ИСПАРИТЕЛЬ ПИРОЛИТИЧЕСКИЙ П4

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

214.4.464.011-04РЭ

Редакция 06.06.2025

Оглавление

1 Описание и работа 6

1.1 Основные сведения об изделии 6

1.2 Назначение 7

1.3 Технические характеристики и комплектность 8

1.4 Устройство испарителя П4 9

1.4.1 Общие сведения 9
1.4.2 Блок управляющий работой испарителя П4 10
1.4.3 Полка для установки блока управления испарителя П4 на хроматограф 12
1.4.4 Блок пиролиза 13
1.4.5 Блок криофокусировки 15
1.4.6 Испаритель П4 расположение 16
1.4.7 Крепление капиллярной колонки к блоку криофокусировки 18
1.4.8 Установка блока пиролиза на блок криофокусировки 19
1.4.9 Установка трубки с твердой пробой в испарителе П4 20
1.4.10 Подставка под баллон с углекислотой 22
1.4.11 Подключение газовой арматуры к клапану БК 26

2 Режимы работы испарителя П4 27

2.1 Основные обозначения и термины испарителя П4 27

2.2 Работа Испарителя П4 (общие принципы) 29

2.3 Режим № 1: "Пиролиз" 31

2.4 Режим № 2: "Программируемый испаритель" 33

2.5 Режим №3: "Термодесорбция" 35

3 Управление и параметры работы испарителя П4 с помощью программного обеспечения . 37

3.1 Настройка программного обеспечения 37

3.1.1 Установка программного обеспечения 37
3.1.2 Настройка сетевого адреса компьютера 40
3.1.3 Настройка соединения 43

3.2 Управление испарителем П4 с помощью внешней программы "Хроматэк Пиролиз" 48

3.3 Управление испарителем пиролитическим П4 с помощью программы "Хроматэк Аналитик 4.0" 50

3.3.1 Просмотр состояния 50
3.3.2 Планировщик 50
3.3.3 Создание метода 51
3.3.4 Работа с планировщиком 51

4 Использование по назначению 54

4.1 Меры безопасности 54

4.2 Подготовка к работе и порядок работы 54

4.3 Задание параметров работы испарителя пиролитического 55

4.4 Установка трубки в термостат Испарителя П4 56

4.5 Последовательность действий по проведению анализа 56

5 Разработка методики анализа 58

5.1 Принцип пиролиза и термодесорбции 58

5.2 Применение пиролиза и термодесорбции 58

5.3 Приготовление сорбционных трубок 60

5.3.1 Кондиционирование сорбционных трубок 62
5.3.2 Хранение трубок 62

5.4 Исследования методом пиролитической газовой хроматографии изделий из резин, пластмасс, других полимерных материалов и ряда других объектов и материалов 63

5.4.1 Отбор пробы 64
5.4.2 Анализ твердых проб 64

5.5 Параметры работы испарителя пиролитического 65

5.5.1 Температура пиролиза и десорбции 65
5.5.2 Время пиролиза и десорбции 65
5.5.3 Фокусирование веществ в ловушке 65
5.5.4 Температура охлаждения ловушки 65
5.5.5 Температура нагрева ловушки 66
5.5.6 Скорость нагрева 66
5.5.7 Время нагрева 66
5.5.8 Очистка трубки 66
5.5.9 Температура переходной линии 66
5.5.10 Расход газа-носителя 67
5.5.11 Герметичность 67

5.6 Градуировка 67

5.7 Общие рекомендации по проведению анализа 68

5.7.1 Неудовлетворительная сходимость при параллельных измерениях 69
5.7.2 Аналитические несоответствия 69
5.7.3 Аппаратные несоответствия 69
5.7.4 Проверка герметичности установки трубки в блоке пиролиза 69
5.7.5 Проверка исправности хроматографа 70
5.7.6 Размытие пиков, их уширение или появление "хвостов" 70
5.7.7 Наличие ложных пиков 71
5.7.8 Отсутствие пиков на хроматограмме 72

6 Техническое обслуживание 73

6.1 Текущее техническое обслуживание 73

6.2 Периодическое техническое обслуживание 74
7 Транспортирование и хранение 76
8 Сведения о рекламациях 77
9 Приложение 78

1 Описание и работа

Указания, отмеченные такой рамкой, необходимо выполнять, чтобы исключить получение травм или повреждение оборудования. Таким же образом выделяется информация, на которую следует обратить особое внимание.



Данный символ предупреждает об опасности ожога. Он наносится на верхнюю крышку хроматографа (предупреждает о горячих поверхностях испарителей и детекторов) и на заднюю стенку хроматографа с текстом: "**Горячий воздух**" (предупреждает об опасности ожога при циклах нагрева и охлаждения термостата) или испарителя.

1.1 Основные сведения об изделии

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для ознакомления с испарителем пиролитическим 214.4.464.011-04 (далее – испаритель П4) и обеспечения его правильной эксплуатации.

Перед вводом в эксплуатацию испарителя П4 следует внимательно ознакомиться с содержанием РЭ и эксплуатационной документацией на хроматограф (комплекс), с которым предполагается использование испарителя П4.

Во время эксплуатации рекомендуется периодически перечитывать данное РЭ для восстановления в памяти характерных особенностей использования испарителя П4.

Испаритель П4 поставляется с блоком криофокусировки и выпускается в исполнениях:

- 214.4.464.011-04. Базовый вариант;
- 214.4.464.011-04.01. Содержит устройство ввода в сорбционную трубку, применяется для исследования давности подписи документов;
- 214.4.464.011-04.02. Тропический вариант, базовое исполнение с блоком криофокусировки с англоязычной маркировкой;
- 214.4.464.011-04.03. Отличается отсутствием блока криофокусировки, предназначен для установки блока пиролиза на испарители 8.1, 7.2, 7.3 ГХ серии "Кристалл".

Изделия СКБ "Хроматэк" могут содержать непринципиально модернизированные части в соответствии с новыми разработками или могут быть подвергнуты несущественным непринципиальным доработкам, не влияющим на технические характеристики и требования безопасности, не отраженным в настоящем документе.

1.2 Назначение

Испаритель пиролитический П4 представляет собой многофункциональный испаритель пиролитический, дающий возможность анализа летучих, полулетучих и нелетучих органических веществ, извлекаемых из твердых проб и жидких образцов методами термодесорбции и пиролитической газовой хроматографии с применением газового хроматографа "Хроматэк-Кристалл 5000" или иной.

Область применения испарителя П4:

- испарение и пиролиз высококипящих жидких и твердых проб (нефть, нефтяные фракции, каменный уголь, высококипящие синтетические масла и нефтемасла, синтетические и природные смолы и т.п.);
- определение содержания нефти в сланцах, почве и горной породе методом пиролитической газовой хроматографии – масс спектрометрии;
- пиролиз нелетучих материалов, веществ как синтетического, так и природного происхождения;
- анализ резин, каучуков, пластмасс и других полимерных материалов, лакокрасочных покрытий и материалов и т.п.;
- термодесорбция летучих веществ и пиролиз нелетучих органических веществ, материалов из твердых объектов размерами не более 30 мм в длину и до 3,2 мм в диаметре;
- исследование летучих компонентов в штрихах реквизитов документов методом термодесорбции (низкокипящих и высококипящих летучих органических растворителей, технологических добавок и других летучих компонентов) в рамках производства экспертиз для определения давности изготовления документов в соответствии с методическими рекомендациями.

Испаритель П4 используется совместно с хроматографами: "Хроматэк-Кристалл 5000", "Хроматэк-Кристалл 9000", "Хроматэк-Кристалл 2000М".

Испаритель П4 опционально может выполнять функции дозатора ввода твердых проб при температурах термодесорбции и пиролиза.

Отличительные особенности и преимущества. Благодаря уникальности конструкции, испаритель П4 выигрышнее (по сравнению с другими системами) по следующим причинам:

применим для анализа веществ с широким диапазоном точек кипения;

диапазоны концентраций образца могут быть весьма широкими (из-за возможности десорбции и пиролиза с делением или без деления потока, переноса образца с делением и без деления потока);

сокращена продолжительность анализа (благодаря высокой скорости нагрева [до 2500 °С/мин] и большой скорости десорбирующего потока).

Эксплуатация Испарителя П4 осуществляется в закрытых лабораторных и других помещениях, в которых горючие газы и легковоспламеняющиеся жидкости могут быть в количествах, недостаточных для создания взрывопожароопасной смеси при:

- температуре окружающего воздуха от плюс 10 до плюс 35 °С;
- относительной влажности не более 80 %;
- атмосферном давлении от 84 до 107 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);

- содержании примесей в окружающем воздухе в пределах санитарных норм, регламентированных ГОСТ 12.1.005-88.

По климатическому исполнению испаритель П4 относится к исполнению УХЛ категории 4.2 по ГОСТ 15150-69.

Электрическое питание испарителя П4 осуществляется от сети переменного тока напряжением от 198 до 242 В, частотой от 49 до 51 Гц.

Испаритель П4 по электробезопасности соответствует требованиям класса 1, тип Н по ГОСТ 12.2.025-76.

1.3 Технические характеристики и комплектность

Технические характеристики, рекомендуемые для опций приведены в отдельной таблице. Комплектность Испарителя П4 в соответствии с паспортом 214.4.464.011-04.

Таблица 1 – Технические характеристики

Параметр	**Характеристика**
Температура переходной линии (блок криофокусировки)	Диапазон рабочих температур от минус 50 до плюс 350 °С
Газ-носитель	Выбирается тип используемого газа-носителя: гелий, азот, аргон. Запрещается использовать в качестве газа-носителя водород.
Температура термостата испарителя П4	При использовании испарителя П4, в качестве пиролитического испарителя задается рабочий диапазон температур от плюс 50 до плюс 1000 °С. Скорость нагрева испарителя пиролитического от 1 до 2500 °С/мин. Рекомендуется задавать скорость нагрева близкой к максимальной.
Температура ловушки (БК) (охлаждение)	Диапазон температур от минус 50 до плюс 10 °С.
Расход газа-носителя	Рекомендуемое значение от 1 до 5 мл/мин для капиллярных колонок (диаметром 0,25 – 0,32 мм).
Время десорбции и пиролиза	Рекомендуемый диапазон значений для десорбции (до плюс 500 °С) от 1 минуты до 15 минут. Рекомендуемый диапазон значений для пиролиза в диапазоне от плюс 500 до плюс 600 °С (от 1 секунды до 300 секунд), в диапазоне от плюс 600 до плюс 700 °С (от 1 секунды до 300 секунд), в диапазоне от плюс 700 до плюс 800 °С (от 1 секунды до 300 секунд), в диапазоне от плюс 800 до плюс 850 °С (от 1 секунды до 300 секунд), в диапазоне от плюс 850 до плюс 900 °С (от 1 секунды до 60 секунд), в диапазоне от плюс 900 до плюс 950 °С (от 1 секунды до 10 секунд), в диапазоне от плюс 950 до плюс 1000 °С (от 1 секунды до 5 секунд), при резком одномоментном пиролизе плюс 1000 °С (не более 2-х секунд). Время устанавливают

	таким образом, чтобы степень извлечения компонентов была максимальной.
Температура ловушки (БК) (нагрев)	Диапазон температур от плюс 50 до плюс 350 °С.
Скорость нагрева ловушки (БК)	Выбор значений: от 1 до 2500 °С/мин. Рекомендуется задавать скорость нагрева близкой к максимальной.
Время нагрева ловушки (БК)	Рекомендуемый диапазон значений от 1 до 10 минут.
Время отжига	Рекомендуемый диапазон значений от 2 до 5 минут. Время отжига должно совпадать с временем установленного режима "Продувка" на хроматографе, в среднем время достаточное для очистки ловушки и переходной линии от возможных остатков тяжелых компонентов пробы – 5 минут.

