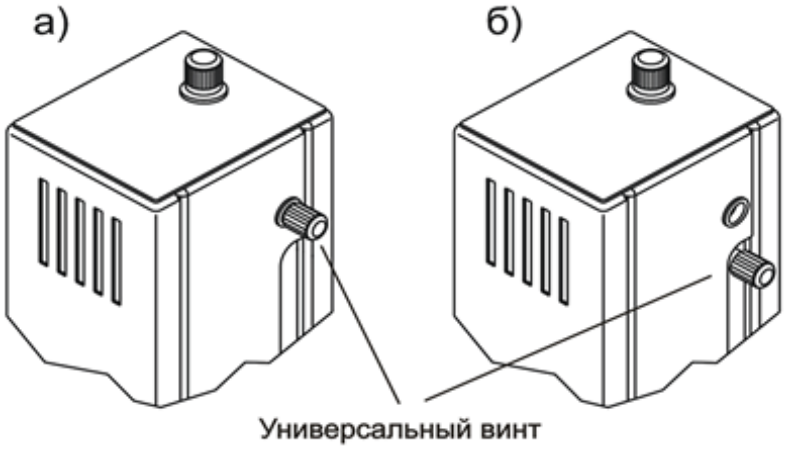
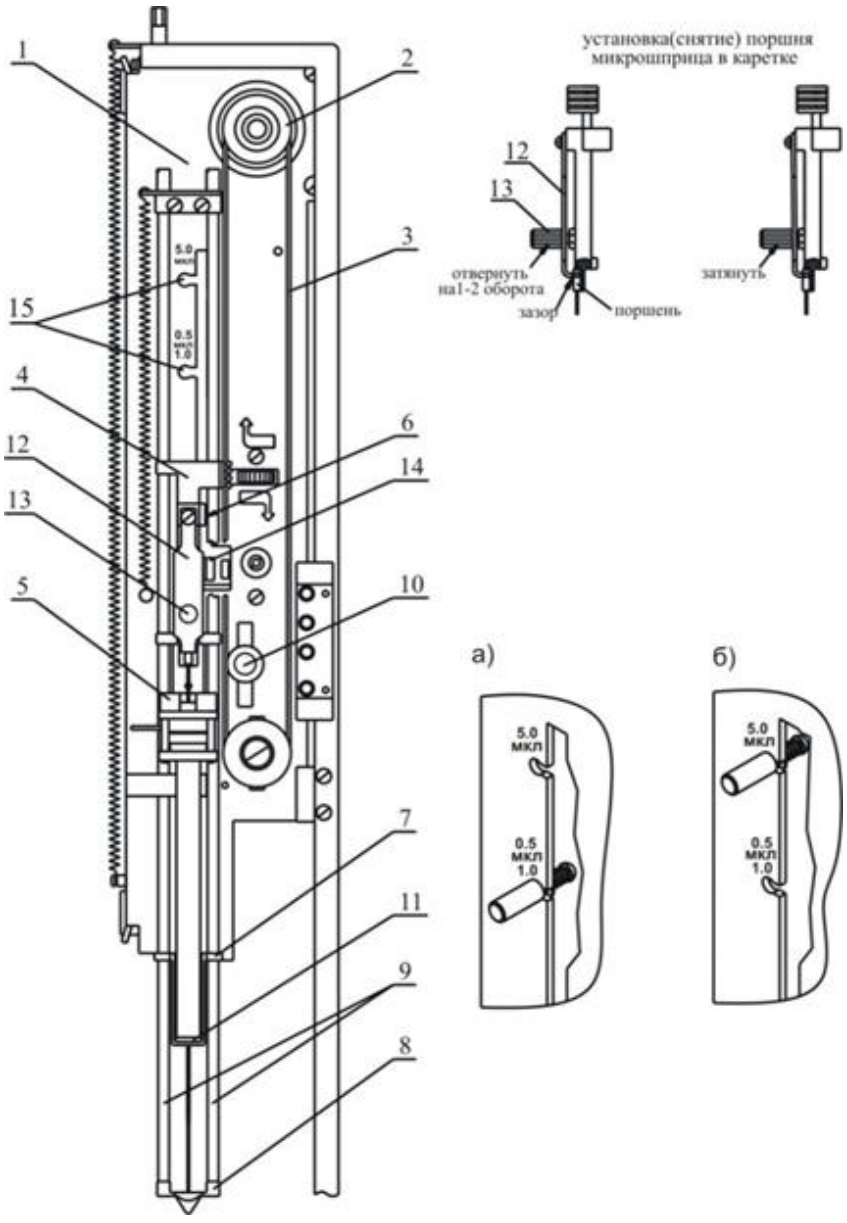


Рисунок 2.3 – Положения универсального винта: а) транспортное; б) рабочее

При транспортировании дозатора обязательна установка универсального винта в транспортное положение, во избежание самопроизвольного перемещения механизма дозирования по направляющей.

2.4.2 Механизм дозирования

Механизм дозирования показан ниже (Рисунок 2.4).



1 – основание; 2 – шкив шагового электродвигателя; 3 – плоскозубчатый ремень; 4 – каретка; 5 – прижим; 6 – шторка; 7 – корпус; 8 – фиксатор; 9 – направляющие; 10 – винт; 11 – резиновая шайба;12 – пластина; 13 – винт; 14 – оптоэлектронный датчик; 15 – отверстия для установки упора 6.278.004 (комплект ЗИП) при работе с микрошприцами 0.5 и 1.0 мкл (а) или 5 мкл (б).

Рисунок 2.4 – Механизм дозирования

При установке поршня микрошприца не затягивайте винт 13 с избыточным усилием.

Механизм дозирования содержит основание 1 с установленным на нем программно-управляемым шаговым электродвигателем, на валу которого установлен шкив 2, приводящий в движение плоскозубчатый ремень 3, преобразующий вращательное движение ротора двигателя в поступательное движение каретки 4, которая, в свою очередь, приводит в движение поршень микрошприца. Крепление поршня микрошприца и его фиксация в каретке 4 осуществляется упругой пластиной 12 и винтом 13.

Узел дозирования (или микрошприц) устанавливается в корпус 7 и с помощью прижима 5 крепится на основании 1; при этом игла микрошприца вводится в отверстия основания 1 и фиксатора 8, который закреплен на направляющих 9.

Для исключения контакта стеклянного корпуса микрошприца с металлическим корпусом 7 узел дозирования (или микрошприц) устанавливается в него через эластичную шайбу 11 толщиной 1 мм. Фиксатор 8 служит для защиты кончика иглы микрошприца от механических воздействий и обеспечения ее соосности с виалами и гайкой испарителя.

На каретке 4 имеется шторка 6. С помощью шторки и оптоэлектронного датчика положения поршня микрошприца 14 в блок управления вводится информация о стартовом положении поршня микрошприца (это положение соответствует "нулевому" объёму пробы в микрошприце).

2.4.3 Узел дозирования и микрошприцы

Следует иметь в виду, что конструкция шприцев и узлов дозирования, устанавливаемых в дозатор, допускает различный максимально допустимый уровень выхода плунжера из корпуса шприца. Чтобы избежать повреждения шприца убедитесь, что тип шприца, выбранного в программе, соответствует фактически установленному шприцу.

Следующие микрошприцы и узлы дозирования могут быть установлены в дозаторах 214.2.508.006(-03):

Type	**Объём, мкл**	**Обозначение Хроматэк**	**Кат.№ SGE**	**Кат.№ Hamilton**
Узел дозирования	10.0	4.464.114	-	-
Микрошприц	10.0	4.464.116	002821	80393
Микрошприц	5.0	–	001822	87993
Микрошприц	1.0	–	000610	80176
Микрошприц	0.5	–	000410	86276
Узел дозирования	100.0	4.464.084[1]	-	-
Узел дозирования	250.0	4.464.102[1]	-	-

[1]Узлы дозирования 4.464.084 и 4.464.102 совместимы только с дозатором 2.508.006-03.

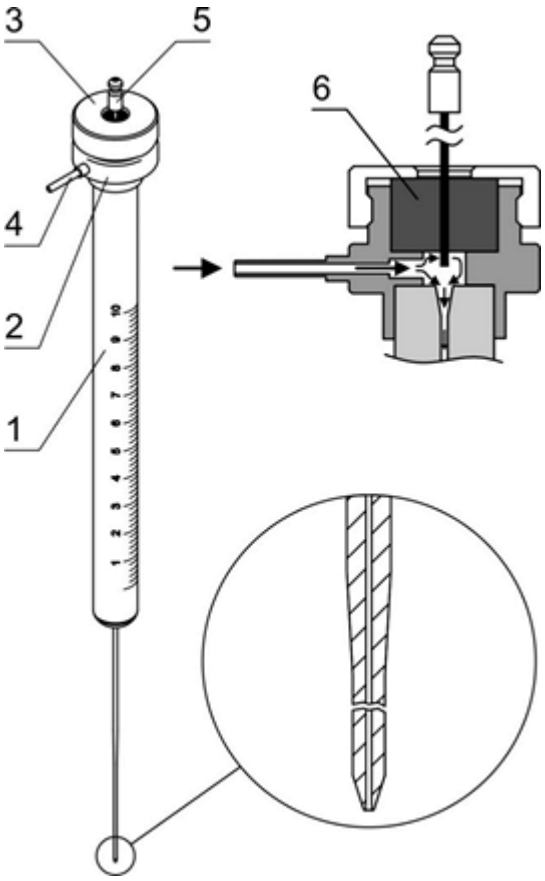
В дозаторе исполнения 214.2.508.006-03.01 используются только микрошприцы с размерами иглы 51 мм длина, 0.47мм наружный диаметр:

- Микрошприц 4.464.119, объёмом 10 мкл,
- Syringe 4.464.123, объёмом 5 мкл.

При использовании микрошприцев 0.5, 1.0, 5.0, 10.0 мкл, установите упор 6.278.004 из комплекта ЗИП, чтобы защитить плунжер от полного вывода из корпуса шприца (см. Рисунок 2.4 a, b – установка упора).

Узел дозирования 4.464.114 (Рисунок 2.5) содержит микрошприц 1 с фланцем 2. Фланец 2 имеет штуцер 4, через который в микрошприц (в режиме его промывки) вводится промывочная жидкость из узла промывки. Герметичность узла дозирования в режиме промывки обеспечивается фторопластовой втулкой 6, которая закреплена во фланце гайкой 3. Игла узла дозирования 4.464.114 имеет переменное сечение (размер 23/26s) для лучшей надежности.

Узел дозирования 6.464.114 может реализовать любой из режимов промывки: "из виалы" и "сверху". Режим промывки "Сверху" позволяет достигать лучших характеристик при работе шприца и продляет срок его службы благодаря полной промывке рабочих полостей корпуса шприца и иглы.



1 – микрошприц; 2 – фланец; 3 – гайка; 4 – штуцер; 5 – поршень, 6 – втулка.

Рисунок 2.5 – Узел дозирования 4.464.114

В случае возникновения затруднений с узлом дозирования при его эксплуатации следует обратиться в ремонтную службу предприятия-изготовителя, или его региональному представителю.

В режиме промывки "сверху" поршень микрошприца располагается во втулке 2 выше торца корпуса микрошприца.

Микрошприцы объёмом 0.5, 1.0, 5.0, 10.0 мкл коммерчески доступны от производителей SGE или Hamilton. Для микрошприцев доступна только промывка из виалы.

Типы микрошприцев, используемых в дозаторе, их основные размеры и предельные значения допустимого вылета поршня из корпуса каждого из них приведены ниже (

). Для микрошприцев 0.5 и 1.0 мкл – это размер H = 137 мм max, для микрошприцев 5 и 10 мкл H = 150 мм, для узла дозирования 4.464.114 – H = 172.5 мм.

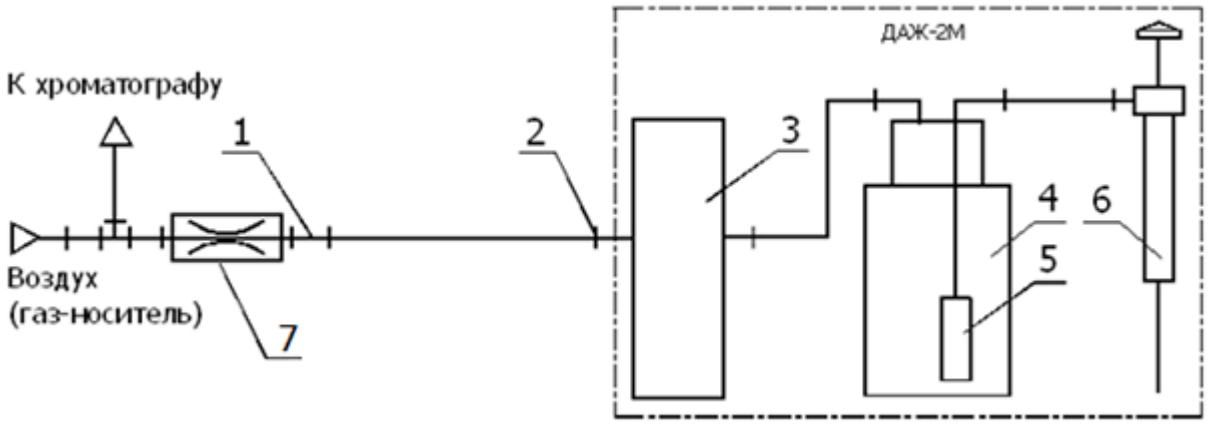
Процедура установки узла дозирования и микрошприцев объёмом до 10 мкл описана в разделах 4.2.1, 4.2.3.

Микрошприц объёмом 5.0 мкл имеет тонкий и длинный поршень, это требует повышенного внимания от оператора при его использовании, который должен создать условия для качественной промывки пары "цилиндр – поршень"; недопустимы даже незначительные затирания поршня в цилиндре.

Микрошприцы Hamilton 1710RN 100 мкл и Hamilton 1725RN 250 мкл – газоплотные, со сменной иглой – **предназначены для использования в дозаторе только в режиме отбора из виалы паровой фазы**, и ввода её в испаритель хроматографа.

2.4.4 Узел промывки

Узел промывки представляет собой стеклянный флакон емкостью 30 мл, заполненный промывочной жидкостью. Узел промывки используется только в режиме промывки сверху. Во флакон в режиме промывки через электропневмоклапан подается под давлением воздух или нейтральный газ (см. Рисунок 2.6). За счет этого давления промывочная жидкость вытесняется из флакона и по фторопластовому трубопроводу подается к штуцеру 4 узла дозирования (Рисунок 2.5). Если при этом торец поршня 6 поднят выше верхнего торца корпуса микрошприца (поршень в положении промывки, Рисунок 2.5), промывочная жидкость поступает в канал стеклянного корпуса микрошприца и через иглу сливается в виалу для промывочной жидкости, омывая при этом кончик поршня, канал микрошприца и канал иглы. Незначительное количество промывочной жидкости, появляющееся при этом в месте входа поршня во втулку, не является признаком неисправности узла дозирования.



1 – трубопровод 6.457.109; 2 – штуцер "Вход газ"; 3 – электропневмоклапан; 4 – флакон с промывочной жидкостью; 5 – фильтр 6.112.015; 6 – микрошприц узла дозирования; 7 – пневмосопротивление 5.150.015 или 5.150.015-02

Рисунок 2.6 – Схема подключения дозатора к источнику сжатого газа

Трубопровод 6.457.109 (сборка) содержит пневмосопротивление 5.150.015 (20 мл/мин при 100 кПа, Азот, с маркировкой "015") по умолчанию. Используйте эту сборку для подсоединения газовых линий при давлении 0.17 – 0.2 МПа (например, от компрессора Хроматэк). Замените пневмосопротивление в сборке на 5.150.015-02 (20 мл/мин при 400 кПа, Азот, с маркировкой "015-02"), если входное давление 0.4 – 0.6 МПа.