1.4 Устройство испарителя П4

1.4.1 Общие сведения

Конструкция испарителя П4 показана на рисунках 1.1–1.10. Основные функциональные узлы испарителя П4:

Блок пиролиза – термостат испарителя пиролитического;

Блок криофокусировки – (L-CO2) ловушка;

Блок криофокусировки – обогреваемая переходная линия;

Регуляторы давления и расхода газов (принадлежность хроматографа);

Блок криофокусировки – клапан подачи углекислоты;

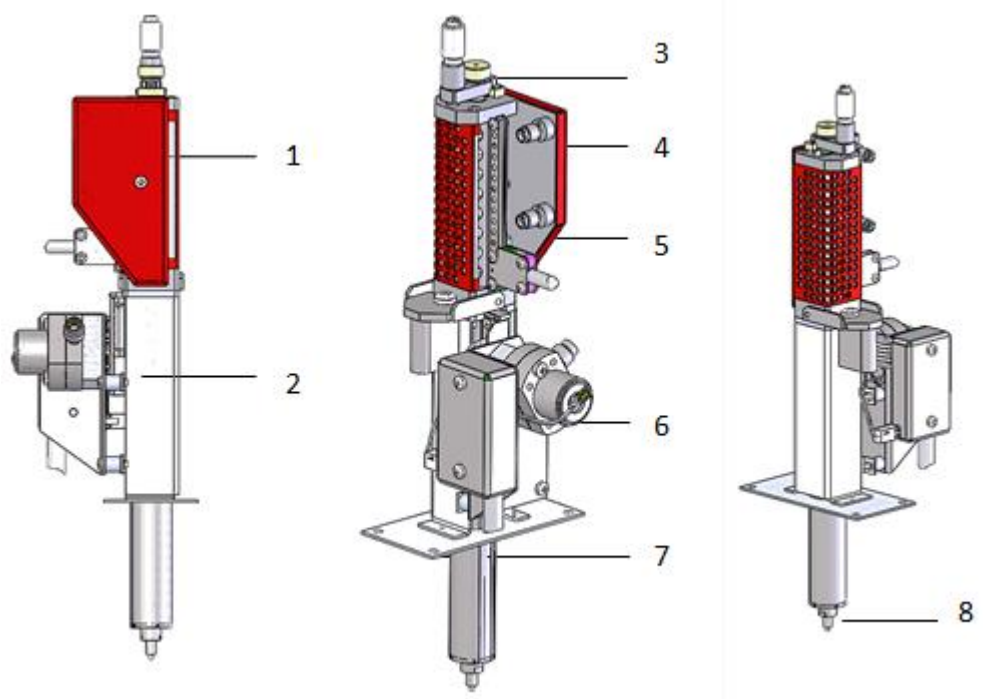
Блок управления – источники питания;

Блок управления – контроллер;

Блок управления – светодиодная индикация;

Блок управления – полка;

Подставка под баллон с жидкой углекислотой.



1 – блок пиролиза (термостат испарителя пиролитического, температура в котором регулируется); 2 – блок криофокусировки; 3 – адаптер (герметизирующий переходник) для замены трубок в термостате блока пиролиза; 4 – канал для подвода газа-носителя; 5 – выход (сброс) пробы (отводящий канал используется для деления потока в системе испарителя П4); 6 – клапан дозированной подачи жидкой углекислоты в блок криофокусировки; 7 – панель для крепления испарителя П4 на площадке для испарителя хроматографа; 8 – вход капиллярной колонки в испаритель П4

Рисунок 1.1 – Общий вид испарителя П4

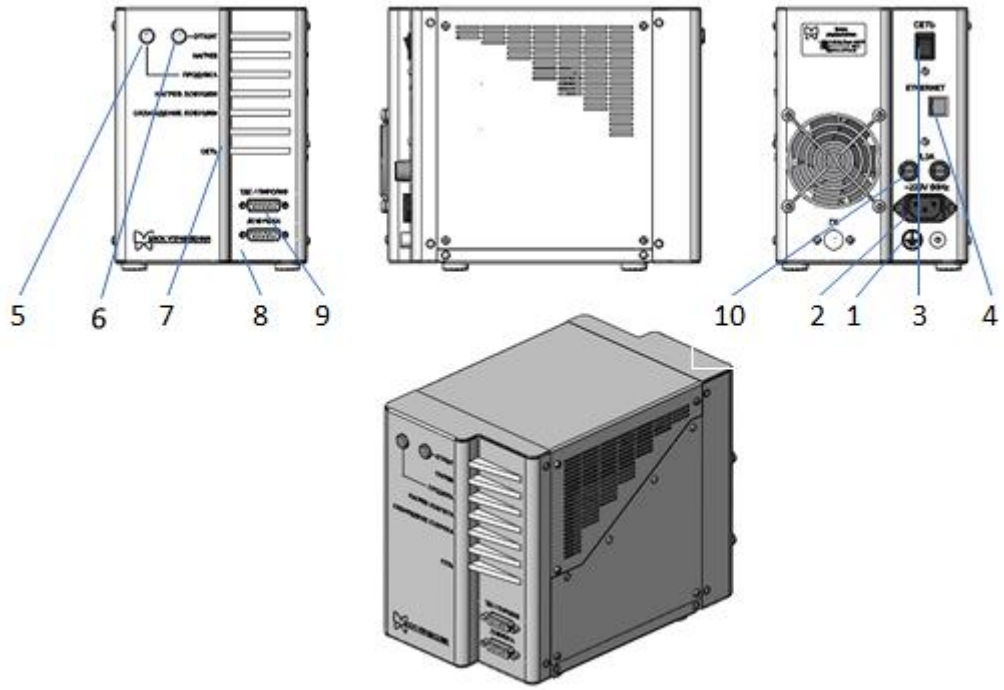
Блок пиролиза, совместно с установленным на нем адаптером (герметизирующим переходником), для смены трубок с твердыми пробами, размещаемыми в термостате блока пиролиза, обеспечивает отбор и ввод заданного количества испаряемой с твердой пробы парогазовой фазы при заданной температуре термодесорбции или пиролиза. При этом блок пиролиза через адаптер обеспечивает также ввод жидких образцов в термостат испарителя пиролитического через ввод жидкой пробы шприцем.

1.4.2 Блок управляющий работой испарителя П4

Блок управления служит для управления работой испарителя П4 и содержит блоки питания и плату контроллера.

На передней панели блока управления расположена световая индикация 1-7, показывающая этапы работы испарителя П4. Назначение световой индикации информирование о выполнении программы термодесорбции или пиролиза в соответствии с заданной методикой анализа. Свечение красного (оранжевого) светового индикатора информирует о включенном состоянии испарителя П4. На передней панели блока управления расположены разъемы для подключения и управления блоком пиролиза и блоком криофокусировки испарителя П4. На передней панели блока управления расположены кнопки управления командами "отжиг" и "подготовка". Нажатие кнопки "подготовка" инициирует выполнение этапа подготовки в соответствии с методикой, переданной в блок управления. Нажатие кнопки "отжиг"

инициирует выполнение этапа отжиг в соответствии с методикой, переданной в блок управления (примечание: использовать режим отжиг рекомендуется при выполнении на хроматографе команды "продувка", заданной оператором (как правило при работе с программой “Хроматэк Аналитик 3.0” данные кнопки "отжиг" и "подготовка" не используются, так как выполняются программой “Хроматэк Аналитик 3.0” автоматически в соответствии с методикой анализа, установленной в программе)).



1 – разъем (винт) для подключения заземления, 2 – гнездо под кабель питания "Сеть 220 В, 50 Гц", 3 – выключатель питания (сетевой тумблер), 4 – разъем Ethernet, 5 – кнопка "Подготовка", 6 – кнопка "Отжиг", 7 – световые индикаторы состояния, 8 – нижний разъем для подключения блока криофокусировки (L-CO2) (ловушка и переходная линия), 9 – верхний разъем подключение блока пиролиза, 10 – предохранители

Рисунок 1.2 – Вид блока управления испарителя П4 сверху, сбоку, вид со стороны задней стенки и вид со стороны передней панели

Требования к электропитанию, габариты и вес блока управляющего Испарителя П4:

- длина 295 мм, ширина 225 мм, высота 135 мм;
- масса 3,5 кг;
- питание от сети переменного напряжения от 198 до 242 В, частотой от 49 до 51 Гц;
- максимальная потребляемая мощность 260 Вт;
- установлен предохранитель на 6,3 А.

1.4.3 Полка для установки блока управления испарителя П4 на хроматограф

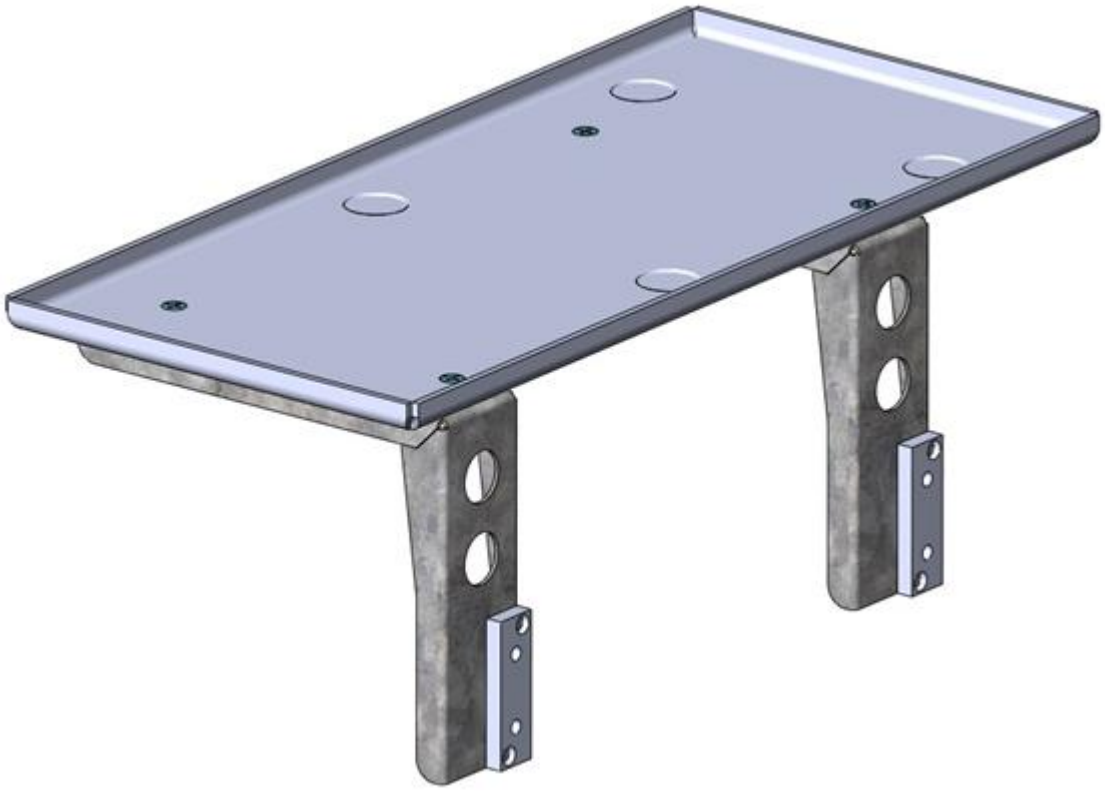
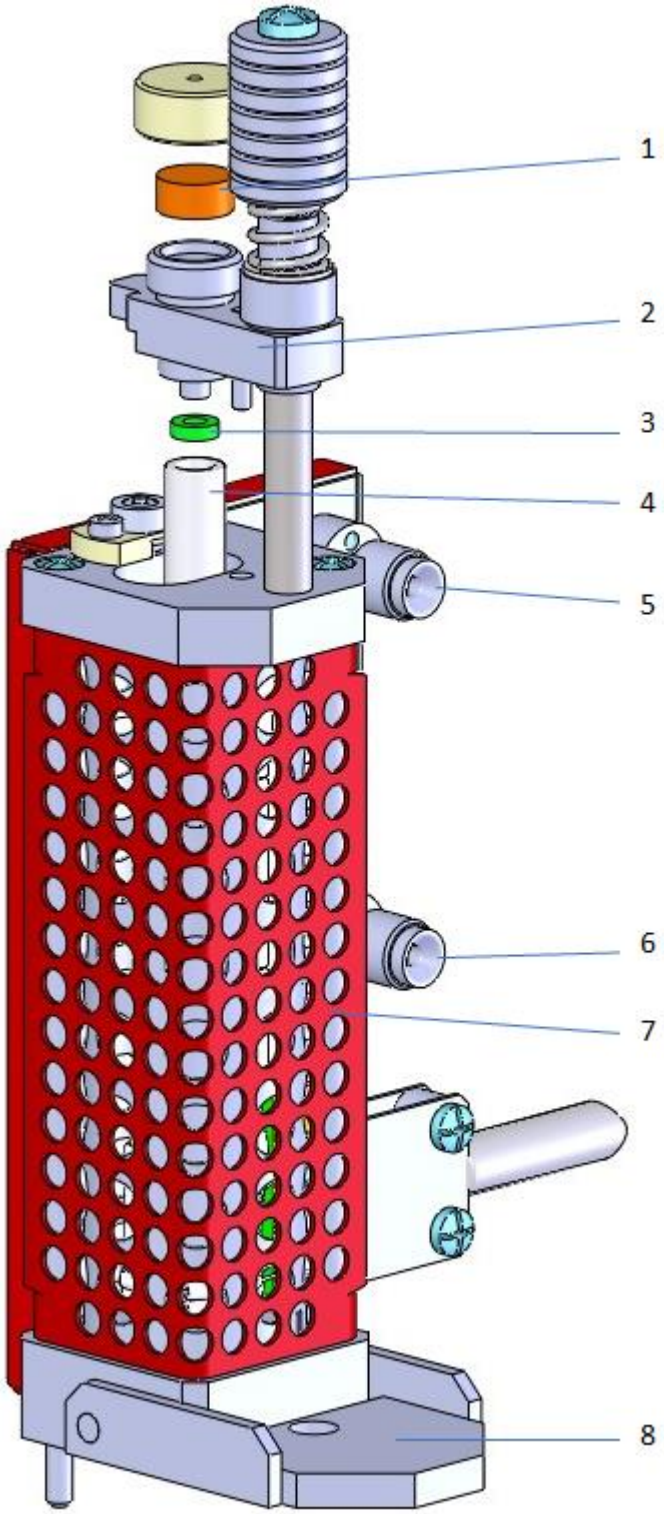


Рисунок 1.3 – Вид полки для блока управления испарителя П4 214.6.410.022

Для установки на хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000", "Хроматэк-Кристалл 9000" используется полка 214.6.410.022. Полка устанавливается с левой стороны на хроматограф и крепится двумя винтами на верхней панели хроматографа сверху слева.