Узел промывки не устанавливается в дозаторы исполнения 214.2.508.006-03.01.

2.4.5 Привод механизма дозирования

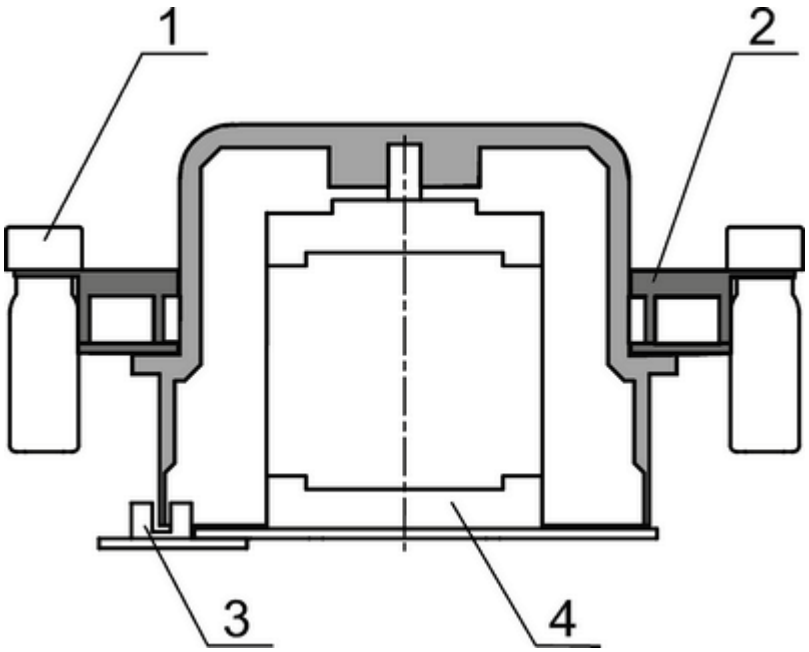
Привод механизма дозирования содержит шаговый электродвигатель, приводящий в движение плоскозубчатый ремень, связанный с механизмом дозирования. Положение механизма дозирования (верхнее, промежуточное и нижнее) контролируется оптоэлектронным датчиком 6 (Рисунок 2.1).

2.4.6 Кассета с приводом

Кассета с приводом (Рисунок 2.7) содержит 22 виалы 1, четыре из которых (A,B, C и D) – служебные (предназначены для слива промывочной жидкости или для организации промывки микрошприца из виал), остальные 18 – для анализируемых жидкостей (проб). Виалы установлены в кольцевой магазин 2, закрепленный на шаговом электродвигателе 4. Два оптоэлектронных датчика положения 3 служат для передачи информации о каждом из возможных положений кассеты в блок управления.

Кольцевой магазин на кассете может иметь три характерных позиции:

- позиция ввода пробы в испаритель хроматографа. В этой позиции кольцевой магазин занимает положение, не препятствующее передвижению механизма дозирования в нижнее положение;
- позиция промывки. Это одно из четырех возможных положений, при которых под иглой микрошприца узла дозирования расположена одна из виал для слива промывочной жидкости (или промывки, в случае реализации промывки микрошприца "из виалы");
- позиция отбора пробы. Это одно из 18 (или 20) возможных положений, при которых под иглой микрошприца располагается одна из виал с пробой.



1 – виала для проб (или слива промывочной жидкости, или организации промывки "из виал"); 2 – кольцевой магазин; 3 –оптоэлектронный датчик положения кассеты; 4 – шаговый электродвигатель.

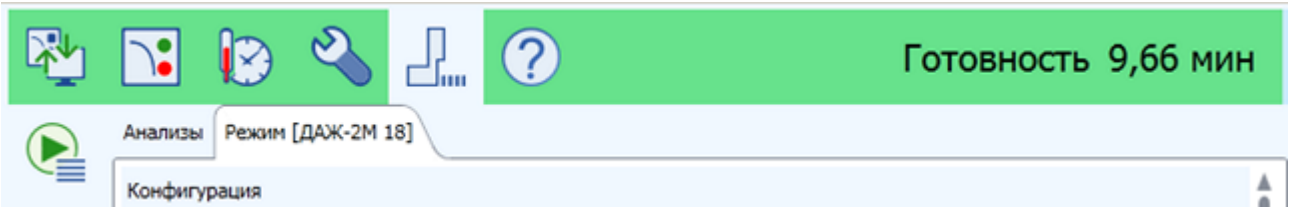
Рисунок 2.7 – Кассета

3 Режимы работы

Режим работы дозатора представляет собой набор этапов (команд), выполняемых последовательно.

Для задания режима работы дозатора в Панели управления на ПК выберите команду **Планировщик**:

А далее затем закладку режим [ДАЖ-2М]:



Рекомендуемые рабочие параметры дозатора приведены в разделе 4.3.

Все этапы в последовательности – по своему назначению – объединяются в следующие группы:

- Промывка микрошприца перед вводом пробы (включает последовательно промывку растворителем, промывку пробой, прокачку пробой)
- Отбор пробы
- Ввод пробы
- Промывка после ввода пробы (включает опционально промывку микрошприца растворителем, промывку лайнера)

Команды, отвечающие за выполнение промывки микрошприца (лайнера), могут быть как включены в последовательность, так и выключены из нее в соответствии с заданной программой.

3.1 Промывка растворителем перед набором пробы

3.1.1 Режим промывки "сверху"

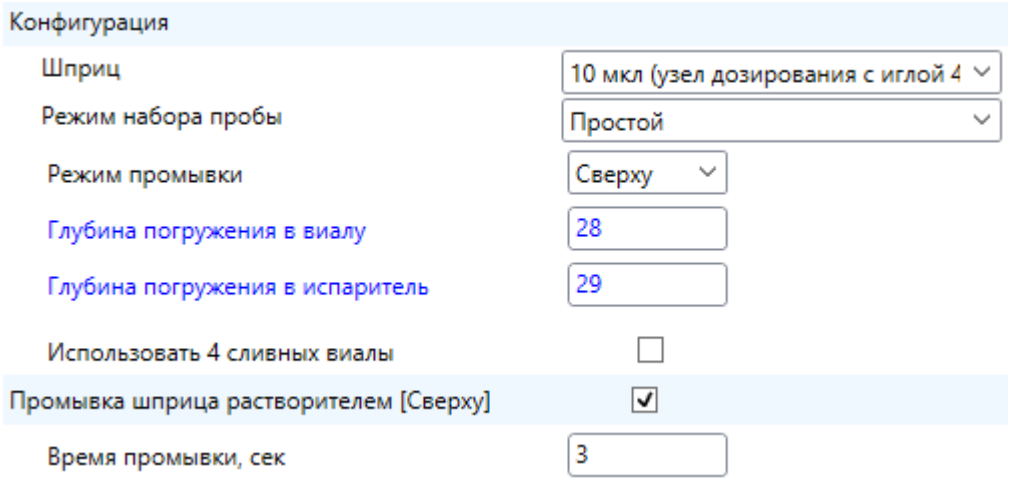
Данный режим доступен только для микрошприца объёмом 10 мкл узла дозирования.

Для режима промывки "сверху" предприятие-изготовитель рекомендует использовать в качестве растворителя спирт этиловый. Использование других растворителей может повлечь за собой выход из строя узла промывки (в частности деталей электропневмоклапана).

При необходимости применения каких-либо других растворителей, необходимо использовать режим промывки "из виалы".

Если в плане работы дозатора одновременно присутствуют режимы "Простой набор" и "Сэндвич с растворителем", не рекомендуется использовать режим промывки "сверху".

Рабочие параметры при "Промывке сверху":



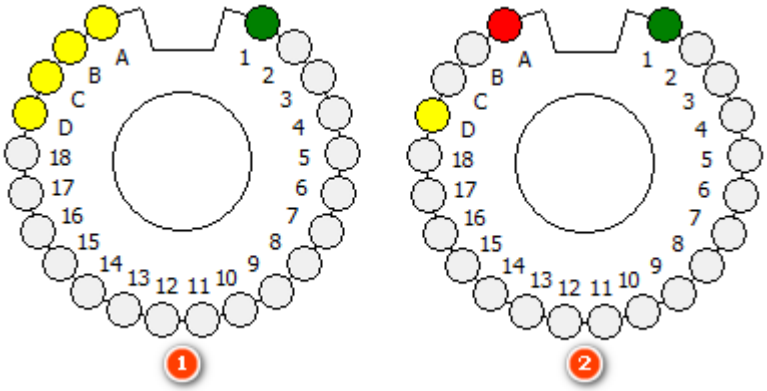
Режим промывки сверху доступен только при использовании узла дозирования. Установите Узел дозирования в дозатор и выберите тип шприца 10мкл (узел дозирования с иглой 43 мм).

Поставьте галочку "Использовать 4 сливных виалы" для всех методов набора пробы кроме "Сэндвич с растворителем". Это позволит сливать отработанную жидкость последовательно в каждую из 4 служебных виал как показано ниже, Рисунок 3.1(а).

Задайте время промывки, обычно 3-5 секунд.

В программе можно задать 2 опции промывки растворителем. Первая относится к промывке до ввода пробы, вторая – после ввода пробы.

Расположение сливных виал зависит от режима набора пробы (Рисунок 3.1).



1) – Сливные виалы располагаются в позициях A, B, C, D (набор пробы – "Простой", и другие кроме случая "б").

2) – Сливные виалы располагаются в позициях C и D (набор пробы – "Сэндвич с растворителем").

Рисунок 3.1 – Расположение сливных виал

Если в плане работы дозатора одновременно присутствуют режимы "Простой набор" и "Сэндвич с растворителем" и при этом функция "Использовать 4 сливных виалы" активна, дозатор может осуществить слив в виалу с растворителем или наоборот – отобрать "растворитель" из сливной виалы. Это некорректная настройка.

Во избежание такой ситуации рекомендуется при использовании режима "Сэндвич с растворителем" задавать тип промывки "Из виал" или отключить опцию использования 4 сливных виал.

Алгоритм промывки растворителем "сверху":

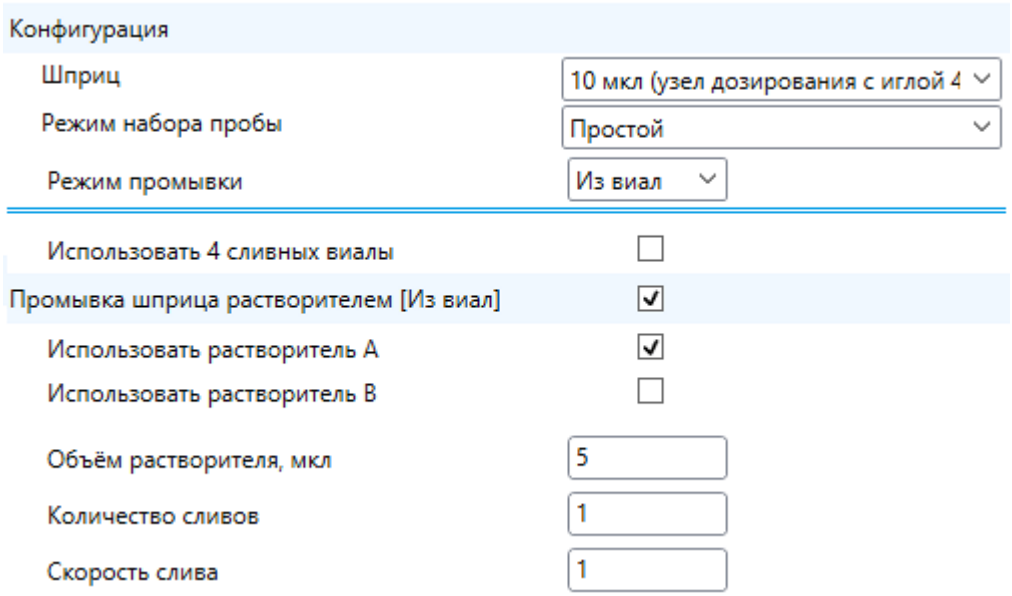
1. кассета перемещается в позицию промывки (игла микрошприца устанавливается над одной из виал слива промывочной жидкости);
2. игла микрошприца вводится в виалу для слива;
3. поршень микрошприца перемещается в положение промывки (нижний торец поршня располагается выше торца корпуса микрошприца);
4. электромагнитный клапан открывает доступ сжатому воздуху (или газу) во флакон с промывочной жидкостью, одновременно перекрывая канал, соединяющий полость флакона с атмосферой; промывочная жидкость под давлением поступает в микрошприц сверху;
5. через заданное время промывки электромагнитный клапан перекрывает доступ сжатого воздуха (или газа) во флакон, одновременно соединяя полость флакона с атмосферой; промывка прекращается;
6. поршень микрошприца опускается в исходное (крайнее нижнее) положение;
7. игла микрошприца выводится из виалы.

Рекомендуемое время промывки – от 3 до 10 с.

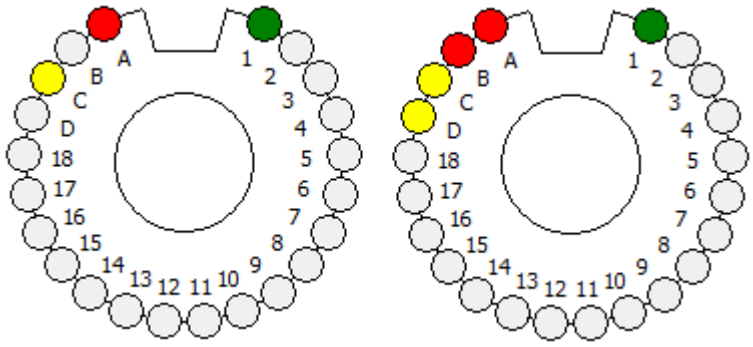
3.1.2 Режимы промывки "из виалы А" и "из виал А и В"

В этом режиме пользователь выбирает тип растворителя (А, В), задать объём растворителя и число циклов промывки (количество сливов). Возможно использование одного или двух растворителей.

Рабочие параметры промывки "из виал":



В диалоговом окне есть 2 опции промывки растворителем. Первая выполняется перед вводом пробы, вторая – после ввода пробы.



А и В – виалы с растворителем, Си D – виалы для слива.

Рисунок 3.2 – Расположение служебных виал при промывке "из виалы А" или "из виал А и В"

Алгоритм промывки из виалы А:

1. кассета перемещается в позицию А;
2. игла микрошприца вводится в виалу с растворителем (виала А) на заданную глубину погружения;

3. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее объёму вводимой пробы (не менее 30% общего объёма микрошприца);
4. игла микрошприца выводится из виалы;
5. кассета перемещается в позицию C или D;
6. игла микрошприца вводится в виалу для слива (виалы C или D);
7. поршень микрошприца перемещается в крайнее нижнее положение (выполняется слив растворителя);
8. игла микрошприца выводится из виалы;
9. действия по перечислениям 1-8 повторяются заданное оператором количество раз.

Режим "из виал A и B" предполагает проведение промывки микрошприца двумя различными растворителями.