1.4.4 Блок пиролиза



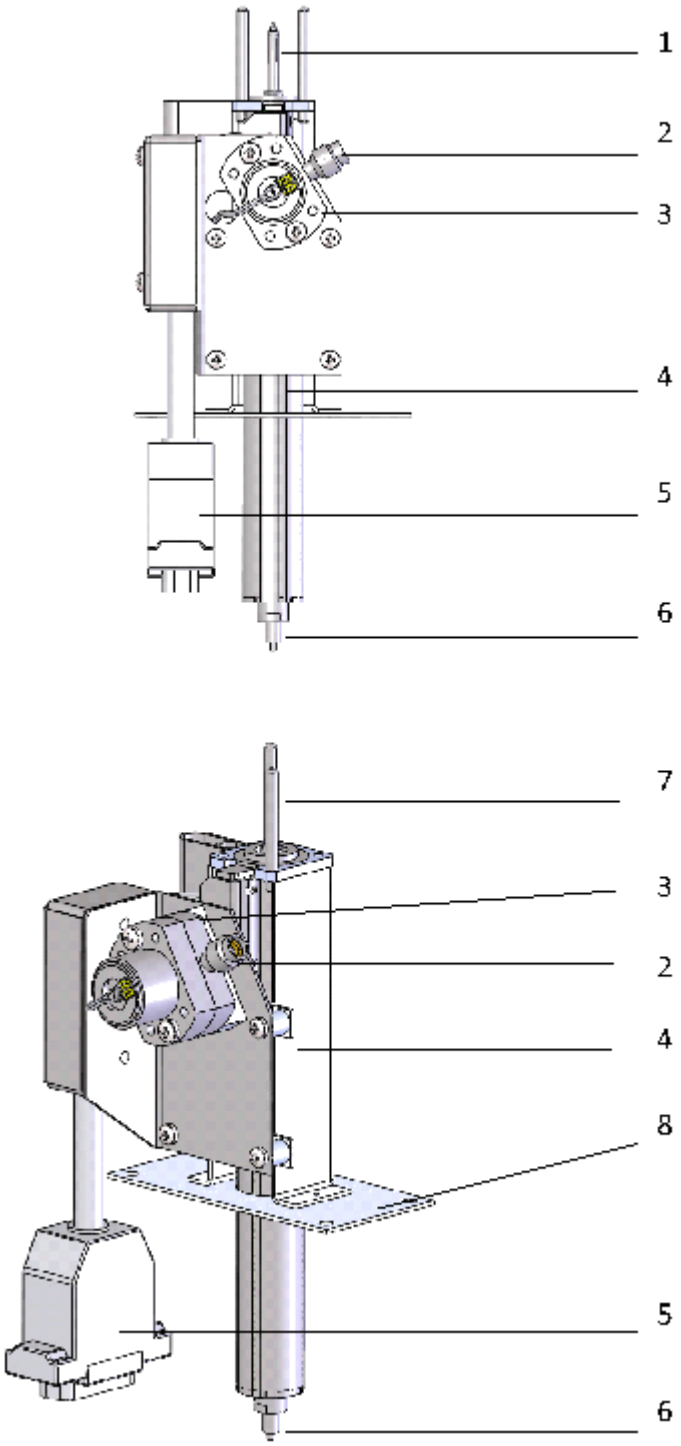
1 – Прокладка 214.8.685.042-01; 2 – Испаритель П4 с адаптером (герметизирующим переходником); 3 – Кольцо 214.8.683.142 (уплотнение трубки сверху (6-2-1 мм)); 4 – Трубка 214.7.352.091-02; 5 – Вход газа-носителя; 6 – Выход (сброс) пробы; 7 – Корпус блока пиролиза; 8 – Площадка для установки блока пиролиза на блок криофокусировки

Рисунок 1.4 – Вид блока пиролиза (испарителя П4)



Рисунок 1.5 – Трубка 214.7.352.091-02 (правильная установка)

1.4.5 Блок криофокусировки



1 – переходная линия, 2 – штуцер входа в клапан линии хладагента с баллона (баллона с углекислотой), 3 – клапан подачи углекислоты в блок криофокусировки, 4 – корпус блока криофокусировки, 5 – разъем для подключения к блоку управления, 6 – вход капиллярной колонки в блок криофокусировки, 7 – направляющие для установки блока пиролиза на блок криофокусировки, 8 – площадка для крепления испарителя П4 на площадку для испарителя на хроматографе

Рисунок 1.6 – Блок криофокусировки

Блок криофокусировки действует как криогенная ловушка: фокусирует и концентрирует на участке капиллярной колонки или предколонки подлежащие анализу вещества, и (после

этого) переносит их в капиллярную колонку с помощью быстрого нагрева. Блок пиролиза в сочетании с блоком криофокусировки дает возможность повысить эффективность разделения пробы в капиллярной колонке. Основой блока криофокусировки является криоловушка и переходная линия, куда дозировано подается хладагент (углекислота) с помощью программно – управляемого клапана для обеспечения фокусирования пробы при температурах от плюс 10 до минус 50 °С. Универсальность системы дает возможность производить десорбцию и пиролиз с делением потока или без такого деления. На рисунке 1.6 показан вид сбоку и сверху блока криофокусировки в верхней части с переходной линией. В нижней части модуля криофокусировки расположен вход капиллярной колонки в блок криофокусировки, закрепляемой накидной гайкой 214.8.930.339-01 с графитовой феррулой 0,4 mm ID Vespel Graphite (уплотнение колонки 0,25 мм) или графитовой ферулой 0,5 mm ID Vespel Graphite (уплотнение колонки 0,32 мм).

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

Габариты и вес блока криофокусировки:

длина: 120 мм (с переходной линией и гайкой, фиксирующей колонку);

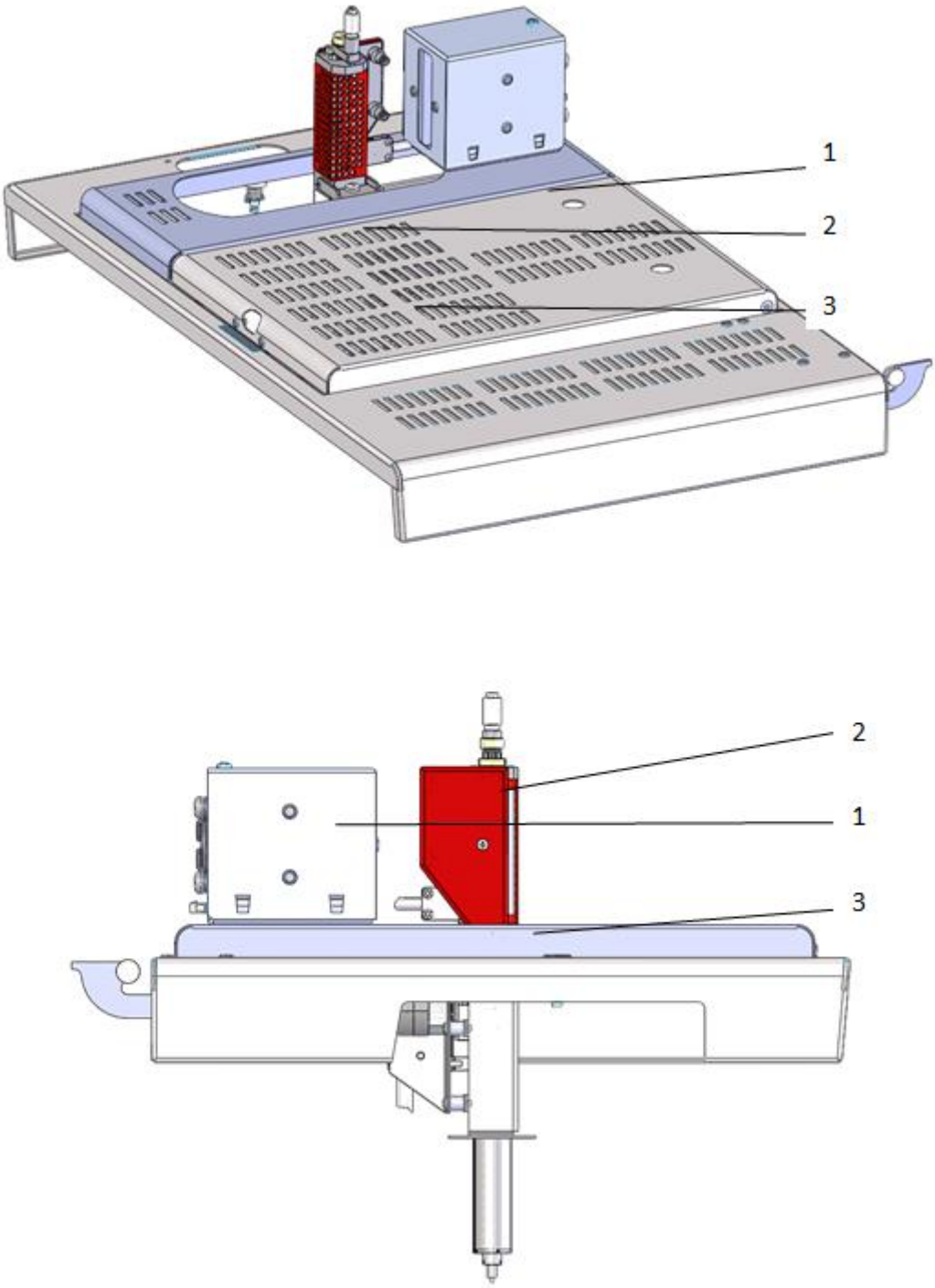
ширина корпуса: 35 мм;

масса: 0,240 кг.

1.4.6 Испаритель П4 расположение

Испаритель П4 устанавливается на место штатного испарителя хроматографа, воздуховод воздушного охлаждения испарителя П4 – на специальную панель верхней крышки хроматографа.

На основании блока криофокусировки имеется площадка с четырьмя установочными отверстиями для установки на место штатного испарителя хроматографа. При установке воздуховода воздушного охлаждения на верхнюю крышку хроматографа установочные отверстия на воздуховоде совмещаются с установочными винтами на крышке 214.6.173.079-03. Крепление воздуховода обеспечивается установочными винтами.