Алгоритм промывки из виал A и B:

1. кассета перемещается в позицию A;
2. игла микрошприца вводится в виалу с растворителем (виала A) на заданную глубину погружения;
3. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее объёму вводимой пробы (не менее 30% общего объёма микрошприца);
4. игла микрошприца выводится из виалы;
5. кассета перемещается в позицию C или D;
6. игла микрошприца вводится в виалу для слива (виалы C или D);
7. поршень микрошприца перемещается в крайнее нижнее положение (выполняется слив растворителя);
8. игла микрошприца выводится из виалы;
9. действия по перечислениям 1-8 повторяются заданное количество раз;
10. кассета перемещается в позицию B;
11. игла микрошприца вводится в виалу с растворителем (виала B) на заданную глубину погружения;
12. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее объёму вводимой пробы (если заданный объём вводимой пробы меньше 30% объёма микрошприца, то независимо от этого объём отобранного растворителя будет равен 30% общего объёма микрошприца);
13. игла микрошприца выводится из виалы;
14. кассета перемещается в позицию C или D;
15. игла микрошприца вводится в виалу для слива (виалы C или D);
16. поршень микрошприца перемещается в крайнее нижнее положение (выполняется слив растворителя);
17. игла микрошприца выводится из виалы;
18. действия по перечислениям 10-17 повторяются заданное оператором количество раз.

Уровень опускания кончика иглы в виалы C или D – приблизительно на ¼ высоты виалы. Это Уровень опускания иглы выбран выше, чем при отборе пробы, во избежание попадания сливной промывочной жидкости на иглу.

Рекомендуемое количество сливов из одной виалы – не менее 3.

3.1.3 Режим прокачки воздухом микрошприцев 100 и 250 мкл

Режим прокачки воздухом используется в дозаторе 214.2.508.006-03 только с установленными шприцами 100 и 250 мкл.

Алгоритм:

1. кассета перемещается в позицию отбора из заданной виалы с пробой;
2. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму пробы (не менее 50% общего объёма микрошприца);
3. выполняется заданная задержка;
4. поршень микрошприца перемещается в крайнее нижнее положение;
5. действия по перечислениям 2-4 повторяются заданное оператором количество раз.

3.2 Промывка микрошприца пробой

Промывка микрошприца пробой не может быть выбрана, если тип набора пробы – "сэндвич", "сэндвич с растворителем" или "сэндвич с внутренним стандартом".

В данном режиме оператор задает количество отборов пробы, объём пробы при промывке и скорость слива. Рабочие параметры:



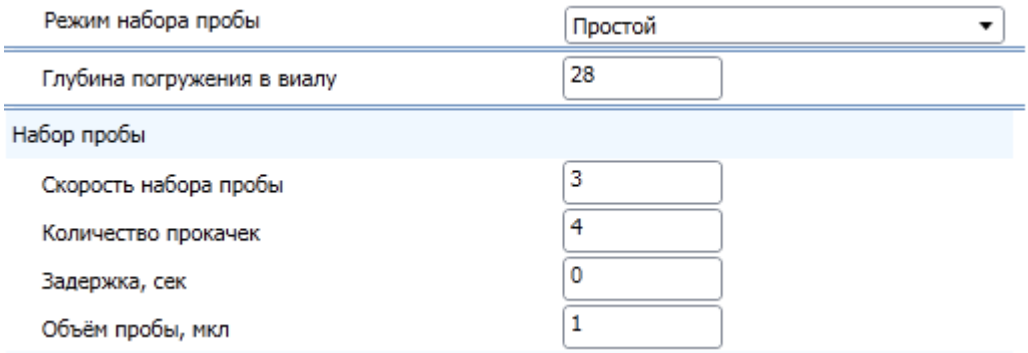
Алгоритм промывки пробой:

1. кассета перемещается в позицию отбора из заданной виалы с пробой;
2. игла микрошприца вводится в виалу с пробой на заданную глубину погружения;
3. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму пробы (не менее 50% общего объёма микрошприца);
4. игла микрошприца выводится из виалы;
5. кассета перемещается в позицию C или D;
6. игла микрошприца вводится в виалу для слива (виалы C или D);
7. поршень микрошприца перемещается в крайнее нижнее положение (выполняется слив пробы);
8. игла микрошприца выводится из виалы;
9. действия по перечислениям 1-8 повторяются заданное оператором количество раз.

3.3 Набор пробы

3.3.1 Алгоритм набора пробы "простой"

Рабочие параметры:



Настройте Глубину погружения иглы в виалу при необходимости.

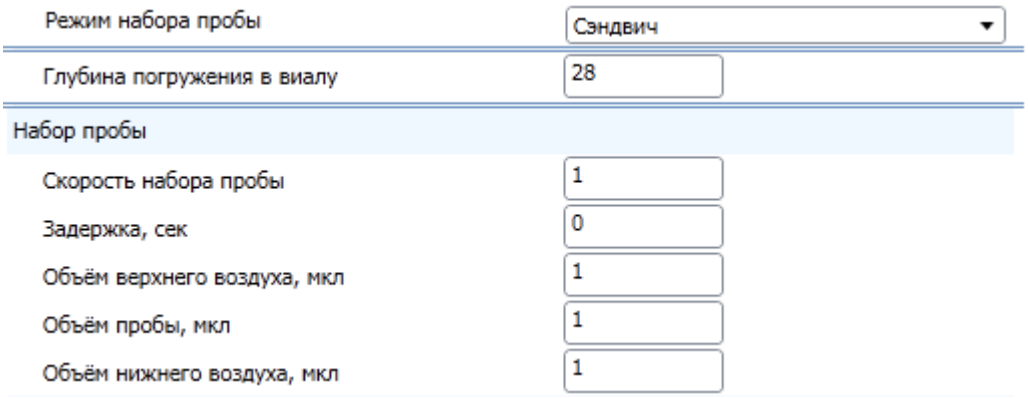
Используйте Задержку для вязких образцов, чтобы избежать кавитации (образования пузырьков между плунжером и пробой при отборе).

Описание алгоритма:

1. кассета перемещается в позицию отбора из заданной виалы с пробой;
2. игла микрошприца вводится в виалу с пробой на заданную глубину погружения;
3. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму;
4. выполняется заданная задержка;
5. поршень микрошприца перемещается в крайнее нижнее положение;
6. действия по перечислениям 3-5 повторяются заданное оператором количество раз (соответствующее количеству прокачек);
7. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму;
8. выполняется заданная задержка;
9. игла микрошприца выводится из виалы.

3.3.2 Алгоритм набора пробы "сэндвич"

Рабочие параметры:



Настройте Глубину погружения иглы в виалу при необходимости.

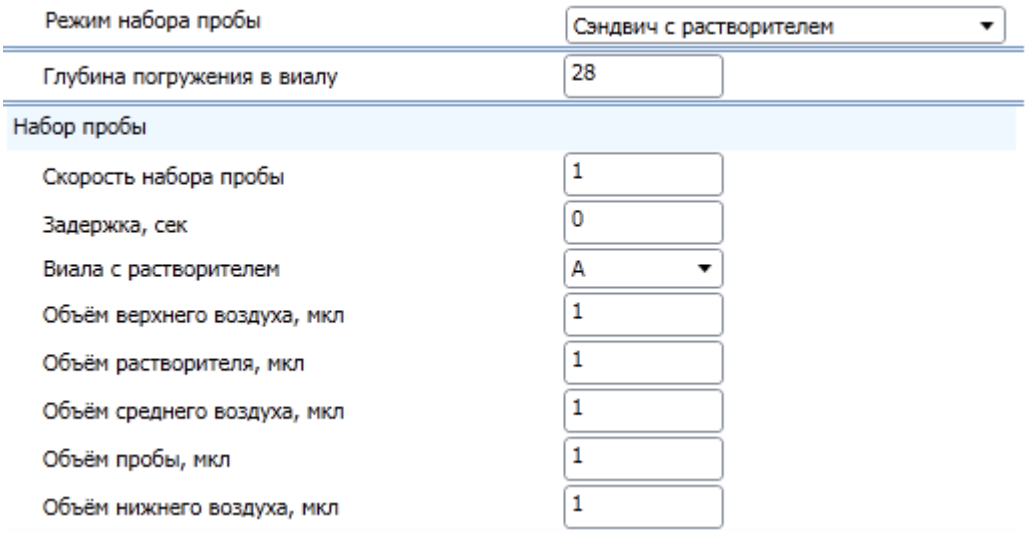
Здесь "средний воздух" – воздушная прослойка между поршнем и пробой, "нижний воздух" – воздушная прослойка между пробой и иглой.

Описание алгоритма:

1. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее заданному объёму среднего воздуха;
2. кассета перемещается в позицию отбора из заданной виалы с пробой;
3. игла микрошприца вводится в виалу с пробой на заданную глубину погружения;
4. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму пробы + объём среднего воздуха;
5. выполняется заданная задержка;
6. игла микрошприца выводится из виалы;
7. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее заданному объёму среднего воздуха + объём пробы + объём нижнего воздуха.

3.3.3 Алгоритм набора пробы "сэндвич с растворителем"

Рабочие параметры:



Виала с растворителем должна быть в позиции A или B, см. Рисунок 3.2.

Здесь "верхний воздух" – воздушная прослойка между поршнем и растворителем, "средний воздух" – воздушная прослойка между растворителем и пробой, "нижний воздух" – воздушная прослойка между пробой и иглой.

При реализации режима ввода пробы "сэндвич с растворителем" рекомендуется:

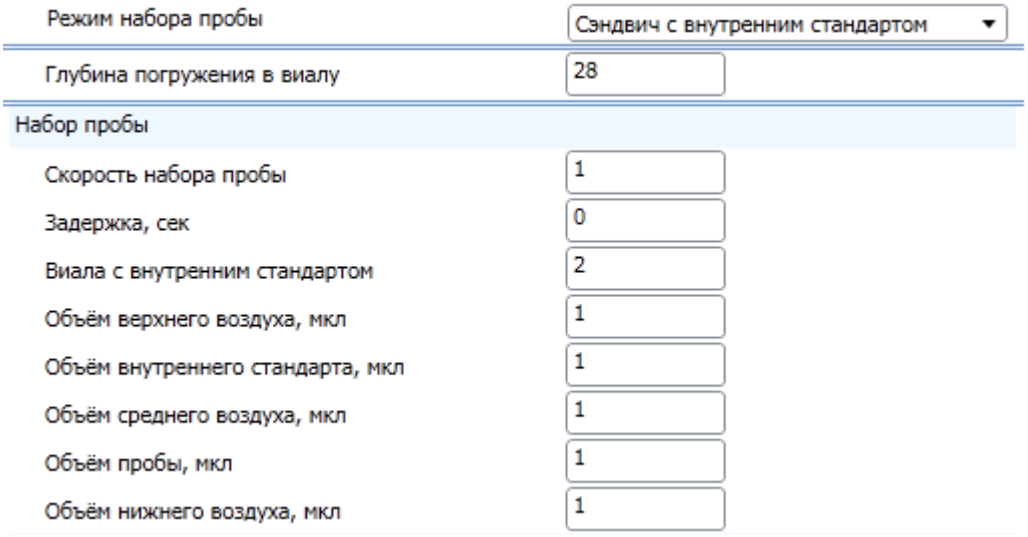
- значение скорости набора устанавливать равной 1;
- режим промывки микрошприца "из виалы".

Описание алгоритма:

1. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее заданному объёму верхнего воздуха;
2. кассета перемещается в позицию отбора растворителя (виала A или B);
3. игла микрошприца вводится в виалу с растворителем на заданную глубину погружения;
4. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму растворителя + объём верхнего воздуха;
5. выполняется заданная задержка;
6. игла микрошприца выводится из виалы;
7. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее заданному объёму верхнего воздуха + объём растворителя + объём среднего воздуха;
8. кассета перемещается в позицию отбора из заданной виалы с пробой;
9. игла микрошприца вводится в виалу с пробой на заданную глубину погружения;
10. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму верхнего воздуха + объём растворителя + объём среднего воздуха + объём пробы;
11. игла микрошприца выводится из виалы;
12. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму верхнего воздуха + объём растворителя + объём среднего воздуха + объём пробы + объём нижнего воздуха.

3.3.4 Алгоритм набора пробы "сэндвич с внутренним стандартом"

Рабочие параметры:



Виала с внутренним стандартом должна быть в одной из позиций пробы (1 … 18).

Здесь "верхний воздух" – воздушная прослойка между поршнем и внутренним стандартом, "средний воздух" – воздушная прослойка между внутренним стандартом и пробой, "нижний воздух" – воздушная прослойка между пробой и иглой.

При реализации режима ввода пробы "сэндвич с растворителем" рекомендуется:

- значение скорости набора устанавливать равной 1;
- режим промывки микрошприца "из виалы".

Описание алгоритма:

1. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее заданному объёму верхнего воздуха;
2. кассета перемещается в позицию отбора внутреннего стандарта (заданная виала с внутренним стандартом);
3. игла микрошприца вводится в виалу с внутренним стандартом на заданную глубину погружения;
4. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму внутреннего стандарта + объём верхнего воздуха;
5. выполняется заданная задержка;
6. игла микрошприца выводится из виалы;
7. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее заданному объёму верхнего воздуха + объём внутреннего стандарта+ объём среднего воздуха;
8. кассета перемещается в позицию отбора из заданной виалы с пробой;
9. игла микрошприца вводится в виалу с пробой на заданную глубину погружения;
10. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму верхнего воздуха + объём внутреннего стандарта+ объём среднего воздуха + объём пробы;
11. игла микрошприца выводится из виалы;

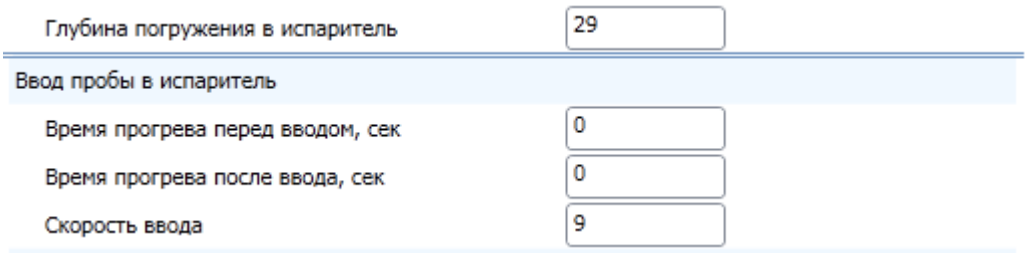
12. поршень микрошприца с заданной скоростью перемещается в положение, соответствующее заданному объёму верхнего воздуха + объём внутреннего стандарта + объём среднего воздуха + объём пробы + объём нижнего воздуха.

3.4 Ввод пробы в испаритель

3.4.1 Стандартный ввод пробы

Ввод пробы реализуется после набора в испаритель.

Рабочие параметры:



Задайте задержку перед вводом для прогрева иглы шприца в испарителе перед вводом (впрыском) пробы.

Задайте задержку после ввода для прогрева иглы шприца в испарителе после ввода.

Если задержка после ввода не используется, задайте скорость ввода 9, чтобы максимально быстро ввести пробу в испаритель.

Описание алгоритма:

1. кассета перемещается в нулевую позицию;
2. игла микрошприца вводится в испаритель на заданную глубину;
3. осуществляется заданная задержка перед вводом пробы;
4. поршень микрошприца перемещается в крайнее нижнее положение (выполняется ввод пробы);
5. осуществляется заданная задержка после ввода пробы;
6. игла микрошприца выводится из испарителя.

Объём пробы задается в параметрах Набора пробы.

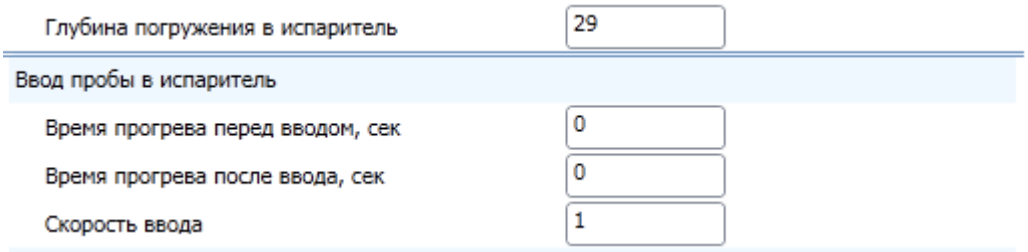
Если время прогрева иглы перед вводом и после ввода пробы (задержка иглы в испарителе) равно нулю, максимальное время нахождения иглы в испарителе не превышает 0.1 с. При этом соблюдается условие корректного ввода пробы.

3.4.2 Многократный ввод

Объём пробы задается в параметрах Набора пробы.

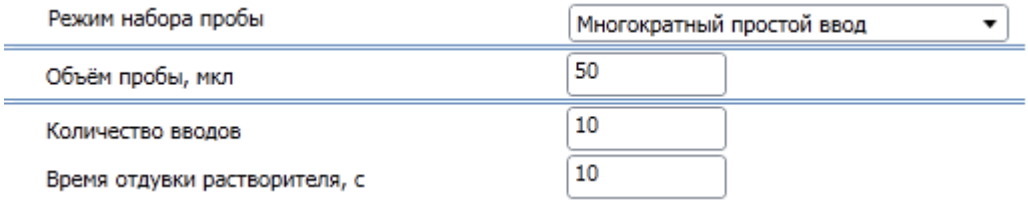
Техника многократного ввода обычно сочетается с алгоритмом ввода больших объёмов с отдувкой растворителя (Large volume injection) в программируемый испаритель. Этот алгоритм предполагает несколько последовательных вводов в холодный испаритель, при этом легко летучий растворитель испаряется и выводится из камеры испарения в течение "Времени отдувки растворителя" после каждого ввода в то время, как анализируемые компоненты фокусируются и накапливаются в камере испарения. После последнего ввода хроматограф переходит в этап "Анализ". Алгоритмы работы дозатора в каждом отдельном вводе при выполнении Многократного ввода аналогичный описанному выше в разделе 3.4.1.

При задании параметров для Многократного ввода, задайте параметры для стандартного ввода:



Задайте минимальную скорость ввода (1), для плавного испарения растворителя.

Затем задайте рабочие параметры Многократного ввода:



Объём пробы здесь обозначает **Общий объём пробы** (суммарный при многократном вводе). Разделите Общий **Объём пробы** на **Количество вводов** чтобы получить **Объём пробы при одной инжекции**. Значение не должно превышать объём шприца.

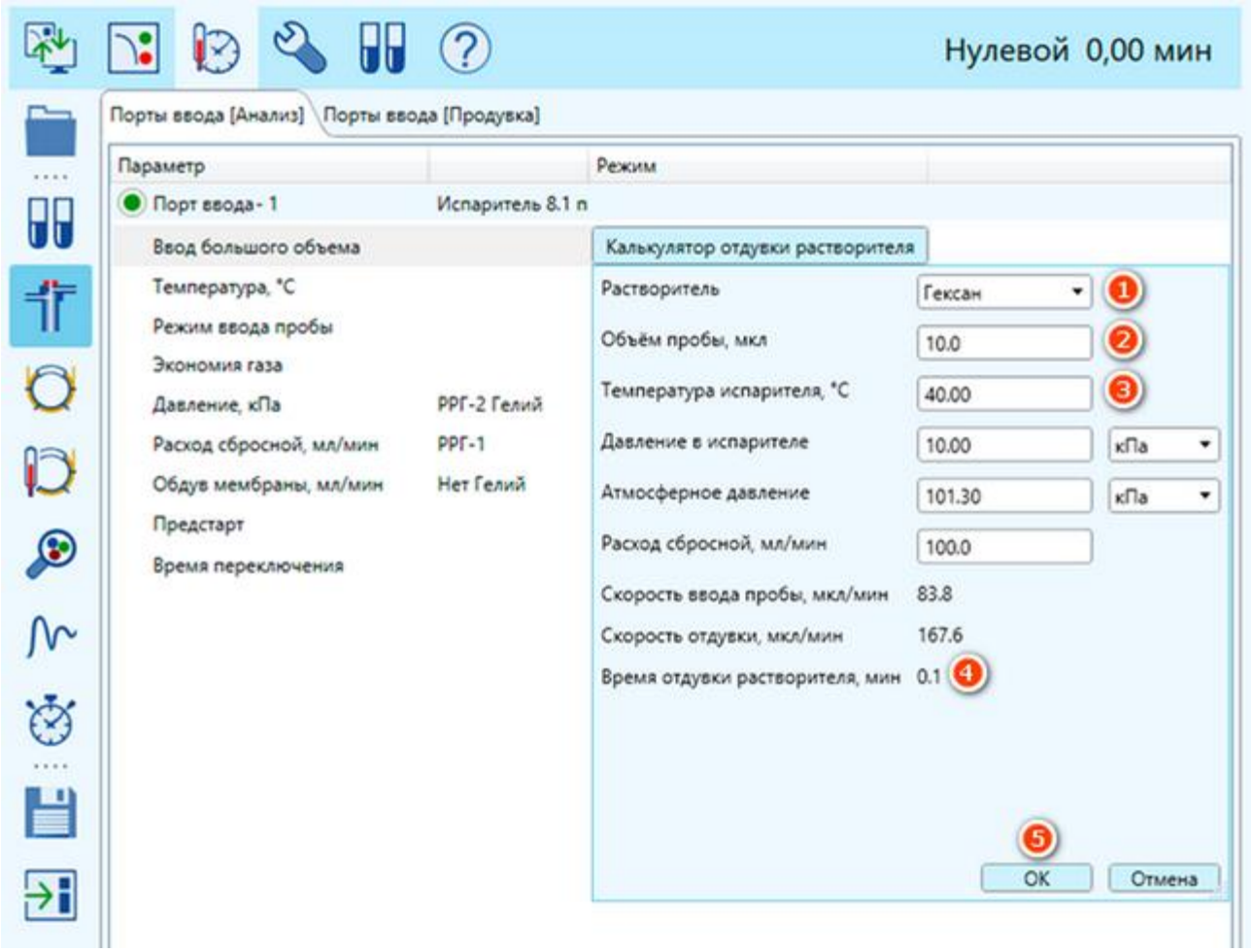
Пример: 50 мкл объёма пробы в 10 вводах дадут ввод 10 раз по 5 мкл в каждом вводе.

Время отдувки растворителя должно быть задано правильно в соответствии со скоростью испарения растворителя между вводами. Используйте **Калькулятор отдувки растворителя** при задании параметров испарителя (Порт ввода) для ГХ метода:

Для расчета времени отдувки растворителя нажмите кнопку **Калькулятор отдувки растворителя** в параметрах испарителя.

1. Выберите тип растворителя;
2. Задайте объём пробы для одной инжекции. Разделите Общий **Объём пробы** на **Количество вводов** в режиме ДАЖ для правильного расчета;
3. Задайте значения Температуры испарителя, Давления в испарителе, Атмосферное давление и Расход сбросной. Настройте параметры таким образом чтобы **Время отдувки растворителя** было в диапазоне 0.1 – 0.3 мин (6 – 18 сек.);

4. Запомните рассчитанное **Время отдувки растворителя**, чтобы задать его вручную в Режиме дозатора.
5. После того как все параметры заданы, нажмите ОК. Рабочие параметры ГХ перенесутся в ГХ-метод по умолчанию автоматически.



Примечание: Максимальная температура программируемого испарителя в ГХ методе задана равной 250°C. Измените это значение согласно используемой методике анализа при необходимости.

3.5 Промывка растворителем после ввода пробы

Данная процедура выполняется аналогично действиям, описанным в разделе 3.1.

При использовании микрошприцев объёмом 100 и 250 мкл прокачка воздухом на данном этапе выполняется всегда, и не может быть отключена.

3.6 Промывка лайнера

При проведении хроматографических анализов компоненты вводимой пробы (особенно тяжелые), могут оседать на стекловолокне набивки лайнера испарителя, постепенно загрязняя эту набивку, и искажая результаты анализов. Эффекта постепенного загрязнения набивки лайнера испарителя можно в значительной мере избежать, применяя режим промывки лайнера. При этом срок службы набивки лайнера увеличивается.

Промывка лайнера осуществляется либо после завершения каждого анализа, либо через их определенное количество.

Алгоритм промывки лайнера:

1. кассета перемещается в позицию отбора промывочной жидкости из заданной виалы (A или B);
2. игла микрошприца вводится в виалу на заданную глубину;
3. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее заданному объёму промывочной жидкости;
4. осуществляется заданная задержка;
5. игла микрошприца выводится из виалы;
6. кассета перемещается в позицию C либо в позицию D (слив);
7. игла микрошприца вводится в виалу;
8. поршень микрошприца опускается в нижнее положение (выполняется слив промывочной жидкости);
9. игла микрошприца выводится из виалы;
10. кассета перемещается в позицию отбора промывочной жидкости из заданной виалы (A или B);
11. игла микрошприца вводится в виалу на заданную глубину;
12. поршень микрошприца перемещается в положение, соответствующее заданному объёму промывочной жидкости;
13. осуществляется заданная задержка;
14. игла микрошприца выводится из виалы;
15. кассета перемещается в нулевую позицию;
16. игла микрошприца вводится в испаритель на заданную глубину;
17. поршень микрошприца опускается в нижнее положение (промывочная жидкость вводится в испаритель);
18. игла микрошприца выводится из испарителя.

При анализе спиртосодержащих жидкостей (ССЖ) промывку лайнера возможно осуществлять бидистиллированной водой, объёмом до 5 мкл после каждого рабочего анализа.

4 Использование по назначению

4.1 Подготовка к работе

Все действия по подготовке дозатора к работе следует выполнять при отключенных от электросети дозаторе и хроматографе. Газовые магистрали должны быть перекрыты.

4.1.1 Установка гайки и мембраны испарителя хроматографа

Перед началом использования дозатора необходимо выполнить следующие действия:

- снять гайку-радиатор с испарителя хроматографа;
- вместо снятой гайки на испаритель навернуть специальную гайку 6.482.011 или 6.482.011-01 (см. комплект ЗИП), с **новой** мембраной **OV Grey Septa** (или аналогичной) – из комплекта ЗИП.





Гайка 6.482.011 (1) и мембрана (2). Показана нижняя часть гайки, подключаемая к испарителю.

Гайка установлена на испарителе. Септа размещается под гайкой.

Порядок затяжки гайки 6.482.011 (или 6.482.011-01) с новой мембраной **OV Grey Septa** на испаритель капиллярный, следующий:

- навернуть гайку до устранения люфта в резьбовом соединении;
- произвести предварительную затяжку гайки поворотом ее по часовой стрелке на угол 270 градусов, при этом происходит **значительная** деформация материала мембраны (силиконовая резина); соблюдая эти условия можно считать герметичным соединение пары "адаптер – мембрана", **при условии герметичности других элементов тракта;**
- для капиллярного испарителя задать параметры газа-носителя (давление, скорость или поток) и сброса пробы, и произвести тестирование тракта испарителя, фиксируя на дисплее хроматографа измеренные величины расходов газа-носителя и газа по линии сброса; числовое значение разности указанных расходов принимается за состояние герметичности тракта испарителя с неповрежденной мембраной;
- ослабить гайку до появления люфта в резьбовом соединении, затем навернуть ее на испаритель до устранения этого люфта;
- произвести предварительную затяжку гайки поворотом ее по часовой стрелке на угол от 60 до 90 градусов, при этом **незначительно** деформируется материал мембраны;
- произвести однократный прокол мембраны иглой 6.054.005 (из комплекта ЗИП), ориентированной вдоль оси испарителя;

- произвести тестирование тракта испарителя, фиксируя величины расходов входного газа-носителя и сбросного потока; неизменность числового значения разности указанных расходов свидетельствует о герметичности тракта испарителя с проколотой мембраной, увеличение его более чем на 0,1мл/мин – о наличии негерметичности мембраны, т.е. о появлении дополнительного расхода газа через нее;
- незначительным поворотом гайки зафиксировать такое ее положение, при котором сохраняется герметичность тракта при минимальной ее затяжке.

4.1.2 Контроль герметичности испарителя

Для проверки герметичности мембраны оценивается разница измеренных значений расходов газов в программе "Панель управления" – оператор оценивает значение параметра **Расход суммарный** для интересующего порта ввода. Оно не должно превышать значение параметра **Расход допустимый** (Рисунок 4.1).

Оператор оценивает разницу расходов после установки новой мембраны.

Испаритель герметичен, если разница расходов между входным и сбросным газом на этапе "Готовность" не превышает значения, зафиксированного для новой мембраны в одинаковых условиях работы хроматографа.

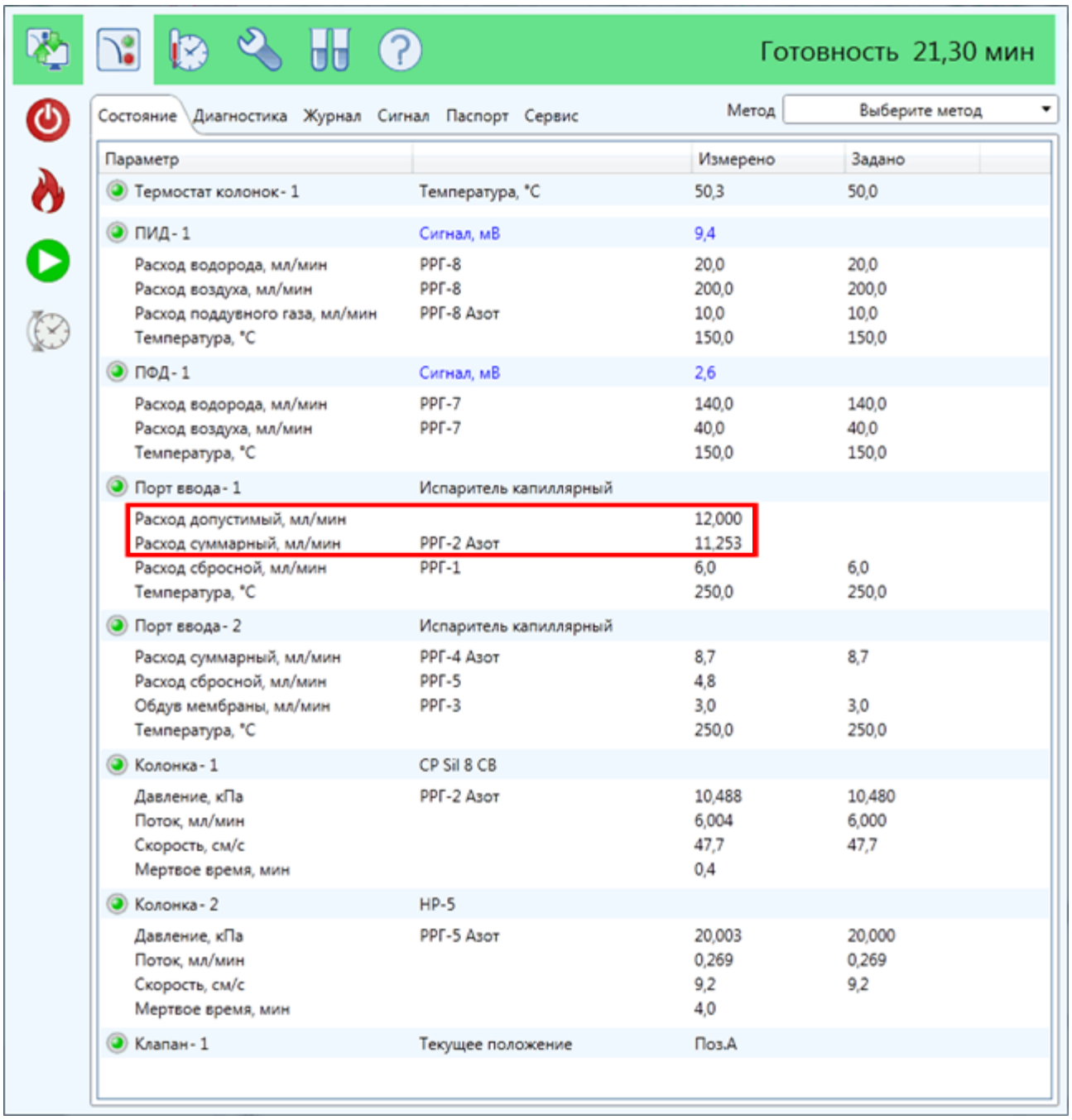
В процессе работы необходимо регулярно (ориентировочно через 30–40 проколов мембраны) контролировать состояние герметичности тракта испарителя капиллярного согласно описанной выше методике.