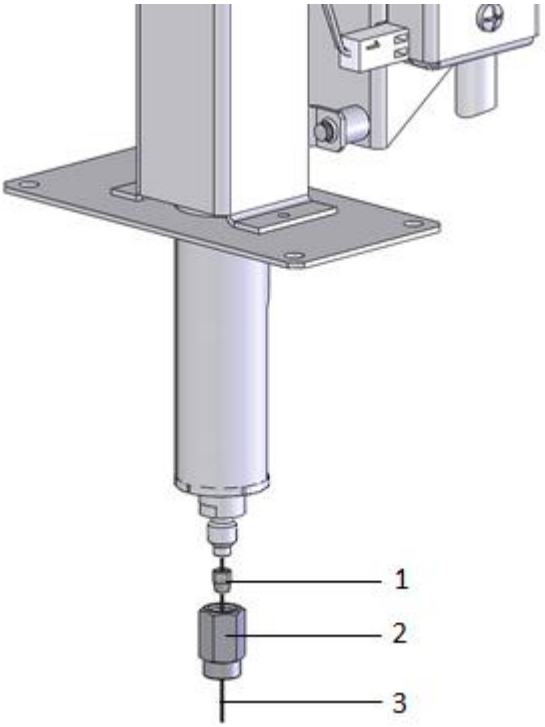


1 – воздуховод, 2 – блок пиролиза, 3 – верхняя крышка хроматографа

Рисунок 1.7 – Место установки воздуховода воздушного охлаждения и испарителя П4

На рисунке выше показан испаритель пиролитический П4 с турбированным вентилятором воздушного охлаждения Воздуховод 214.5.883.099 – 1, установленный на верхней крышке 214.6.173.079-03 хроматографа – 3 за блоком пиролиза – 2. Показан вид испарителя пиролитического П4, расположенного на хроматографе над верхней крышкой хроматографа и сзади от испарителя пиролитического П4, расположение вентилятора воздушного охлаждения Воздуховод 214.5.883.099 – 1 испарителя пиролитического П4 (блок пиролиза). Испаритель пиролитический при установке П4 увеличивает высоту над верхней крышкой хроматографа на 60 мм.

1.4.7 Крепление капиллярной колонки к блоку криофокусировки



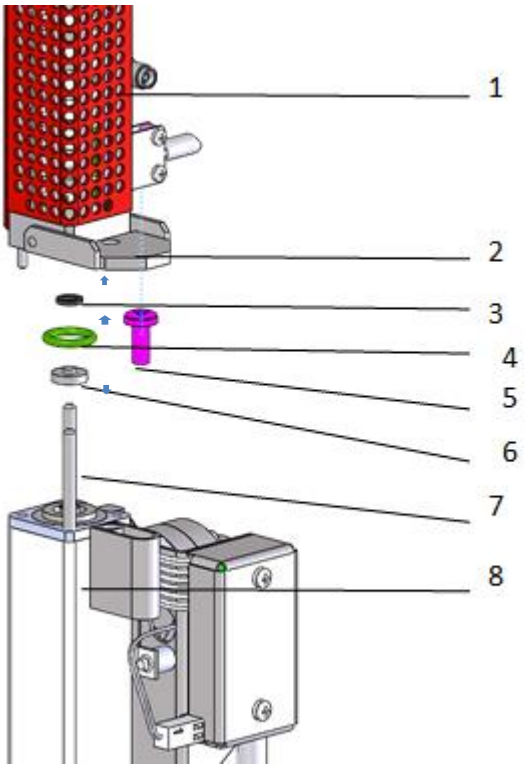
1 – феррула; 2 – гайка 214.8.930.339-01; 3 – капиллярная колонка

Рисунок 1.8 – Установка капиллярной колонки в испаритель П4

Феррула (1) 0,4 mm ID Vespel Graphite или феррула 0,5 mm ID Vespel Graphite. Капиллярная колонка (3) устанавливается на всю длину блока криофокусировки и выступает из переходной линии на 3-5 мм.

1.4.8 Установка блока пиролиза на блок криофокусировки

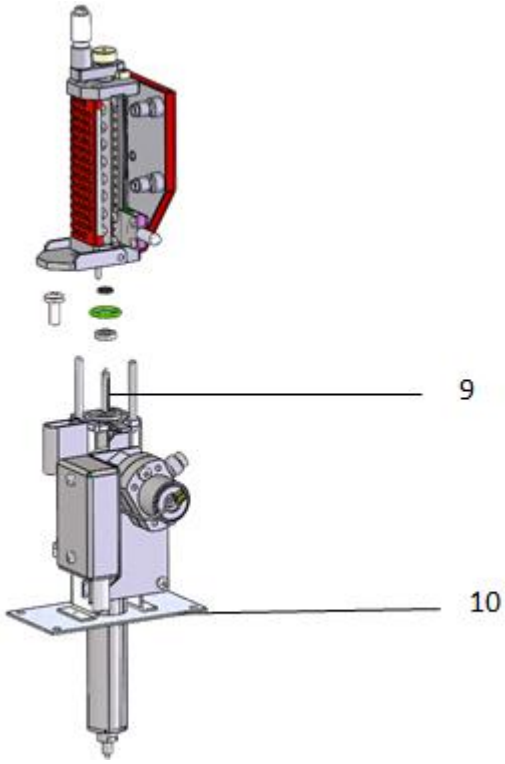
Блок пиролиза устанавливается на блок криофокусировки через переходную линию с помощью установки по направляющим на блоке криофокусировки и крепления блока пиролиза на площадке блока криофокусировки винтом.



1 – Блок пиролиза; 2 – Площадка для установки блока пиролиза на блок криофокусировки; 3 – Кольцо 214.8.683.143 (уплотнение трубки снизу 6,2-3,5-1 мм); 4 – Кольцо 214.8.685.090 (уплотнение между блоком пиролиза и блоком криофокусировки); 5 – Винт 214.8.900.175; 6 – Прокладка 214.8.600.668; 7 – Направляющие для установки блока пиролиза на блок криофокусировки, 8 – Блок криофокусировки

Рисунок 1.9 – Установка блока пиролиза на блок криофокусировки

Испаритель пиролитический устанавливается на место штатного испарителя хроматографа “Хроматэк Кристалл 5000” с помощью платформы – 10 для установки испарителя П4 на площадку для испарителя хроматографа и крепится винтами М3х6.

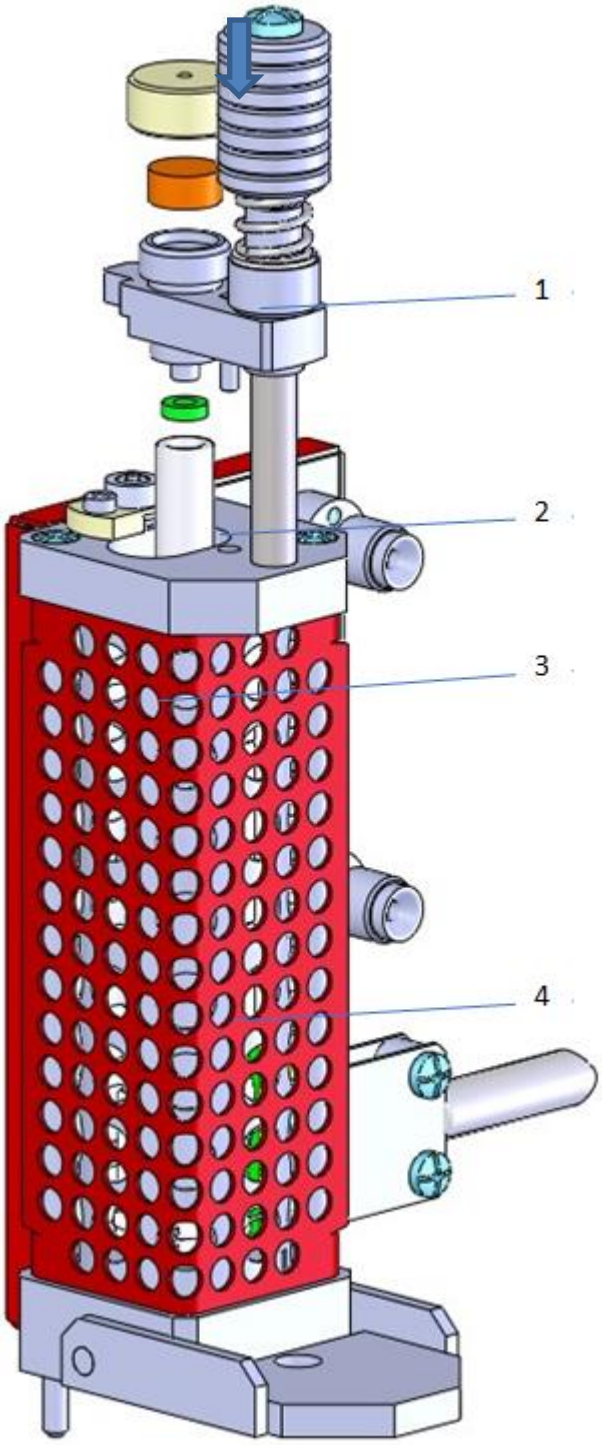


9 – Переходная линия; 10 – Платформа для установки испарителя П4 на площадку для испарителя хроматографа винтами М3х6

Рисунок 1.10 – Установка блока пиролиза на блок криофокусировки (L-CO2)

1.4.9 Установка трубки с твердой пробой в испарителе П4

Установка и смена трубки в испарителе П4 производится через адаптер (герметизирующий переходник) в верхней части блока пиролиза. Адаптер (герметизирующий переходник) представляет собой подвижный механизм с установленными на него уплотнениями для трубок сверху. Служит для перемещения во время смены трубок вверх и в сторону, т.е. в двух направлениях (в вертикальной и горизонтальной плоскости).



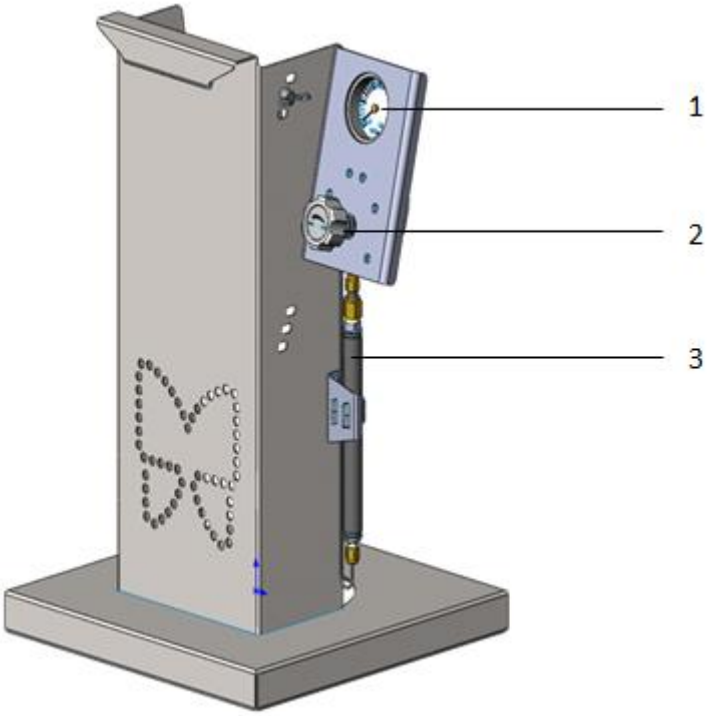
1 – гайка; 2 – адаптер (герметизирующий переходник), 3 – трубка, 4 – блок пиролиза

Рисунок 1.11 – Установка трубки в испаритель П4 и уплотнения адаптера (герметизирующего переходника)

Адаптер (герметизирующий переходник) к блоку пиролиза, предназначен для уплотнения трубки сверху. Для быстрой смены трубки выкрутить гайку (1) против часовой стрелки, поднять адаптер (2) вверх до легкого упора и повернуть в сторону, пинцетом вынуть трубку (3) из термостата блока пиролиза, поставить другую трубку с пробой, совместить адаптер с корпусом блока пиролиза, прижать пальцем (как указано на рис.1.11) и повернуть адаптер обратно по центру над трубкой, закрутить верхнюю гайку (1) адаптера (2) по часовой стрелке.

1.4.10 Подставка под баллон с углекислотой

Подставка под баллон с жидкой углекислотой для работы с хладагентом (L-CO2) для подачи углекислоты на клапан блока криофокусировки.



1 – Манометр ДМ2029У2-16МПа-Кис ТУ, 2 – Вентиль 214.6.451.008-04, 3 – Фильтр 214.5.884.048-02

Рисунок 1.12 – Подставка под баллон с углекислотой вид сбоку

На рисунке ниже показана схема подключения подставки к баллону с углекислотой объемом 5-8 л.

Собранная конструкция подключения трубопровода обмыливается на предмет наличия утечек при открытом баллоне. Для фиксации открытого баллона используется струбцина – (7), которая фиксирует ручку баллона (запорно-пусковое устройство) в открытом состоянии для подачи углекислоты в линию на клапан блока криофокусировки.

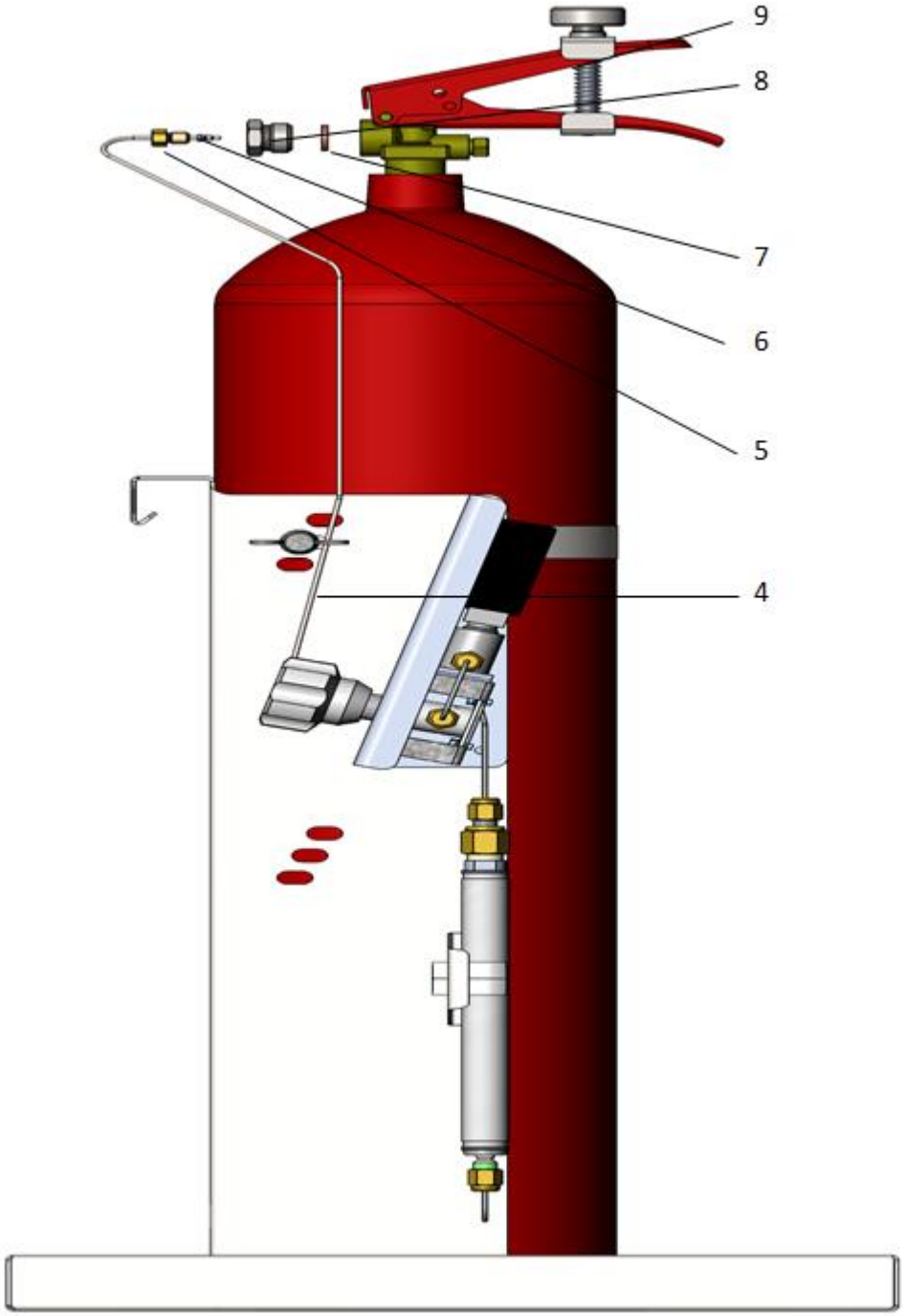
При перезаправке баллона жидкой углекислотой рекомендуется заменить запорно-пусковое устройство в баллоне на ЗПУ вентильного типа, входящего в состав ЗИП испарителя П4. На рисунке также показана подставка в сборе, с подключенной газовой арматурой, с фильтром от влаги (3), манометром давления углекислоты в баллоне (1) и вентилем подачи углекислоты (2) в линию на клапан в модуле (L-CO2).

Баллон – сосуд, имеющий одну или две горловины для установки вентилей, фланцев или штуцеров, предназначенный для транспортировки, хранения и использования сжатых, сжиженных или растворенных под давлением газов.

- К эксплуатации допускаются только исправные и освидетельствованные газовые баллоны (с углекислотой).

- Вентиль газового баллона с углекислотой должен быть плотно ввернут в отверстие горловины или в расходно-наполнительные штуцера у специальных баллонов, не имеющих горловины.
- Стенки баллона с углекислотой не должны иметь вмятин, трещин, вздутий, сильной коррозии и иных деформаций.
- Баллон с углекислотой должен быть окрашен и маркирован соответственно ГОСТ. Остаточная окраска баллона должна быть не менее 70%.
- Баллон с углекислотой должен иметь остаточное давление не менее 0,05 МПа (0,5 кгс/см2).
- Паспорт баллона с углекислотой должен читаться.

Баллон должен быть освидетельствован. Ремонт вентиля и освидетельствование баллонов, может проводить только специализированная организация, имеющая специальное разрешение на ремонт сосудов, работающих под давлением. Баллоны могут храниться как в специальных помещениях, так и на открытом воздухе, при условии, что они защищены от атмосферных осадков и солнечных лучей. На баллоне должен быть выбит вес пустого (нетто) и заправленного CO2 (брутто) баллона – по этим данным контролируется полнота заправки. Максимальный объем заполнения емкости углекислотой — не более 80 %, остальное пространство заполняется газом — это помогает стабилизировать давление, гарантировать безопасность перевозки. После заправки баллона углекислотой контролируется давление и заправленное количество CO2 посредством обычного взвешивания. В случае заправки баллона сверх нормы, нужно обязательно выпустить (стравить) лишний газ.



4 – Трубка 1,6*0,3-12*18Н10Т-А, 5 – Гайка 214.8.930.161, 6 – Муфта 214.8.658.039-01, 7 – Кольцо 214.8.241.255, 8 – Штуцер 214.8.652.677, 9 – Струбцина 214.6.894.001

Рисунок 1.13 – Схема подключения подставки 214.6.150.215 к баллону с углекислотой объемом 5-8 л

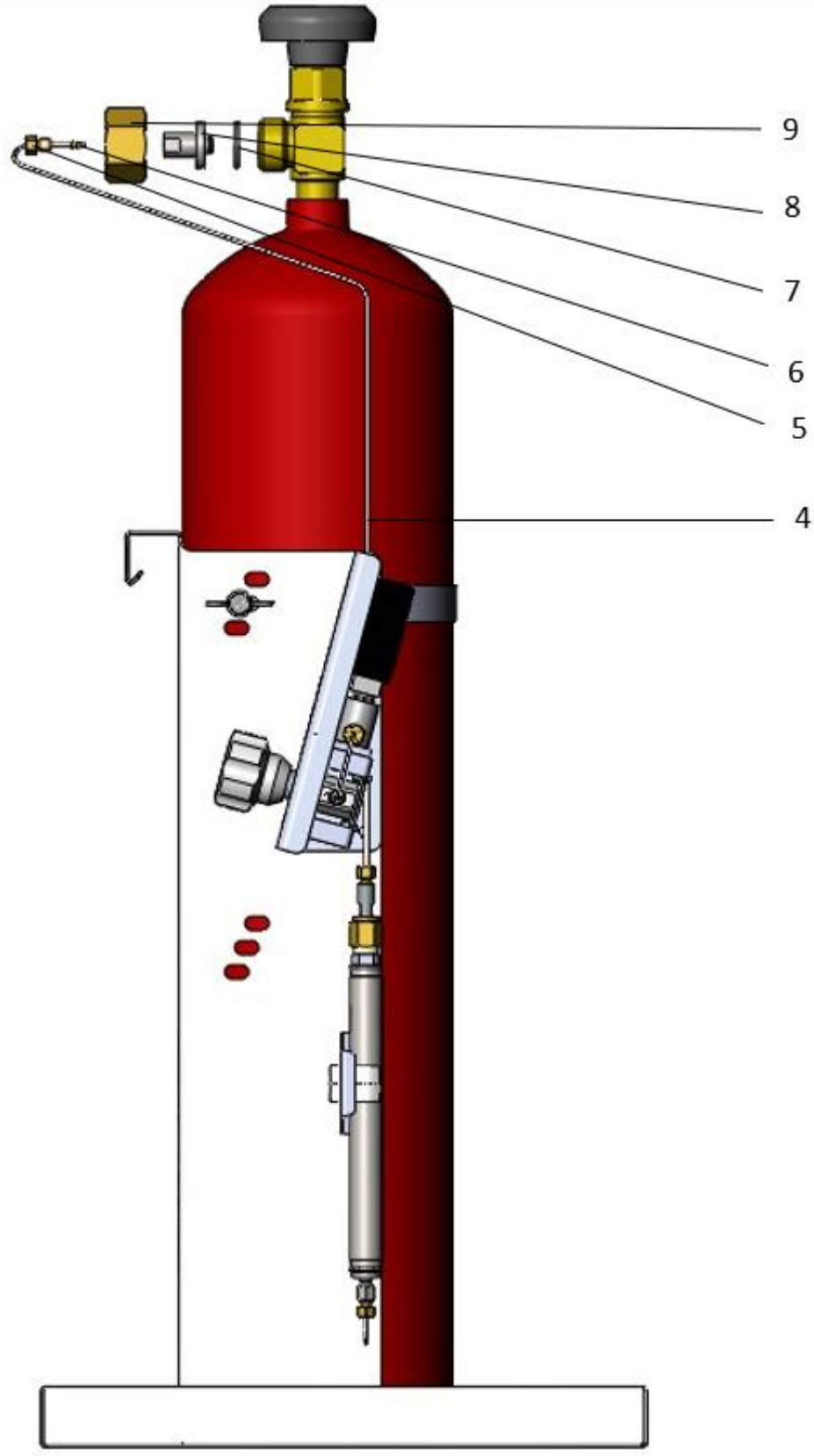
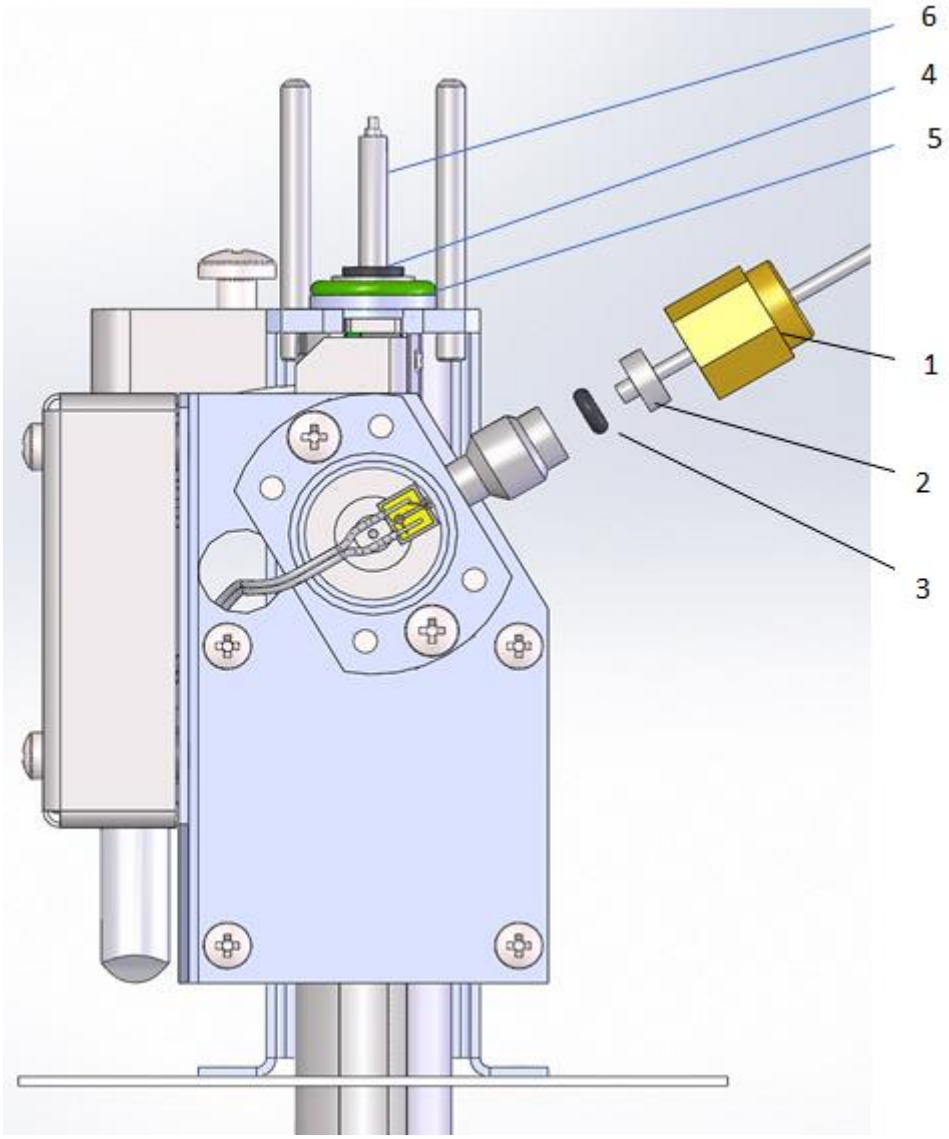