При появлении негерметичности тракта, превышающей 0,1 мл/мин, необходимо восстановить герметичность затяжкой гайки, поворотом ее по часовой стрелке на угол приблизительно 30 градусов.

Так поступают всякий раз при появлении негерметичности, до механического предела закручивания гайки.

Ресурс мембраны при соблюдении описанных рекомендаций – не менее 200 проколов (может доходить до нескольких тысяч).

Во избежание поломки иглы микрошприца и сокращения ресурса мембраны испарителя затяжку гайки производить минимальным усилием, обеспечивающим герметичность тракта испарителя.



Параметр		Измерено	Задано
Термостат колонок - 1	Температура, °С	50,3	50,0
ПИД - 1	Сигнал, мВ	9,4	
Расход водорода, мл/мин	РРГ-8	20,0	20,0
Расход воздуха, мл/мин	РРГ-8	200,0	200,0
Расход поддувного газа, мл/мин	РРГ-8 Азот	10,0	10,0
Температура, °С		150,0	150,0
ПФД - 1	Сигнал, мВ	2,6	
Расход водорода, мл/мин	РРГ-7	140,0	140,0
Расход воздуха, мл/мин	РРГ-7	40,0	40,0
Температура, °С		150,0	150,0
Порт ввода - 1	Испаритель капиллярный		
Расход допустимый, мл/мин		12,000	
Расход суммарный, мл/мин	РРГ-2 Азот	11,253	
Расход сбросной, мл/мин	РРГ-1	6,0	6,0
Температура, °С		250,0	250,0
Порт ввода - 2	Испаритель капиллярный		
Расход суммарный, мл/мин	РРГ-4 Азот	8,7	8,7
Расход сбросной, мл/мин	РРГ-5	4,8	
Обдув мембраны, мл/мин	РРГ-3	3,0	3,0
Температура, °С		250,0	250,0
Колонка - 1	CP Sil 8 CB		
Давление, кПа	РРГ-2 Азот	10,488	10,480
Поток, мл/мин		6,004	6,000
Скорость, см/с		47,7	47,7
Мертвое время, мин		0,4	
Колонка - 2	HP-5		
Давление, кПа	РРГ-5 Азот	20,003	20,000
Поток, мл/мин		0,269	0,269
Скорость, см/с		9,2	9,2
Мертвое время, мин		4,0	
Клапан - 1	Текущее положение	Поз.А	

Рисунок 4.1 – Определение герметичности мембраны испарителя в ПМЗ

При чрезмерной затяжке гайки испарителя (сильном сжатии мембраны) и использовании микрошприца с деформированной иглой ресурс мембраны может снизиться до 5 проколов.

Ресурс мембраны испарителя может быть увеличен, если при замене лайнера снимается адаптер с установленной на него гайкой (отвинчивается только нижняя гайка – крепление адаптера), поскольку при такой операции не нарушается регулировка герметичности пары "адаптер – мембрана".

4.1.3 Установка дозатора на хроматографе

После установки гайки 6.482.011 (или 6.482.011-01) следует выполнить следующие действия:

- Установить дозатор на хроматограф таким образом, чтобы установленная на испаритель гайка своим насадочным пояском вошла в отверстие основания дозатора, при этом должен прослушиваться щелчок от срабатывания микровыключателя блокировки.
- При необходимости отрегулировать положение ножек (поз. 10, Рисунок 2.1) для обеспечения параллельности торца гайки и основания дозатора, после чего зафиксировать положение ножек контргайками (поз. 12, Рисунок 2.1).



При установке дозатора язычок микровыключателя блокировки сдвигается вверх, таким образом, идентифицируется корректная установка дозатора на испаритель ГХ.

Вертикальность расположения дозатора достигается регулировкой ножек, расположенных по сторонам в задней части корпуса дозатора.



- Переместить универсальный винт из транспортного положения (Рисунок 2.3а) в рабочее (Рисунок 2.3б).
- Установить узел дозирования 4.464.114 (или микрошприц) в соответствии с требованиями подраздела 0 настоящего РЭ.
- Проверить **вручную** прохождение иглы микрошприца дозатора через мембрану испарителя; для этого, удерживая рукой винт (Рисунок 2.3б), плавно переместить механизм дозирования до контакта иглы микрошприца с мембраной, **осторожно** ввести иглу микрошприца через мембрану в испаритель, затем переместить механизм дозирования вверх.




Проверка ввода микрошприца в испаритель вручную. Плавно переместить механизм дозирования с помощью винта на задней стороне "башни" дозатора.

Прохождение иглы через мембрану должно быть легким, но не нарушающим герметичность испарителя.

После этого повторно проверить герметичность мембраны и тракта испарителя в целом по описанной выше методике.

4.1.4 Подключения кабелей и трубопроводов

Разъемы и штуцеры для подключения к дозатору – Рисунок 2.2.

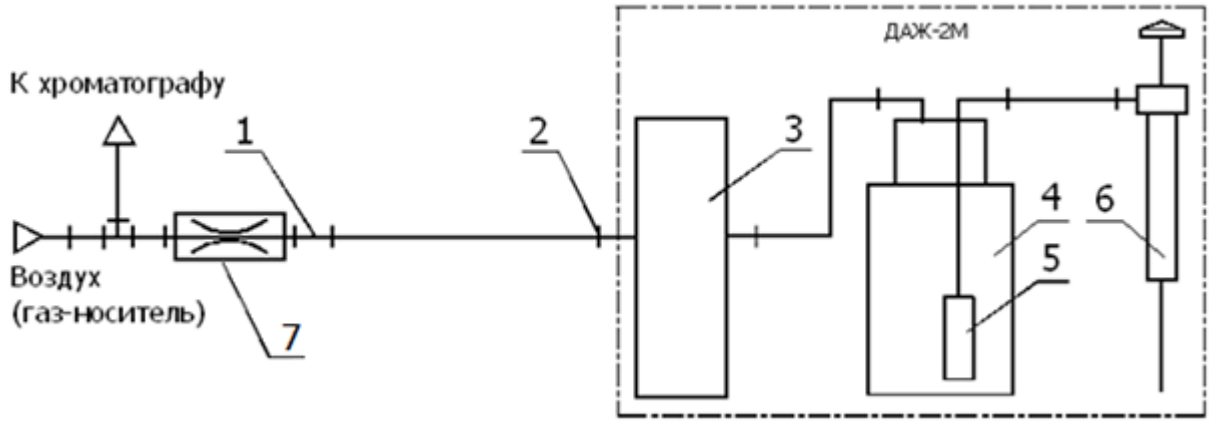
Подключение электрических кабелей:

- Провести заземление дозатора с помощью кабеля 6.644.056 если необходимо.
- С помощью кабеля RS-232-25/25 SCB-139 подключить дозатор к разъему "АД" (или "AUX") хроматографа;
- с помощью сетевого шнура типа SCZ-1 подключить дозатор к электрической сети.

Подключение газовых линий:

Подключение газовых линий необходимо только при использовании узла дозирования в сочетании с режимом промывки сверху.

- Если используется промывка сверху, установить узел промывки 6.457.211 (из комплекта ЗИП), подключить трубопроводы как показано на рисунках (Рисунок 2.1, Рисунок 4.2),
- с помощью трубопровода 6.457.109 из комплекта ЗИП подключить дозатор к линии сжатого воздуха (или газа) согласно схеме (Рисунок 4.2). Использовать пневмосопротивление 5.150.015 (20 мл/мин при 100 кПа, Азот, с маркировкой "015") при давлении 0.17 – 0.2 MPa (например, от компрессора Хроматэк); или использовать пневмосопротивление 5.150.015-02 (20 мл/мин при 400 кПа, Азот, с маркировкой "015-02"), если входное давление 0.4 – 0.6 МПа. При этом конец трубопровода с тройником и пневмосопротивлением присоединяют к линии сжатого воздуха (или газа-носителя);



1 – трубопровод 6.457.109; 2 – штуцер "Вход газ"; 3 – электропневмоклапан; 4 – флакон с промывочной жидкостью; 5 – фильтр 6.112.015; 6 – микрошприц узла дозирования; 7 – пневмосопротивление 5.150.015 или 5.150.015-02

Рисунок 4.2 – Схема подключения дозатора к источнику сжатого газа

4.1.5 Загрузка виал

Виалы и флакон для растворителя должны быть тщательно промыты и высушены.

Для улучшения повторяемости результатов из одной виалы и снижения потерь пробы из-за испарения из виалы в серии анализов рекомендуется установить вставку 8.214.061 из комплекта ЗИП в крышку виалы над септой.

- Заполнить виалы для проб анализируемыми жидкостями;
- установить виалы в кольцевой магазин кассеты;
- при промывке сверху заполнить флакон узла промывки чистым растворителем. Флакон герметично закрыть пробкой;
- при промывке из виал: заполнить виалы А и В чистым растворителем.

4.1.6 Включение дозатора

Включить электропитание дозатора и хроматографа (можно в произвольном порядке). При включении дозатора высвечиваются в прерывистом режиме два индикатора: "Связь" и "Режим".

Прерывистое свечение индикатора "Связь" переходит в непрерывное в момент установления связи дозатора с хроматографом, а индикатора "Режим" – с момента задания методики (программы работы) дозатора.

Распознавание дозатора программой "Хроматэк Аналитик" происходит автоматически – появляется диалог управления режимом работы дозатора.

4.2 Установка и снятие узлов дозирования и микрошприцев

Ввод жидкого образца (пробы) в испаритель газовых хроматографов серии "Кристалл" осуществляется при помощи микрошприцев Hamilton, SGE и SGE-Chromatec.

Использование микрошприцев по назначению:

- SGE или Hamilton – в качестве рабочего (ручной или автоматический ввод);
- SGE-Chromatec – в качестве рабочего и поверочного (ручной ввод пробы).

В состоянии поставки ЗИП дозатора укомплектован шприцами или узлами дозирования согласно Паспорту (раздел Комплектность).

4.2.1 Установка узла дозирования

Для установки узла дозирования необходимо выполнить следующие операции:

- каретка 4 механизма дозирования (Рисунок 2.4) должна быть установлена на 5–6 см вверх от её нижнего положения, а гайка 13 отвернута на 1–2 оборота. При этом между упругой пластиной 12 и корпусом каретки появляется зазор для грибка поршня микрошприца;
- прижим 5 переместить вверх до упора, зафиксировать его в этом положении винтом 10;
- узел дозирования установить в посадочное место (Рисунок 2.4), движением от себя – вниз, при этом игла микрошприца должна быть установлена в отверстия корпуса 7 и фиксатора 8, а поршень – задвинут до упора в стеклянный корпус. Следует убедиться, что шайба 11 установлена под корпусом микрошприца, а шайба 214.8.685.173 (из комплекта узла дозирования) установлена на фланец узла дозирования для устранения его поворота при работе (Рисунок 4.3);

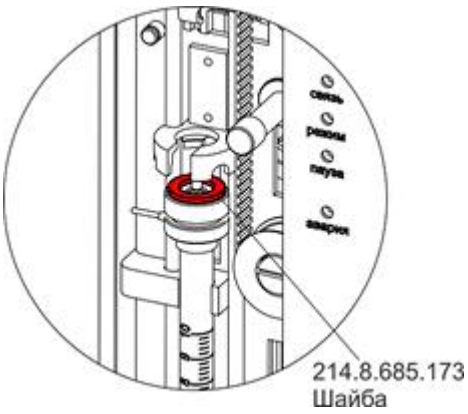


Рисунок 4.3 – Шайба 214.8.685.173 на фланце узла дозирования

- прижим 5 переместить вниз до упора и зафиксировать его в этом положении винтом 10. При закреплении прижима 5 следует фиксировать усилие прижима таким образом, чтобы шприц не проворачивался при незначительном усилии (Рисунок 2.4);
- каретку 4 переместить в нижнее положение, при этом грибок поршня микрошприца установится в зазор между упругой пластиной 12 и корпусом каретки;
- закрепить грибок поршня микрошприца в корпусе каретки гайкой 13, не прикладывая при этом чрезмерных усилий;
- соблюдая осторожность, присоединить трубопровод подвода промывочной жидкости от к штуцеру узла дозирования;
- вручную, соблюдая осторожность, переместить каретку 4 из нижнего положения до упора вверх и обратно для проверки усилия перемещения поршня микрошприца в стеклянном корпусе. При обнаружении признаков затирания узел дозирования снять с дозатора и заменить его на исправный из комплекта ЗИП. Снятый узел дозирования подлежит восстановлению либо потребителем – в соответствии с рекомендациями, изложенными в разделе 0 настоящего РЭ, либо направлен на предприятие-изготовитель для выполнения таких работ на платной основе, независимо от времени эксплуатации дозатора.

После установки узла дозирования в дозатор, следует проверить и при необходимости настроить положение поршня согласно разделу 4.2.2.