Рисунок 1.14 – Схема подключения подставки 214.6.150.215 к баллону вентильного типа с углекислотой объемом 5-8 л

4 – Трубка 1,6*0,3-12*18Н10Т-А, 5 – Гайка 214.8.930.161, 6 – Муфта 214.8.658.039-01, 7 – Прокладка 214.8.685.036-07 , 8 – Штуцер 214.8.652.648, 9 – Гайка 214.8.930.077

1.4.11 Подключение газовой арматуры к клапану БК



1 – Гайка 8.930.167-02; 2 – Трубопровод 214.6.457.245; 3 – Кольцо 214.8.683.117; 4 – Прокладка 214.8.600.668; 5 – Кольцо 214.8.685.090 (уплотнение между блоком пиролиза и блоком криофокусировки); 6 – Переходная линия

Рисунок 1.14 – Схема подключения газовой арматуры от подставки с баллоном к клапану блока криофокусировки

На рисунке 1.14 показана схема подключения газовой арматуры от подставки с баллоном с жидкой углекислотой к клапану блока криофокусировки. Во входное отверстие клапана вставляется трубопровод (2) с морозостойким резиновым кольцом (3) и закручивается гайкой (1).

Если при открытой линии от баллона с углекислотой по месту подключения газовой арматуры выявляется негерметичность, то гайка (1) подтягивается ключом на 45-90 градусов до устранения негерметичности.

2 Режимы работы испарителя П4

2.1 Основные обозначения и термины испарителя П4

Термостат Испарителя П4 с трубкой (Блок пиролиза). Предназначен для пиролиза и десорбции анализируемых компонентов с трубки с твердой пробой, жидкого образца и из микротрубки, заполненной сорбентом (десорбция). Блок пиролиза представляет собой корпус с нагревателем, в который помещается трубка с пробой. Верхняя часть блока пиролиза имеет быстросъемный адаптер (герметизирующий переходник), к которому подводится трубопровод подачи газа-носителя. Адаптер (герметизирующий переходник) удерживается навинчиваемой гайкой.

Температура термостата Испарителя П4 (Блока пиролиза) задается в диапазоне от плюс 50 до плюс 1000 °С и поддерживается постоянной в течение заданного времени.

Блок криофокусировки (L-CO2) (БК в дальнейшем). Обеспечивает концентрирование анализируемых компонентов. Блок криофокусировки представляет собой ловушку и переходную линию, в которые входит часть капиллярной колонки или предколонки с фазой (или без фазы), различной толщины пленки в зависимости от улавливаемых компонентов. Во время пиролиза и десорбции веществ с твердой пробы (жидкого образца), находящейся в трубке-лайнере БК охлаждается с помощью жидкой углекислоты подаваемой в БК электромагнитным клапаном до температуры установленной методикой. Во время ввода пробы в капиллярную колонку с помощью нагрева блок криофокусировки быстро разогревается со скоростью нагрева до 2000 °С/мин, обеспечивая эффективное разделение анализируемых соединений, сконцентрированных на начальном участке в капиллярной хроматографической колонке или предколонке. Температура ловушки блока криофокусировки во время концентрирования (режим охлаждения) пробы задается в диапазоне от минус 50 до плюс 10 °С, во время ввода пробы в хроматографическую колонку рекомендуемая температура нагрева ловушки – от плюс 200 до плюс 300 °С (в среднем плюс 250 °С).

Переходная линия (является частью блока криофокусировки). Используется для трансфера пробы из трубки-лайнера с пробой в блоке пиролиза в блок криофокусировки и капиллярную хроматографическую колонку или предколонку. Во избежание конденсации определяемых компонентов температура нагрева переходной линии поддерживается постоянной в рабочем диапазоне от плюс 50 до плюс 350 °С, температура охлаждения находится в диапазоне температур охлаждения ловушки (от минус 50 до плюс 10 °С). На начальном участке переходной линии находится участок капиллярной колонки (3-5 мм), заходящий в трубку-лайнер. Переходная линия является частью блока криофокусировки и наряду с ловушкой блока криофокусировки обеспечивает концентрирование анализируемых компонентов в режиме охлаждения (в режиме 3: одновременный нагрев переходной линии и ловушки) и последующий перенос сконцентрированных веществ в ловушку в режиме нагрева переходной линии.

Клапан электромагнитный (является частью блока криофокусировки). Обеспечивает подачу углекислоты непосредственно в блок криофокусировки (L-CO2).

Управление клапаном осуществляется с помощью программы управления. Работа клапана в режиме охлаждения контролируется температурными датчиками и программой управления.

Клапан (в линию сброса газа). Обеспечивает перекрывание сброса газа (пробы) в момент десорбции пробы блока пиролиза испарителя П4 (сброс пробы = 0). Используется при работе

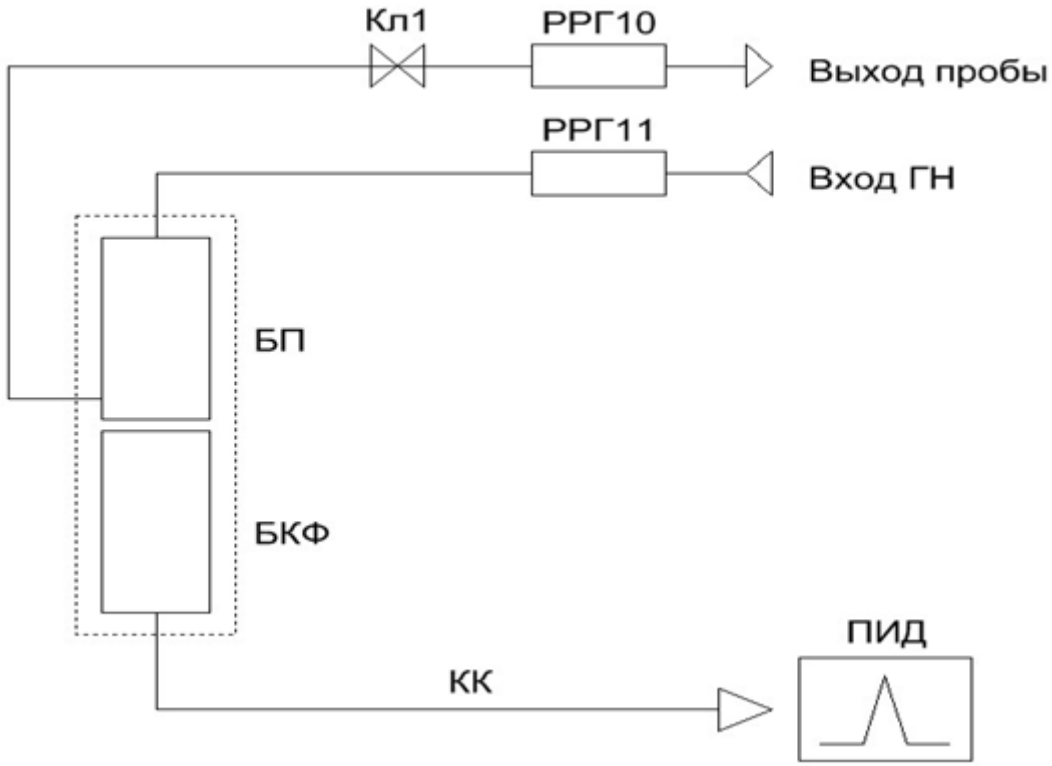
без деления потока (без сброса пробы). Нормальное положение клапана (без подачи напряжения) – открытое.

Источники питания в блоке управления. Формируют необходимые питающие напряжения составных частей испарителя П4.

Контроллер. Обеспечивает хранение алгоритмов работы, задание параметров методик, задание и поддержание температур испарителя пиролитического П4: блок пиролиза, блока криофокусировки – ловушки, переходной линии, управление электроприводом клапана подачи хладагента в ловушку, а также связь испарителя П4 с хроматографом или связь испарителя П4 с ПК (при использовании Испарителя П4 как внешнего устройства).

Светодиодные индикаторы. Используются для визуального контроля рабочих параметров.

Схема газовая принципиальная испарителя П4 показана на рисунке 2.1. Данная схема используется при проведении исследований методом термодесорбции. Ее преимущество в отсутствии лишних соединений в газовой линии и исключение возможности потери части пробы.



Кл1 – клапан сброса; РРГ10 – регулятор расхода газа; РРГ11 – регулятор давления газа-носителя; БП – блок пиролиза; БКФ – блок криофокусировки; КК – капиллярная колонка; ПИД – пламенно-ионизационный детектор.

Рисунок 2.1 – Схема газовая принципиальная испарителя П4

2.2 Работа Испарителя П4 (общие принципы)

Работа испарителя П4 осуществляется в следующей последовательности:

Отжиг (предварительный нагрев пробы до плюс 45 °С в течение 5 минут, если требуется, данный этап необязательный);

Подготовка;

Готовность;

Анализ (пиролиз или десорбция);

Очистка трубки (при помощи газовой горелки 500JET из комплекта ЗИП).

Перед проведением анализа трубка-лайнер проверяется на герметичность путем измерения падения давления в газовой линии (на линию сброса пробы устанавливается заглушка). Если падение давления составляет менее установленного значения, необходимо проверить герметичность установки трубки в термостат испарителя П4 (блока пиролиза). В нормальном режиме работы испарителя П4 суммарное значение расходов не должно превышать допустимого более, чем на 1 мл/мин. После проверки герметичности установки трубки в испаритель П4 устанавливается расход газа-носителя.

Подготовка – Готовность

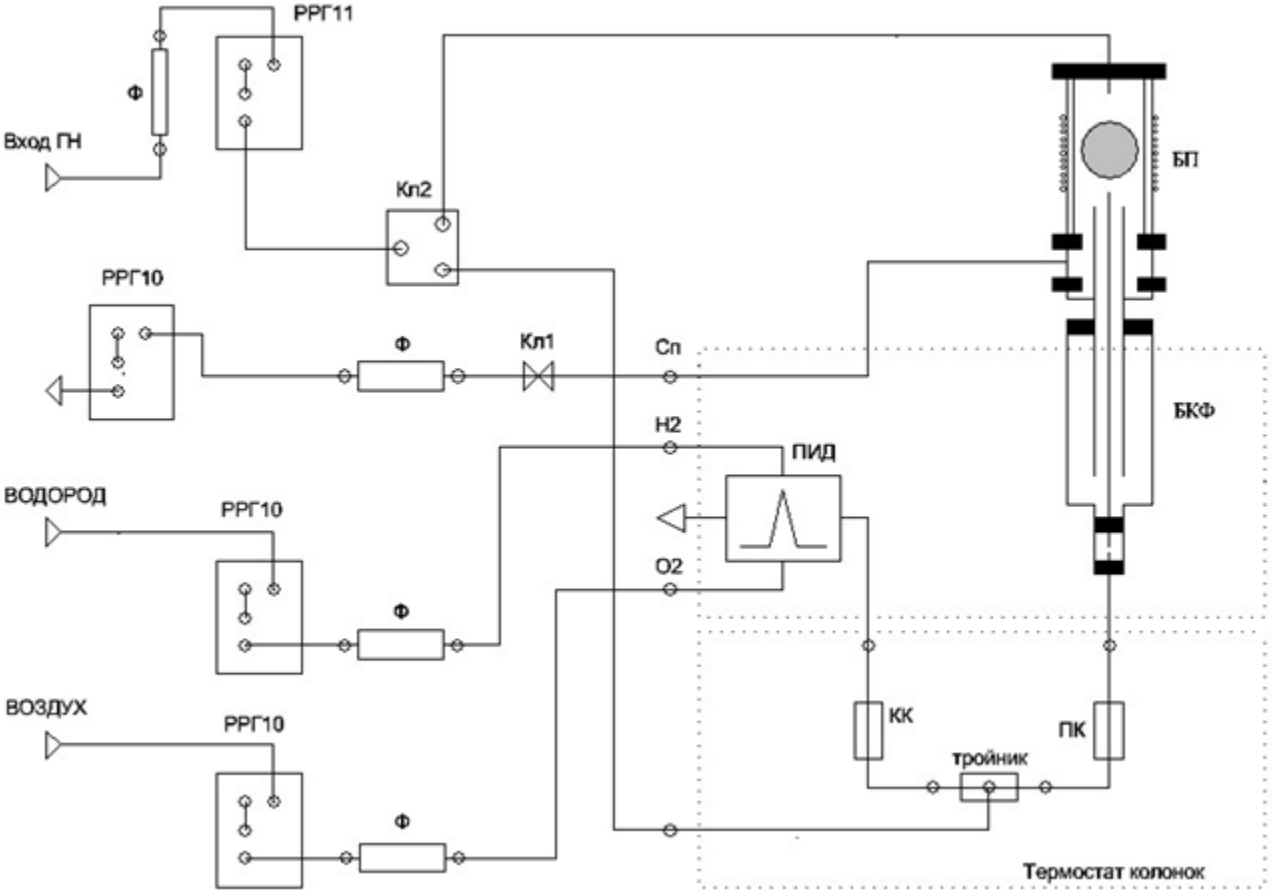
Испаритель П4 находится в режиме подготовки до выполнения всех активных серий анализов. Режим подготовка наступает после передачи режима хроматографа из панели управления, после старта с панели хроматографа или с планировщика запуска нового анализа или активной серии анализов. При выходе на режим готовность устанавливаются и поддерживаются заданные через панель управления температуры охлаждения ловушки и нагрева других устройств (в зависимости от выбранного режима работы испарителя П4).