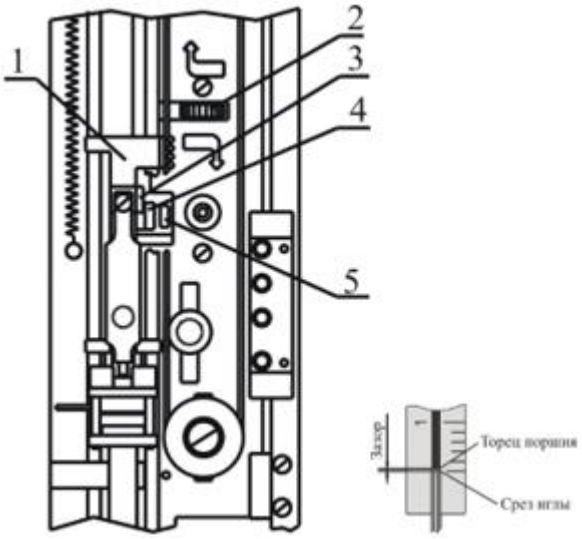
4.2.2 Настройка положения поршня

После установки узла дозирования (или микрошприца) необходимо произвести регулировку оптоэлектронного датчика положения поршня микрошприца. Для этого каретку 1 (Рисунок 4.4) с закрепленным в ней грибком поршня микрошприца перемещают в нижнее положение – до соприкосновения поршня микрошприца со срезом его иглы, а затем каретку 1 незначительно перемещают вверх, до появления видимого на просвет зазора между срезом иглы и торцом поршня. Величина этого зазора влияет на воспроизводимость и точность анализа: больше зазор – меньше точность, и наоборот (Рисунок 4.4). Затем, вращая винт 2, перемещают плату с установленным на ней оптоэлектронным датчиком 4 в небольших

пределах вверх – вниз до такого положения, при котором включается светодиод 5 (вращение винта 2 справа налево – плата с датчиком перемещается вверх, и наоборот).

В процессе описанной выше регулировки возможны еще 2 ситуации:

- большой зазор, эквивалентный 0,2-0,5 мкл (для микрошприца 10 мкл) – датчик расположен слишком высоко, результат – меньше точность анализа;
- зазор отсутствует – датчик расположен слишком низко (не включается светодиод), результат – работа дозатора невозможна, а на дисплее хроматографа высвечивается сообщение "Ошибка датчика поршня микрошприца".



1 – каретка; 2 – винт перемещения платы; 3 – шторка; 4 – оптоэлектронный датчик; 5 – светодиод.

Рисунок 4.4 – Регулировка положения поршня

4.2.3 Установка микрошприца

Перед началом установки микрошприцев 0.5, 1.0, 5.0, 10.0 мкл, установите упор 6.278.004 из комплекта ЗИП или убедитесь, что он уже установлен. См. Рисунок 2.4 a, b – установка упора. Упор 6.278.004 защищает плунжер от полного выхода из корпуса шприца в случае некорректных настроек шприца в программе.

Установка микрошприцев производится аналогично действиям, описанным в п.4.2.1.

При установке микрошприцев объёмом 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 100.0 и 250.0 мкл (см. Рисунок 4.5) лыски на его верхней части должны находиться между направляющими.

После установки микрошприца в дозатор, следует проверить и при необходимости настроить положение поршня согласно разделу 4.2.2.

Если микрошприц устанавливается в дозатор впервые или устанавливается вместо узла дозирования, сразу после включения дозатора следует убедиться, что установлен режим промывки "из виалы".

Применение алгоритма промывки "сверху" с обычным микрошприцем неминуемо приведет к поломке поршня (плунжера)!

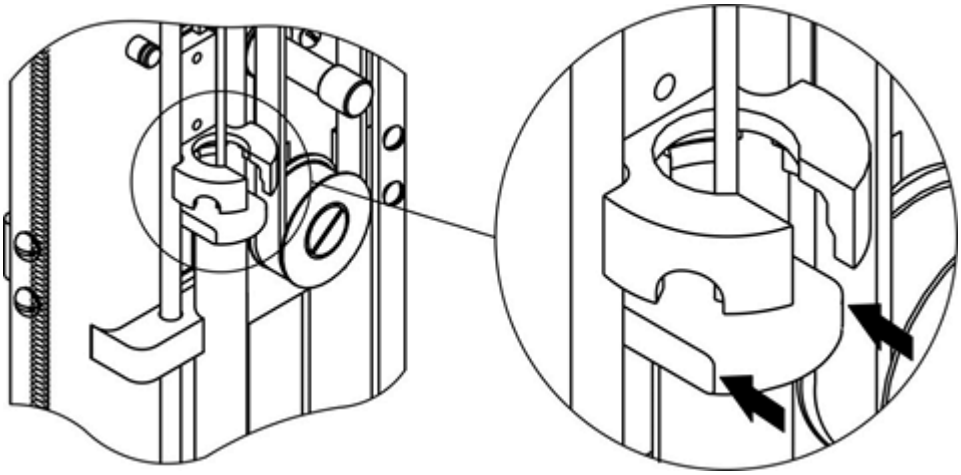


Рисунок 4.5 – Установка микрошприцев

4.2.4 Особенности установки шприцев в дозаторе 214.2.508.006-03

Для исполнения дозатора 214.2.508.006-03 с функциями ввода парофазной пробы необходимо учитывать особенность его конструкции при установке узла дозирования 4.464.114. Так как иглы микрошприцев 100 и 250 мкл на 8 мм длиннее иглы узла дозирования 4.464.114, то в данном исполнении дозатора применены удлиненные направляющие 9 (Рисунок 2.4).

Перед установкой узла дозирования 4.464.114 в дозаторе 214.2.508.006-03 необходимо поставить вставку 8.600.434 из комплекта ЗИП (Рисунок 4.6).

Данная вставка необходима для того, чтобы игла узла дозирования 4.464.114 вошла в отверстие фиксатора 8 (Рисунок 2.4). Отсутствие данной вставки приведет к немедленной поломке иглы узла дозирования 4.464.114.

При работе с микрошприцами 100 и 250 мкл в дозаторе 214.2.508.006-03 вставку 8.600.434 необходимо снять!

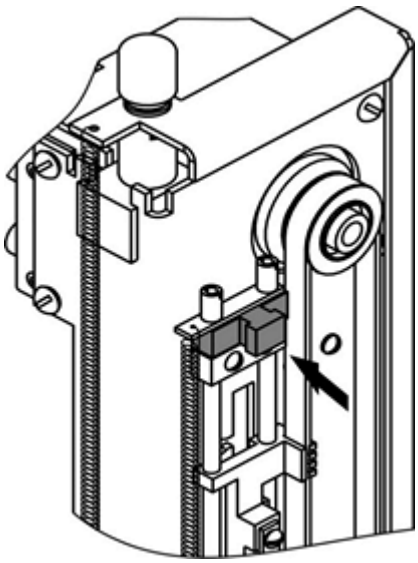


Рисунок 4.6 – Установка вставки 8.600.434

4.2.5 Снятие микрошприцев и узлов дозирования

Снятие узла дозирования или микрошприца производится в последовательности, обратной установке.

4.3 Работа с дозатором

Для поддержания бесперебойной работы дозатора в течение длительного времени, следует постоянно осуществлять контроль работы механизмов дозатора, выполнять рекомендации текущего технического обслуживания, описанные в разделе 6.3.

4.3.1 Рекомендации по выбору режима работы

Правильный режим работы дозатора позволяет достичь наилучших характеристик хроматографического анализа по точности анализа и эффективности разделения, обеспечивая при этом минимум влияния предыдущей пробы и проблем в работе шприца.

Типичные рекомендуемые параметры приведены ниже:

Таблица 4.1– Рекомендуемые параметры режима работы дозатора

Рабочий параметр	**Значение**
Промывка растворителем	
Время промывки, сек (режим промывки "сверху")	4
Объём растворителя, мкл (режим промывки "из виалы")	3
Количество отборов (режим промывки "из виалы")	3
Промывка пробой	
Объём растворителя, мкл	3
Количество отборов пробы	3
Набор пробы	
Скорость отбора	от 1 до 3
Количество прокачек	от 7 до 10
Задержка, сек	0 или 1
Объём пробы, мкл	0.2 – 2
Ввод	
Время прогрева иглы перед вводом, сек	0
Время прогрева иглы после ввода, сек	0
Скорость ввода	от 4 до 9

Некоторые подробности, приведенные ниже, могут помочь оптимизировать рабочие параметры дозатора и улучшить результаты хроматографического анализа.

Объём пробы

Объём вводимой пробы обычной указан в методике анализа, он должен быть выбран таким образом, чтобы объём паров пробы, образованных в результате нагрева в испарителе, не превышал объём лайнера. Для надежной работы поршня (плунжера), максимальный общий объём, отбираемый в шприц:

- объёмом 0,5 мкл, не более, мкл 0,5
- объёмом 1,0 мкл, не более, мкл 1,0
- объёмом 5,0 мкл, не более, мкл 2,5
- объёмом 10,0 мкл, не более, мкл 7,0
- объёмом 100,0 мкл, не более, мкл 100,0
- объёмом 250,0 мкл, не более, мкл 250,0

Хотя дозатор позволяет отбирать объём, соответствующий полной шкале шприца 5 и 10 мкл, рекомендуется ограничить максимальный отбираемый объём пробы значениями, указанными выше, чтобы избежать повреждения поршня (плунжера).

Влияние предыдущей пробы

При появлении на хроматограмме компонентов от предыдущей пробы следует увеличить число циклов промывки растворителем или время промывки.

При промывке "из виалы", объём растворителя, отбираемого при промывке, должен превышать объём вводимой пробы.

Влияние вязкости и кавитации

При отборе пробы в корпусе шприца под поршнем (плунжером) может проявляться эффект кавитации, это приводит к нежелательному появлению паровых пузырьков в корпусе шприца. Чтобы снизить вероятность образования пузырьков, особенно для легкокипящих жидкостей и вязких проб, следует уменьшить Скорость отбора и добавить Задержку (для вязких образцов).

Удаление пузырьков

Пузырьки в корпусе шприца "изгоняются" прокачкой в сочетании с низкой скоростью отбора и высокой скоростью ввода. Для удаления пузырьков следует увеличить количество прокачек.

Время прогрева иглы перед вводом (после ввода)

Прогрев иглы перед вводом пробы позволяет более эффективно испарять высококипящие компоненты пробы. Прогрев иглы после ввода позволяет более эффективно удалять остатки пробы из внутреннего объёма иглы. Обе опции следует использовать в сочетании с техникой ввода пробы **Сэндвич** или **Сэндвич с растворителем**, таким образом, благодаря воздушной пробке игла остается пустой при задержке, это позволяет избежать фракционирования компонентов пробы.

Оптимизация

Для разных проб могут потребоваться разные оптимальные условия работы дозатора. При подборе новых параметров дозатора следует оценивать различные аспекты нового метода: сходимость результатов в серии, влияние предыдущей пробы, форма пиков, возможное фракционирование компонентов и т.д.

4.3.2 Использование Планировщика



Управление дозатором и задание последовательности анализов осуществляется с помощью диалога **Планировщик**, программы "Панель управления 2.0".



Работа с "Панелью управления" описана в руководстве пользователя "Хроматэк Аналитик".

В данном разделе приведена информация по заданию режима дозатора. За получением информации о настройке **последовательности анализов** обратитесь к разделу 3.5 "Автоматизация анализов" руководства пользователя "Хроматэк Аналитик".

Чтобы добавить новый режим дозатора:

1. Щелкните по ячейке **Режим дозатора**.
2. В появившемся списке выберите – **Создать новый**.

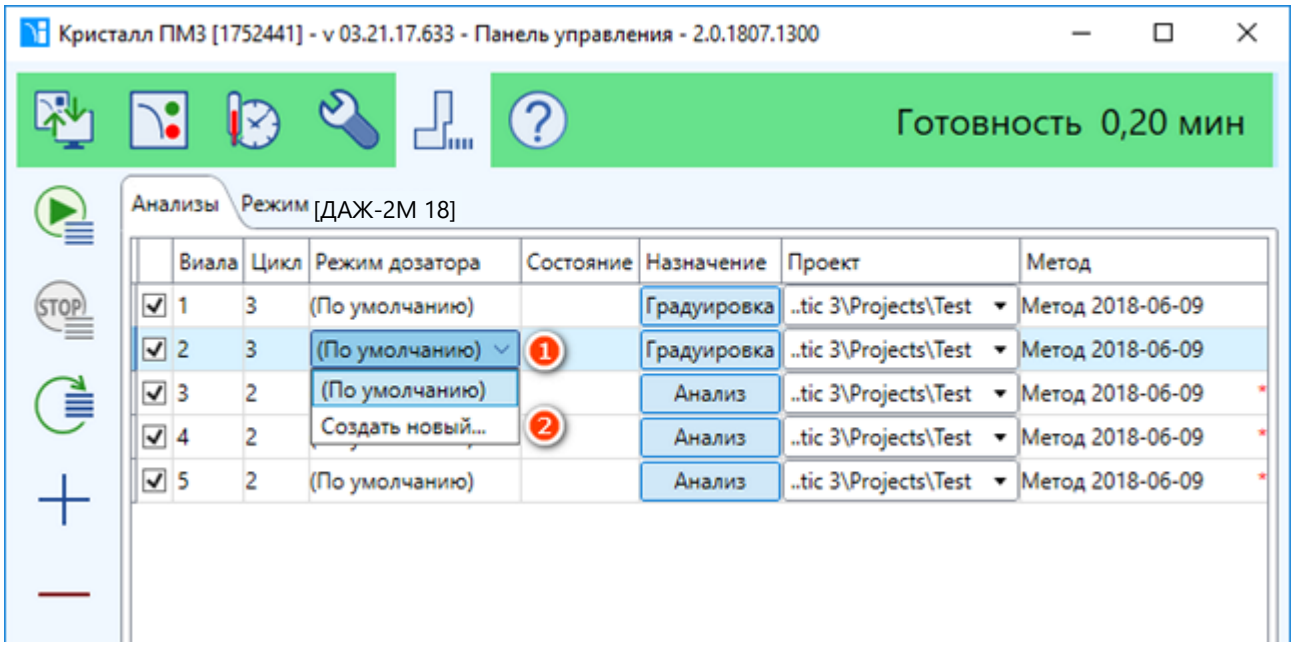


Рисунок 4.7 – Добавление режима дозатора

Перейдите на закладку **Режим [ДАЖ-2М 18]**.

Так же новый режим дозатора можно создать на закладке **Режим [ДАЖ-2М 18]** с помощью соответствующей кнопки.

Если вы всегда работаете с одним и тем же режимом дозатора, то можете не создавать новый, а сразу перейти на закладку **Режим [ДАЖ-2М 18]** и настроить режим по умолчанию. При этом в ячейке **Режим** будет написано **(По умолчанию)**.

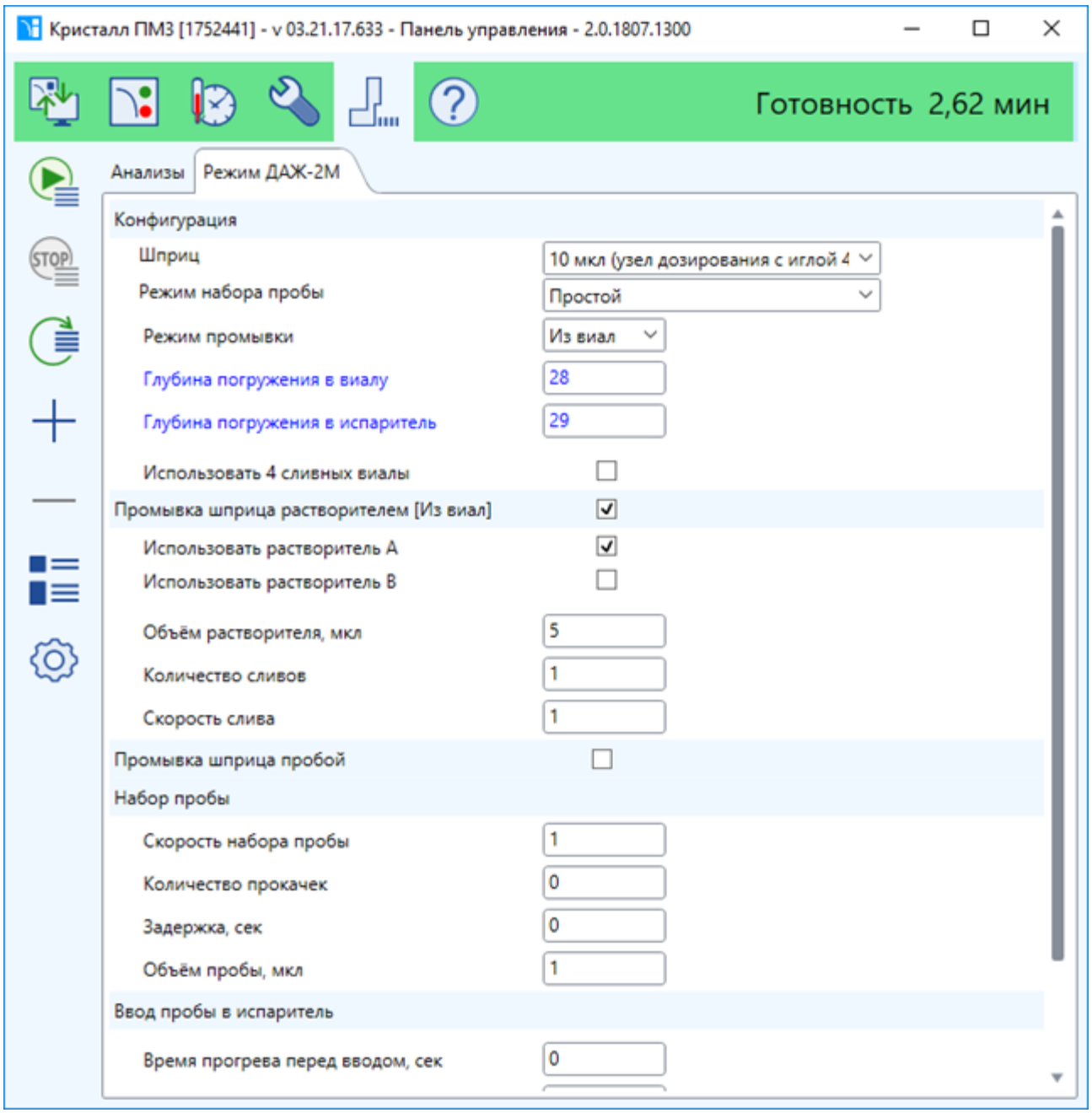


Рисунок 4.8 – Режим дозатора ДАЖ-2М

В группе параметров **Конфигурация** выберите **Шприц**.

Выберите **Режим набора пробы**:

- **Простой**. Обычный отбор пробы. Доступно задание количества прокачек.
- **Сэндвич**. Отбираемая проба заключена в две воздушные прослойки. Прокачки при отборе дозатор не проводит.
- **Сэндвич с растворителем**. Сначала дозатор отбирает воздух ("верхний"), далее растворитель (из заданной виалы), далее воздух ("средний"), далее пробу снова воздух ("нижний"). Прокачки при отборе дозатор не проводит.

- **Сэндвич с внутренним стандартом**. Сначала дозатор отбирает воздух ("верхний"), далее внутренний стандарт (из заданной виалы), далее воздух ("средний"), далее пробу снова воздух ("нижний"). Прокачки при отборе дозатор не проводит.
- **Многократный простой ввод**. Обычный отбор пробы. Доступно задание количества прокачек. Доступно задание количества вводов. Дозатор вводит пробу из одной и той же виалы несколько раз, после чего дает команду СТАРТ.

Выберите **Режим промывки**:

- **Нет**. Дозатор не проводит промывку растворителем.
- **Из виал**. Дозатор проводит промывку из служебных виал A, B, C и D. Оператор может использовать обе виалы с растворителем или только одну. Задается отбираемый объём растворителя и количество сливов.

Задайте **Глубину погружения в виалу** (в миллиметрах). По умолчанию задано – 28 мм. Это максимальная глубина погружения. Если ваша проба содержит осадок на дне виалы, вы можете уменьшить глубину погружения иглы, чтобы исключить попадания в нее осадка.

Задайте **Глубину погружения в испаритель** (в миллиметрах). По умолчанию задано – 29 мм.

Это максимальная глубина погружения. Данный параметр зависит от особенностей методики анализа и расположения набивки лайнера испарителя.

Настройте параметры **Промывка растворителем**. Если такой промывки не требуется, уберите соответствующую галочку.

Настройте параметры **Промывка пробой**. Если такой промывки не требуется, уберите соответствующую галочку.

Промывка пробой доступно, если **Режим промывки = Из виал**.

Настройте параметры **Набора пробы**.

Настройте параметры **Ввода пробы в испаритель**.

Скорости отбора и ввода задаются в условных единицах от 1 (самая низкая) до 10 (самая высокая).

Соответствия номера скорости реальному значению (мкл/сек) приведены в руководстве по эксплуатации дозатора.

При отборе объёма (суммарного, включающего пробу, растворитель и воздушные прослойки) более 70% от шкалы шприца, скорость движения поршня вниз ограничивается 4-й.

Если работаете с несколькими режимами ДАЖ-2М, задайте **Имя режима**.

Режим дозатора сохраняется автоматически.

5 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению

Ниже (Таблица 5.1) приведены возможные неисправности дозатора, которые могут быть устранены потребителем, их причины и методы устранения. В случае возникновения других неисправностей следует обратиться к изготовителю или его региональному представителю.

Таблица 5.1 – Возможные неисправности и рекомендации по их устранению

Вид неисправности	**Вероятная причина**	**Рекомендация**
Заклинивает поршень микрошприца узла дозирования при работе (после хранения)	Отложения в зазоре между поршнем и каналом в корпусе микрошприца из-за высыхания остатков пробы	Устранить неисправность в соответствии с рекомендациями раздела 0 настоящего РЭ. В случае невозможности устранения неисправности – заменить узел дозирования или микрошприц (из ЗИП дозатора).
Воспроизводимость серии анализов выходит за пределы допустимого относительного СКО по высотам и (или) площадям пиков	Не обеспечена герметичность испарителя	Подтянуть (заменить) мембрану испарителя
	Не обеспечена герметичность виалы	Установить вставку 8.214.061 в крышку виалы, заменить септу виалы
	Не оптимальны режимы работы дозатора: скорости набора и ввода пробы; прокачка; промывка	Оптимизировать режимы работы дозатора
	Не оптимален выбор лайнера испарителя	Подобрать правильный лайнер
	Износ микрошприца или узла дозирования	Заменить микрошприц или узел дозирования
Появление на хроматограмме пиков предыдущей пробы	Отсутствует или недостаточная промывка канала микрошприца из-за недостатка промывочной жидкости, ее утечек, засорения фильтра 6.112.015 во флаконе	Проверить наличие промывочной жидкости во флаконе. При отсутствии – залить. Устранить возможные утечки. Заменить фильтр 6.112.015
Утечки промывочной жидкости из узла дозирования и в местах соединения трубопроводов	Давление газа на входе дозатора превышает допустимое.	Выполнить указания п.4.1.4 по подключению газа
	Нарушена герметичность в местах соединения трубопроводов.	Устранить негерметичности в местах соединения трубопроводов

	Износ фторопластовой втулки узла дозирования (для газоплотных шприцев)	Заменить узел дозирования

Сообщения об ошибках

Сообщения об ошибках могут появляться при появлении неисправностей в работе дозатора. Сообщения об ошибках, типичные причины и рекомендации по устранению приведены ниже.

Таблица 5.2 – Сообщения об ошибках

Сообщение	**Возможная причина**	**Рекомендация**
Ошибка позиционирования кассеты	Неисправность оптопар на плате датчика кассеты	Обратитесь на предприятие – изготовитель или к официальному представителю
	Неисправность двигателя кассеты	
	Сбита настройка датчика кассеты	
Ошибка датчика поршня шприца	Не выставлен зазор между штоком шприца и иглой	Настройте положение плунжера, см. раздел 4.2.2.
	Затёрт/забит шприц	Проведите очистку шприца в соответствии с разделом 0. Если очистка не помогает, замените шприц.
	Повреждение кабеля	Обратитесь на завод производитель или к официальному представителю
	Неисправность двигателя штока шприца	
Нет датчика верхнего положения каретки Нет датчика среднего положения каретки Нет датчика нижнего положения каретки	Неисправность одной из оптопар платы датчика каретки	Обратитесь на предприятие – изготовитель или к официальному представителю
	Повреждение кабеля платы датчика каретки	
	Неисправность двигателя каретки	
Блокировка гайки испарителя	Неправильная установка дозатора на ГХ	Проверить правильность установки дозатора, см. разделы 4.1.1, 4.1.2.
	Неисправность микропереключателя	Проверить работу микропереключателя, заменить микропереключатель.

6 Техническое обслуживание

Техническое обслуживание производится с целью обеспечения соответствия параметров и характеристик дозатора в процессе эксплуатации. При техническом обслуживании необходимо соблюдать меры безопасности в соответствии с разделом 0.

Самыми ответственными узлами в дозаторе являются микрошприц и узел дозирования. От их технического состояния во многом зависит качественная работа дозатора в целом. По этой причине техническому обслуживанию микрошприца, узла дозирования (и тракта промывки в целом) необходимо уделять особое внимание.

6.1 Рекомендации по применению микрошприцев

6.1.1 Рекомендации Hamilton

Рекомендации по применению микрошприцев Hamilton, изложенные на английском языке, прикладываются к каждому экземпляру микрошприца. Текст на русском языке этих рекомендаций, выделенный курсивом, приведен ниже:

Общие рекомендации по применению микрошприцев для дозирования жидкости

При использовании микрошприца сжимайте только кромку микрошприца и головку поршня. Это позволит избежать отклонений в точности дозирования жидкости вследствие нагрева корпуса. Прокачайте поршнем жидкость, подлежащую дозированию, с погружением в нее иглы микрошприца. Это вытеснит весь попавший в иглу и микрошприц воздух. Сведите к минимуму использование "сухого" микрошприца.

При движении поршня, не смоченного жидкостью, возможно "затирание" поршня в цилиндре микрошприца. Поэтому при возникновении усилий при перемещении "сухого" поршня микрошприца необходимо немедленно смочить микрошприц растворителем.

Следует также избегать чрезмерных усилий при перемещениях поршня микрошприца, так как это может привести к изгибанию поршня.

К каждому микрошприцу подобран поршень для обеспечения наиболее высокой точности дозирования. Поршни микрошприцев не взаимозаменяемы.

Если поршень случайно полностью вышел из цилиндра микрошприца, осторожно протрите его безворсовой тканью перед повторной установкой в цилиндр. Не касайтесь поршня, поскольку жир с пальцев зачастую мешает надежной работе поршня.

При дозировании следует иметь в виду: чем больше отношение общего объёма микрошприца к объёму отбираемой жидкости, тем больше погрешность дозирования. Рекомендуется выбирать это отношение не более 5–10.

Промывка микрошприца

Срок службы микрошприца напрямую зависит от его чистоты. Для чистки микрошприца лучше использовать растворители, которые наиболее эффективны и предпочтительны для растворения проб и не содержат щелочь, фосфат или моющее средство.

Также микрошприц можно промывать водой высокой степени очистки, ацетоном. Вода и ацетон являются удовлетворительными средствами для промывки.

Для чистки поршня, удалите его из цилиндра микрошприца, и осторожно протрите безворсовой тканью. Вновь вставьте поршень в цилиндр и прокачайте очищенную воду или ацетон через иглу и микрошприц. Для хранения микрошприца его необходимо высушить на воздухе.

Совместимость с растворителями

Клей, используемый для соединения игл в газонепроницаемых микрошприцах, является химически стойким. Однако при длительном воздействии некоторые растворители, в частности, галогенизированные углеводороды, могут разъедать и повреждать эти высокостойкие клеи. В случаях, когда применяются такие растворители, рекомендуется использовать микрошприцы со съёмными иглами. При соединении игл с цилиндром этих микрошприцев не применяется клей. Избегайте длительного погружения микрошприца в любой растворитель в процессе чистки. После использования тщательно промывайте микрошприц очищенной водой, ацетоном или другим растворителем, совместимым с пробой. Просушите микрошприц на воздухе.

Параметры давления

Микрошприцы выдерживают давление 13,0 МПа для объёмов в диапазоне 5–100 мкл и 6,5 МПа для объёмов 250 и 500 мкл.

Закупоренные иглы могут создавать контрдавления на поршень в микрошприце, превосходящие рекомендуемые уровни. Для устранения любого закупоривания иглы используйте только чистую проволочку или методы растворения.

Температурные параметры

Лучшие результаты использования микрошприцев достигаются при температурах выше 10 °C. Микрошприцы с приклеенными иглами не должны нагреваться выше 50 °C. В случаях применений, требующих температур до 115 °C должны использоваться микрошприцы со сменными иглами.

Следует избегать быстрой смены температуры микрошприца.

6.1.2 Особенности эксплуатации микрошприцев в дозаторе

Ввод в эксплуатацию нового микрошприца обычно сопровождается появлением двух существенных явлений:

- затирания смоченного жидкостью поршня (растворителем или пробой) в канале стеклянного корпуса;
- засорения канала иглы частичками резины при проколах мембраны испарителя.

При отсутствии технического обслуживания узла дозирования (или микрошприца) в ходе эксплуатации (а также при недостаточном или неквалифицированном обслуживании) канал иглы может быть герметично закупорен, а поршень – иметь затирание при перемещении по цилиндру стеклянного корпуса. Результатом этого является фатальная авария узла дозирования или микрошприца – изгиб поршня (Рисунок 6.1).

Предприятие-изготовитель не несет ответственности за вышедшие из строя узлы дозирования или микрошприцы с изогнутыми иглами и поршнями, поскольку эти дефекты могут быть вызваны только нарушениями условий их эксплуатации.

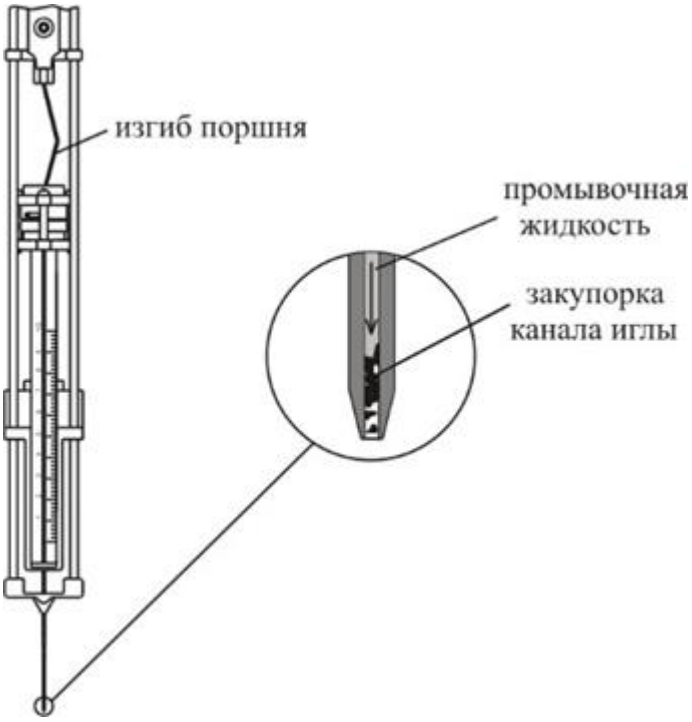


Рисунок 6.1 – Изгиб поршня микрошприца

6.1.3 Затирание поршня

Появление затирания объясняется двумя факторами:

- приработкой поршня, в результате которой частички металла поршня внедряются в стенки стеклянного цилиндра корпуса;
- появлением твердых отложений на поверхностях цилиндра и поршня в результате контакта с пробой и растворителем в процессе эксплуатации.