На этапе "Готовность" устанавливаются заданные значения расхода газа-носителя, расходы по сбросу (деление потока), температуры блока криофокусировки (переходной линии и температура охлаждения ловушки), температуры блока пиролиза (для режима 2). Клапан подачи хладагента подает хладагент в блок криофокусировки для установки температуры охлаждения ловушки (для режима 1 и 2) и охлаждения переходной линии (для режима 3).

Анализ: пиролиз или десорбция, нагрев переходной линии и ловушки

На этапе "Готовность" при старте "Анализ" запускается выполнение анализа. В режиме Анализ запускаются процессы пиролиза или десорбции, концентрирование продуктов пиролиза и десорбции в блоке криофокусировки (ловушке) и переходной линии (для режима 3).

На этом этапе анализируемые вещества потоком газа-носителя переносятся из трубки с пробой в охлаждаемую хладагентом ловушку и переходную линию (режим 3), в которых происходит их концентрирование. Этап "Анализ" наступает после старта с панели хроматографа или с планировщика и запуска новой активной серии анализов. При этом устанавливаются текущие температуры термодесорбции или пиролиза, заданные в методике или планировщике.



Кл1 – Клапан в линии сброса пробы; ф – фильтр; РРГ10 – регулятор расхода; Кл2 – клапан переключения потока газа-носителя; РРГ11 – регулятор давления газа-носителя; БП – блок пиролиза; БКФ – блок криофокусировки; КК – капиллярная колонка; ПК – предколонка капиллярная; тройник – тройник в термостате; ПИД – пламенно-ионизационный детектор.

Рисунок 2.2 – Схема газовая принципиальная испарителя П4 с использованием режима "обратной продувки" предколонки капиллярной

Примечание: схема с использованием режима "обратной продувки" предполагает наличие клапана переключения потоков в линии газа – носителя и тройник для подключения капиллярной колонки и предколонки капиллярной. Схема предполагает обратный отдув в режиме анализа тяжелых продуктов пиролиза и десорбции (для исключения их попадания в капиллярную колонку) по окончании пиролиза или десорбции пробы и ввода летучих компонентов в капиллярную колонку.

В положение "Анализ" устанавливается температура пиролиза или десорбции в термостате испарителя П4 (блоке пиролиза), используется установленный в режиме "Готовность" температурный режим блока криофокусировки (ловушки), переходной линии для криофокусировки компонентов пиролиза или десорбции и поддерживается в течение заданного времени. Далее нагрев трубки прекращается, начинается нагрев переходной линии (время включения нагрева переходной линии относительно нагрева ловушки можно регулировать, режим 3), начинается нагрев ловушки (блок криофокусировки). Анализируемые вещества десорбируются с блока криофокусировки (при быстром нагреве ловушки со скоростью до 2500 °С/мин) и уносятся потоком газа-носителя в хроматографическую колонку и далее в детектор.

Режимы работы Испарителя П4 представляют собой набор команд, выполняемых последовательно. Во время этого этапа нагрев переходной линии для режима 3 рекомендуется включать за 60 секунд до включения нагрева ловушки и прекращения этапа термодесорбции (время включения переходной линии до нагрева ловушки устанавливается). Т.е. по окончании этапа десорбции или пиролиза, включается нагрев ловушки до установленной температуры на указанное время, при этом продолжается нагрев переходной линии (в режиме 3), окончание нагрева ловушки и переходной линии (режим 3), окончание этапа "Анализ", который по времени должен совпадать с временем выхода всех исследуемых компонентов.

Очистка трубки перед отбором пробы

Очистка трубки производится после окончания этапа Анализ и после выхода хроматографа на установленную начальную температуру следующего анализа. При смене пробы из термостата блока пиролиза достают трубку с исследованной пробой и устанавливают в термостат другую трубку с пробой для следующего анализа.

Очистку трубки осуществляют на специальной подставке обжигом в пламени газовой горелки, входящей в комплект поставки испарителя П4, в течение 10-15 секунд.

Отбор пробы

Выполняется после очистки трубки в пламени горелки и охлаждения трубки до комнатной температуры. Проба необходимого размера отбирается, взвешивается или вырезается с объекта исследования с указанием размеров и помещается пинцетом в трубку под сужение (на 0,5 – 0,7 мм выше сужения).

2.3 Режим № 1: "Пиролиз"

Режим рекомендуется для проведения анализов методом пиролиза.

Принцип работы испарителя П4 в режиме опции "Пиролиз" заключается в выполнении аналитического цикла одновременного нагрева термостата блока пиролиза и переходной линии в режиме "Анализ" для быстрого выхода на температурные режимы, установленные для каждого устройства. При этом нагрев переходной линии отключается одновременно с отключением нагрева термостата блока пиролиза в режиме "Пиролиз". Далее в аналитическом цикле с окончанием этапа "Пиролиз" отключается охлаждение ловушки и начинается нагрев ловушки до установленной температуры, рекомендуемые значения нагрева ловушки от плюс 250 до плюс 280 °С (при этом переходная линия не нагревается, ее нагрев закончен одновременно с нагревом "Пиролиз").

В работе опции "Пиролиз" (проведение анализа методом пиролиза) можно выделить следующие этапы:

- выполнение режима "Подготовка-Готовность" при использовании опции "Предстарт";
- охлаждение ловушки до заданной температуры и поддержание заданной температуры охлаждения в режиме подготовка-готовность.
- Старт этапа "Анализ", температуры "блока пиролиза" и переходной линии выходят до установленных рабочей методикой значений, которые поддерживаются в течение установленного времени (рекомендуемые значения для пиролиза от 1 до 2 минут) при этом ловушка находится в режиме охлаждения:

- окончание этапа "Пиролиз", отключение нагрева термостата блока пиролиза и переходной линии, отключение охлаждения ловушки и включение нагрева ловушки до установленной температуры на указанное время;
- окончание нагрева ловушки;
- окончание этапа анализ по времени выхода исследуемых компонентов.

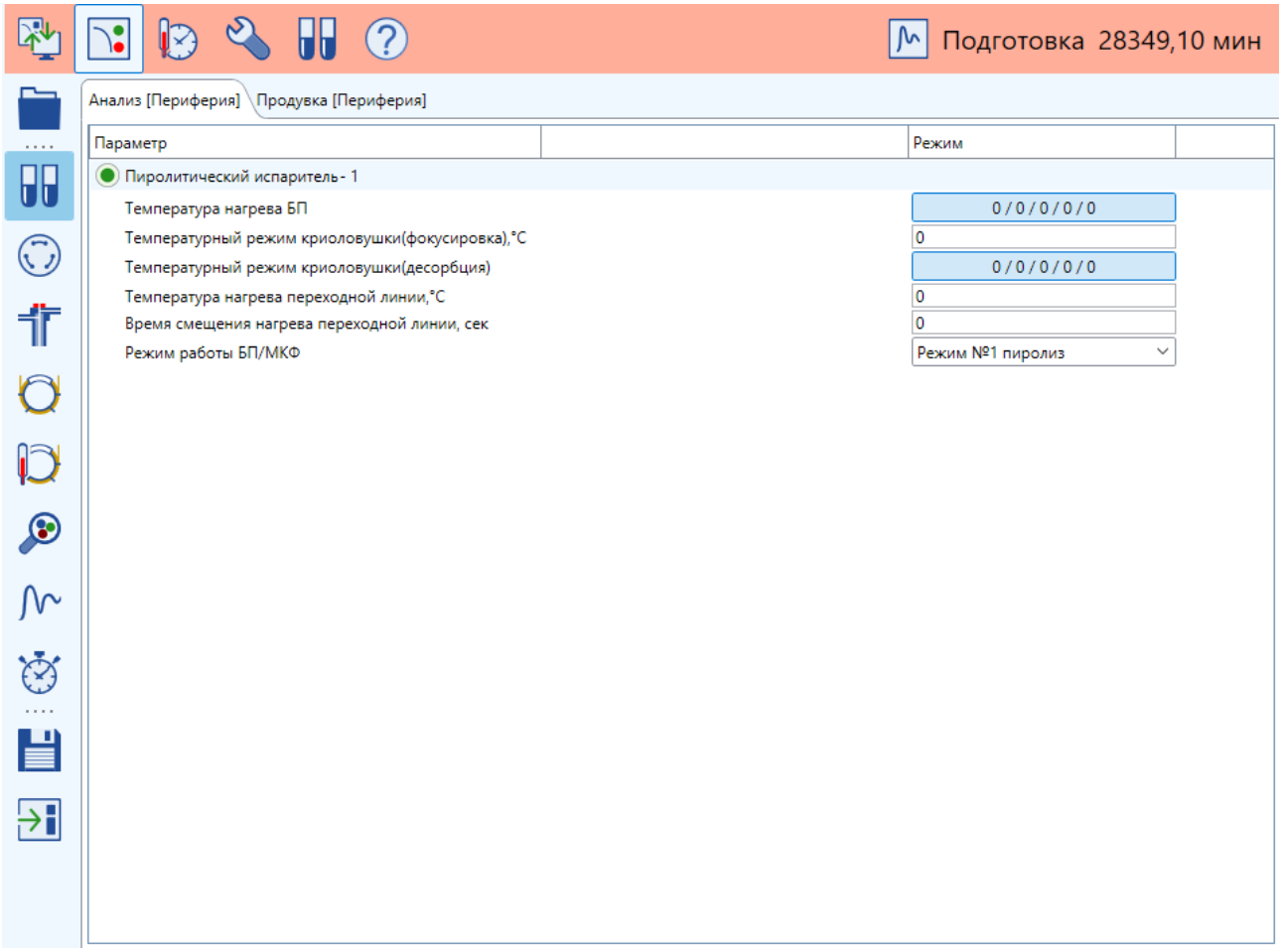


Рисунок 2.3 – Выбор метода "Пиролиз"

Все действия по подготовке твердой пробы объединяются в следующие группы:

- подготовка трубки, ее очистка после проведения анализа (включает очистку трубки в пламени горелки);
- отбор твердой пробы с объекта исследования (вырезка твердой пробы определенного размера, отбор пробы в порошках, грунтах и взвешивание навески пробы);
- установка трубки с пробой в термостат блока пиролиза.

Если пиролиз производится при высокой температуре (от 600 °С и выше) не всегда имеет смысл охлаждать блок криофокусировки до отрицательных значений, данный факт нужно учитывать заранее при работе с испарителем пиролитическим П4.Правильнее будет провести анализ пробы в два этапа, где первым этапом будет проведение пиролиза при относительно невысоких температурах пиролиза (200 – 300 °С), но при концентрировании в блоке криофокусировки (до -40 °С), а вторым этапом будет уже полноценный пиролиз данной пробы (от 600 °С и выше), криоловушка при этом тоже будет нагрета (максимум 350).