Все растворители, используемые для промывки шприца, должны иметь высокую степень чистоты. Недостаточно чистые растворители обычно содержат примеси, которые остаются в корпусе шприца и вызывают затирание поршня.

6.1.4 Засорение иглы

Канал иглы микрошприца может быть засорен частичками резины, появляющимися в результате прохождения острого и недостаточно изогнутого кончика иглы через мембрану испарителя (тип иглы 2 микрошприцев Hamilton, SGE-Chromatec), или частички резины размером менее 0,09 мм могут попадать в открытый для них канал в игле микрошприца Hamilton 701 10 мкл (23S – 26S /1,71´´/HP). Типичная картина засорения каналов этих типов игл (при большом увеличении) изображена ниже (Рисунок 6.2).

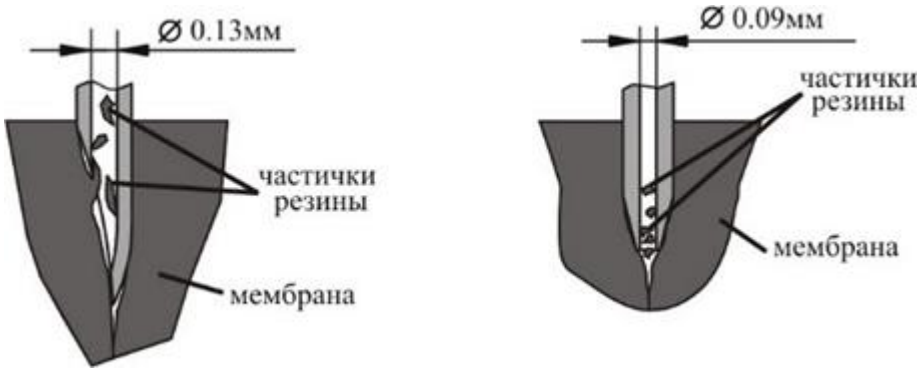


Рисунок 6.2 – Засорение каналов игл

Кроме того, при определенных условиях эффект засорения может усиливаться. Это может происходить по следующим причинам:

- постоянным наличием продуктов естественного износа поршня;
- при недостаточной чистоте промывочной жидкости;
- свойствами пробы (склонность к полимеризации, наличие солей и другие нежелательные эффекты);
- суммарным эффектом вышеуказанных причин.

Под термином "недостаточная чистота" следует понимать наличие в промывочной жидкости твердых механических частичек размером в несколько микрон. Такие мельчайшие частички способны проникать в цилиндр микрошприца и канал его иглы, прилипая как к стенкам цилиндра, так и к частичкам резины, попавшим ранее в канал иглы.

Типичная картина описанного явления (при большом увеличении) изображена ниже (Рисунок 6.3).

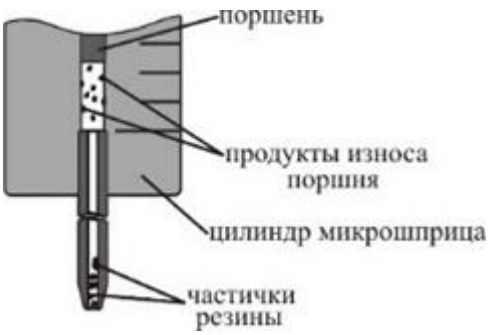


Рисунок 6.3 – Засорение канала микрошприца

6.2 Виды технического обслуживания

Для дозатора предусматривается 2 вида технического обслуживания:

- Текущее техническое обслуживание, выполняется оператором.
- Периодическое техническое обслуживание, выполняется сервисным инженером, прошедшим обучение обслуживанию дозатора.

6.3 Текущее техническое обслуживание

Текущее техническое обслуживание заключается в ежедневном контроле корректной работы механизмов дозатора и выполнении некоторых несложных операций, а именно:

- Ежедневно перед началом работы проверять легкость движения поршня в корпусе микрошприца (см. раздел 6.3.1).
- Ежедневно поддерживать наличие промывочной жидкости, при необходимости доливать ее во флакон (или виалы) следить за чистотой промывочной жидкости и всего тракта промывки;
- Постоянно контролировать герметичность мембраны испарителя хроматографа. Всякий раз, после замены мембраны, вручную проверять прохождение иглы микрошприца через мембрану испарителя (см. раздел 6.3.2).
- Визуально контролировать герметичность газовых и жидкостных линий. При обнаружении утечек следует подтягивать уплотнения, заменяя их, при необходимости.
- Контролировать чистоту каналов микрошприца (см. раздел 6.3.3).
- Следить за надежностью затяжки резьбовых соединений подвижных механизмов дозатора, контролировать надежную фиксацию узла дозирования (или микрошприца) элементами крепления к основанию и каретке механизма дозирования.

6.3.1 Проверка легкости движения поршня в корпусе микрошприца

Проверку осуществляют ежедневно перед началом работы дозатора (дозатор должен быть выключен). Для проверки перемещают каретку механизма дозирования вверх-вниз вручную до упоров. При этом ощутимых усилий при перемещениях каретки быть не должно.

При обнаружении затруднений в движении поршня следует промыть узел дозирования в соответствии с указаниями раздела 0.

6.3.2 Замена мембраны испарителя хроматографа

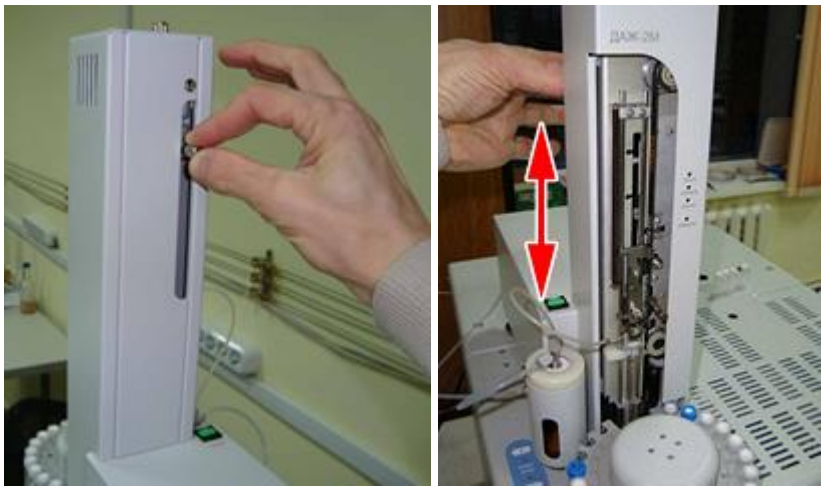
Не следует повторно использовать бывшие в употреблении мембраны. Это, как правило, приводит к поломке иглы микрошприца.

Качество ввода жидкой пробы в испаритель хроматографа в значительной степени зависит от состояния микрошприца, и резиновой мембраны испарителя.

Процедура замены мембраны испарителя описана в разделе 4.1.1.

После установки мембраны испарителя следует:

- проверить **вручную** прохождение иглы микрошприца дозатора через мембрану испарителя. Для этого, удерживая рукой винт, как показано на рисунке ниже, плавно переместить механизм дозирования до контакта иглы микрошприца с мембраной, **осторожно** ввести иглу микрошприца через мембрану в испаритель, затем переместить механизм дозирования вверх.



Прохождение иглы через мембрану должно быть легким, но не нарушающим герметичность испарителя.

6.3.3 Контроль чистоты каналов микрошприца

Визуальный контроль чистоты каналов промывки корпуса и иглы микрошприца. Контроль чистоты узла дозирования объёмом 10 мкл можно осуществить в режиме промывки сверху, отслеживая свободное истечение промывочной жидкости через иглу микрошприца.

Ежедневно, перед началом работы дозатора, контролировать время прохождения пузырька воздуха через канал стеклянного корпуса микрошприца (не должно превышать 3 секунды). Увеличенное значение этого времени указывает на наличие неисправности в системе промывки или засорение иглы микрошприца.

Работа дозатора, у которого время прохождения пузырька воздуха через канал стеклянного корпуса микрошприца, в системе его промывки, более 4 секунд – запрещается.

При использовании микрошприцев в режиме промывки "из виалы" следует контролировать чистоту наблюдая насколько эффективно пузырьки удаляются из корпуса шприца при отборе и сбросе растворителя во время промывки.

Для продолжения нормальной работы дозатора, в нем необходимо заменить узел дозирования на заведомо исправный, а снятый подвергнуть техническому обслуживанию (см. раздел 0)

6.4 Периодическое техническое обслуживание

Основные операции периодического обслуживания приведены ниже:

- Проводить чистку узла дозирования и микрошприца при возникновении подозрений на затирание поршня, засорение канала промывки узла дозирования или иглы микрошприца.
- Не реже одного раза в год проводить очистку кожухов и механизмов дозатора от пыли; продувать блок управления – сжатым воздухом (не снимая кожух и предохраняя крыльчатку вентилятора от вращения). При повышенной запыленности рекомендуется более частое обслуживание.

ВНИМАНИЕ! На трущиеся узлы и детали нанесена специальная смазка. Запрещено применен ие любых смазывающих средств.

Чистка узла дозирования и микрошприца

Все растворители, используемые для промывки шприца, должны иметь высокую степень чистоты. Недостаточно чистые растворители обычно содержат примеси, которые остаются в корпусе шприца и вызывают затирание поршня.

Процедура очистки заключается в последовательной чистке канала промывки, поршня микрошприца, внутреннего канала и иглы микрошприца.

Чистка тракта промывки

Узел дозирования должен быть установлен в дозаторе. Очистка осуществляется потоком растворителя, при этом время промывки задается не менее 30 с.

Чистка поршня и внутренних полостей корпуса шприца

Для выполнения данной процедуры узел дозирования или микрошприц следует снять с дозатора (см. раздел 0).

Для устранения возможного затирания поршня в цилиндре стеклянного корпуса микрошприца объёмом 5 или 10 мкл следует:

- Вынуть поршень из цилиндра, смочить его и цилиндр чистым спиртом, вставить поршень в цилиндр и прокачать рабочие полости, выдвигая поршень из цилиндра на половину его длины; при первых признаках затирания поршня в цилиндре операцию прекратить;
- Вынуть поршень и полировать его кусочком безворсовой ткани, смоченным растворителем, движениями в направлении от грибка к его торцу. Операция повторяется до тех пор, пока движение смоченного спиртом поршня в цилиндре не будет равномерным и легким.
- Продукты приработки с поверхности цилиндра рекомендуется удалять шомполом, состоящим из стальной пружинной проволоки диаметром 0,3 мм с навитой на нее тонкой безворсовой нитью шагом 3–5 мм. Промывку рабочих полостей микрошприца производить потоком растворителя, направленным от иглы в цилиндр, со снятым поршнем.

В некоторых случаях заклинивание поршня в игле микрошприца (или цилиндре) устраняется опусканием его в дистиллированную воду продолжительностью до 72 часов, после чего микрошприц приводится в рабочее состояние осторожным перемещением поршня в игле (или цилиндре), добиваясь легкого его перемещения прокачиванием дистиллированной воды или ацетона.

Чистка иглы микрошприца

Если засорение иглы частичное или незначительное, рекомендуется промыть ее канал потоком растворителя, чтобы растворить или смыть инородные частицы. Если игла закупорена полностью, не следует пытаться очистить ее избыточным давлением жидкости или сжатым воздухом, избыточное давление может расколоть корпус шприца. Засоренный канал иглы прочищают иглочисткой из ЗИП дозатора (кусочком упругой проволочки диаметром 0,08 мм). После проведения этой операции необходимо промыть рабочие полости микрошприца потоком растворителя, направленным от иглы в цилиндр, со снятым поршнем.

7 Транспортирование и хранение

5.1 Транспортирование дозатора в упакованном состоянии может осуществляться на любое расстояние любым видом транспорта, кроме негерметизированных отсеков самолетов и открытых палуб водного транспорта. При транспортировании должна быть обеспечена защита транспортной тары от атмосферных осадков.

Условия транспортирования:

- температура окружающей среды от минус 50 до 50 °С;
- относительная влажность воздуха до 98 при 35 °С;
- наличие в воздухе пыли и паров агрессивных примесей недопустимо.

При транспортировании дозатора, во избежание поломки узла дозирования (или микрошприца) узел дозирования (или микрошприц) следует снять с дозатора и поместить в упаковку ЗИП.

Способ укладки ящиков в транспортирующее средство должен исключить их перемещение. Во время погрузочно-разгрузочных работ ящики не должны подвергаться опрокидыванию, резким ударам и воздействию атмосферных осадков.

5.2 Дозатор в упакованном состоянии должен храниться в закрытом помещении при условиях 2 по ГОСТ 15150-69:

- температура воздуха от минус 30 до 40 °С;
- относительная влажность воздуха не более 98 % при 25 °С.

Наличие в воздухе пыли, паров кислот, щелочей и других агрессивных примесей недопустимо.

Складирование – не более трех ярусов.

После транспортировки или хранения дозатора при отрицательных температурах его – в упаковке – выдержать в течение не менее 4-х часов при условиях эксплуатации.

8 Гарантии изготовителя

Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие дозатора техническим характеристикам при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения, монтажа и эксплуатации. В случае нарушения этих условий, а также выполнение работ, не предусмотренных разделом 4 настоящего РЭ, дозатор подлежит снятию с гарантийного обслуживания.

Изготовителем не принимаются претензии по выходу из строя микрошприца, а также микрошприца узла дозирования (смята или согнута игла микрошприца, засорен канал промывки) т.к. это происходит при нарушении требований и рекомендаций п.п. 3.2.1, 3.2.2, 3.2.3, 4.1 настоящего РЭ.

Предприятие-изготовитель не несет ответственности за вышедший из строя электропневмоклапан, при нарушении требований и рекомендаций п.п. 2.1.1 настоящего РЭ.

Возможны конструктивные изменения непринципиального характера, не отраженные в настоящем руководстве, и не влияющие на качество работы дозатора.

Гарантийный срок эксплуатации – 12 месяцев со дня ввода в эксплуатацию, но не более 18 месяцев со дня приемки.

9 Сведения о рекламациях

В случае отказа в работе дозатора в период гарантийного срока необходимо:

- составить технически обоснованный акт рекламации о несоответствии техническим характеристикам, указанным в подразделе 1.2;
- сделать выписки из раздела "Свидетельство о приемке";
- указать дату ввода в эксплуатацию, организацию или лицо, производившую пусконаладочные работы;
- указать проведенные мероприятия по техническому обслуживанию.

Допускается направлять копии разделов "Свидетельство о приемке", "Учет технического обслуживания", заверенные руководителем предприятия, эксплуатирующего дозатор.

АКТ следует направить по адресу:

424000г. Йошкар-Ола, ул. Строителей 94, СКБ "Хроматэк".

Телефон/факс: (8362) 68-59-16.

Телефоны:

Технический директор	68-59-04.
Конструкторский отдел	68-59-35.
Отдел маркетинга	68-59-18.
Ремонтно-эксплуатационная служба	68-59-19, 68-59-32.
Коммерческий отдел	68-59-69, 68-59-70.

E-mail: mail@chromatec.ru.

Для корр.: РФ, Марий Эл, 424000, г. Йошкар-Ола, главпочтамт, а/я 84.