2.4 Режим № 2: "Программируемый испаритель"

Режим рекомендуется для ввода жидкой пробы в испаритель пиролитический.

Принцип работы в режиме опции "Программируемый испаритель" заключается в выполнении аналитического цикла одновременного нагрева термостата блока пиролиза и переходной линии блока криофокусировки на этапе "Подготовка-Готовность" (при использовании команды "Предстарт") для выхода на температурные режимы, установленные для каждого устройства до старта этапа анализ. При этом нагрев переходной линии в режиме анализа отключается одновременно с отключением нагрева термостата блока пиролиза в режиме "Программируемый испаритель" по окончании выполнения программы нагрева. Далее в аналитическом цикле с окончанием этапа нагрева "Программируемый испаритель" заканчивается охлаждение ловушки и начинается нагрев ловушки до установленной температуры, рекомендуемые значения нагрева ловушки от плюс 250 до плюс 280 °С (при этом переходная линия не нагревается, ее нагрев закончен одновременно с нагревом "Программируемого испарителя").

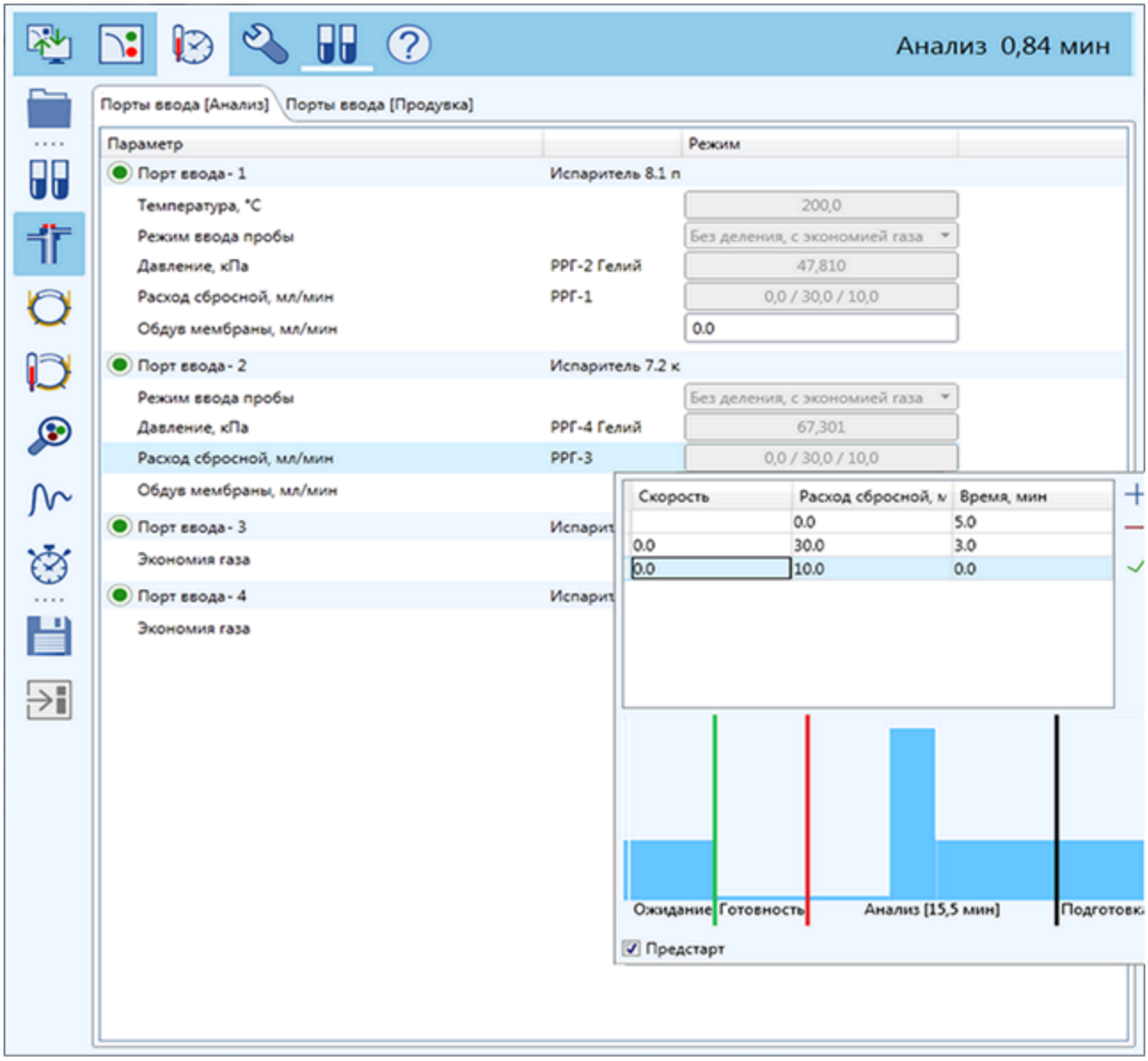


Рисунок 2.4 – Выбор команды "Предстарт"

В работе опции "Программируемый испаритель" (рекомендуется при вводе жидкой пробы) можно выделить следующие этапы:

- установка температурного режима "Подготовка-Готовность" при установке в программе “Хроматэк Аналитик” опции "Предстарт";
- нагрев термостата блока пиролиза до заданной температуры "Программируемого испарителя", нагрев переходной линии и поддержание заданной температуры;
- охлаждение ловушки до заданной температуры и поддержание заданной температуры охлаждения;
- старт этапа "Анализ" поддержание заданной температуры "Программируемого испарителя" и переходной линии в течение установленного методикой времени (рекомендуемые значения от 2 до 5 минут), при этом ловушка находится в режиме охлаждения;
- окончание выполнение этапа "Программируемый испаритель" и отключение нагрева термостата блока пиролиза и переходной линии, включение нагрева ловушки до установленной температуры на указанное время;
- окончание нагрева ловушки;
- окончание этапа анализ по времени выхода исследуемых компонентов.

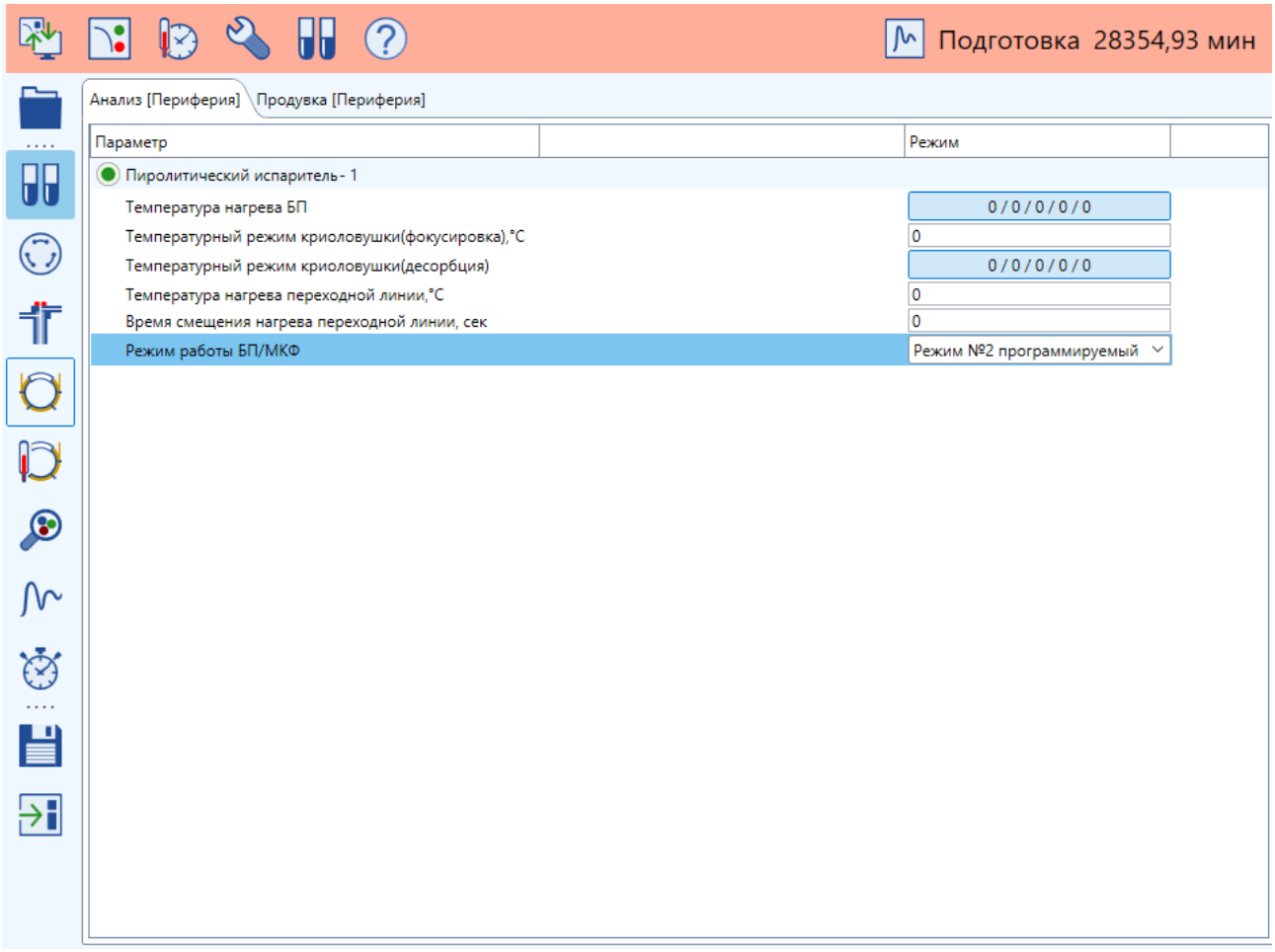


Рисунок 2.5 – Выбор метода "Программируемый испаритель"

2.5 Режим №3: "Термодесорбция"

Режим рекомендуется при проведении анализов методом термодесорбции.

Принцип работы в режиме опции "термодесорбция" заключается в выполнении аналитического цикла одновременного охлаждения переходной линии и ловушки блока криофокусировки для улучшения фокусирования (концентрирования) летучих компонентов десорбируемых с образца твердой пробы. При этом рекомендуется устанавливать включение нагрева переходной линии на 60 секунд ранее (время включения нагрева переходной линии регулируется) включения нагрева ловушки с целью объединения (концентрирования) сфокусированной на переходной линии пробы далее (часть фокусируемой пробы при нагреве переходит из переходной линии в ловушку, где концентрируется при ее охлаждении). Далее в аналитическом цикле с окончанием этапа "Термодесорбция" заканчивается охлаждение ловушки и начинается нагрев ловушки до установленной температуры, рекомендуемые значения нагрева ловушки и переходной линии от плюс 250 до плюс 280 °С. Для выполнения серии анализов методом термодесорбции с одной пробой, но несколькими последовательно заданными температурами термодесорбции (последовательная или ступенчатая термодесорбция), задают режимы серии анализов в Планировщике. В планировщике Аналитическому циклу образца соответствует одна строка закладки **Анализ**. Анализы объединяются в серии анализов. При запуске Планировщика последовательно выполняются все активные серии анализов.

В работе опции "Термодесорбция" можно выделить следующие этапы:

- выход на этап "Подготовка-Готовность" (при использовании опции предварительного старта хроматографа);
- охлаждение ловушки до заданной температуры и поддержание заданной температуры охлаждения;
- старт этапа "Анализ", десорбция (нагрев блока пиролиза до установленной температуры термодесорбции в течение установленного методикой времени), при этом ловушка и переходная линия находятся в режиме охлаждения для фокусирования летучих компонентов с десорбируемой пробы;
- нагрев переходной линии рекомендуется включать за 60 секунд до включения нагрева ловушки (время включения нагрева переходной линии относительно ловушки регулируется программой);
- окончание этапа Термодесорбция и включение нагрева ловушки до установленной температуры на указанное методикой время;
- окончание нагрева ловушки и переходной линии;
- окончание этапа анализ по времени выхода исследуемых компонентов;
- выгрузка трубки из термостата блока пиролиза, установка трубки с пробой для следующего анализа (выгрузка трубки из термостата блока пиролиза производится при охлаждении хроматографа до начальных значений температур термостата хроматографа, установленных методикой анализа).

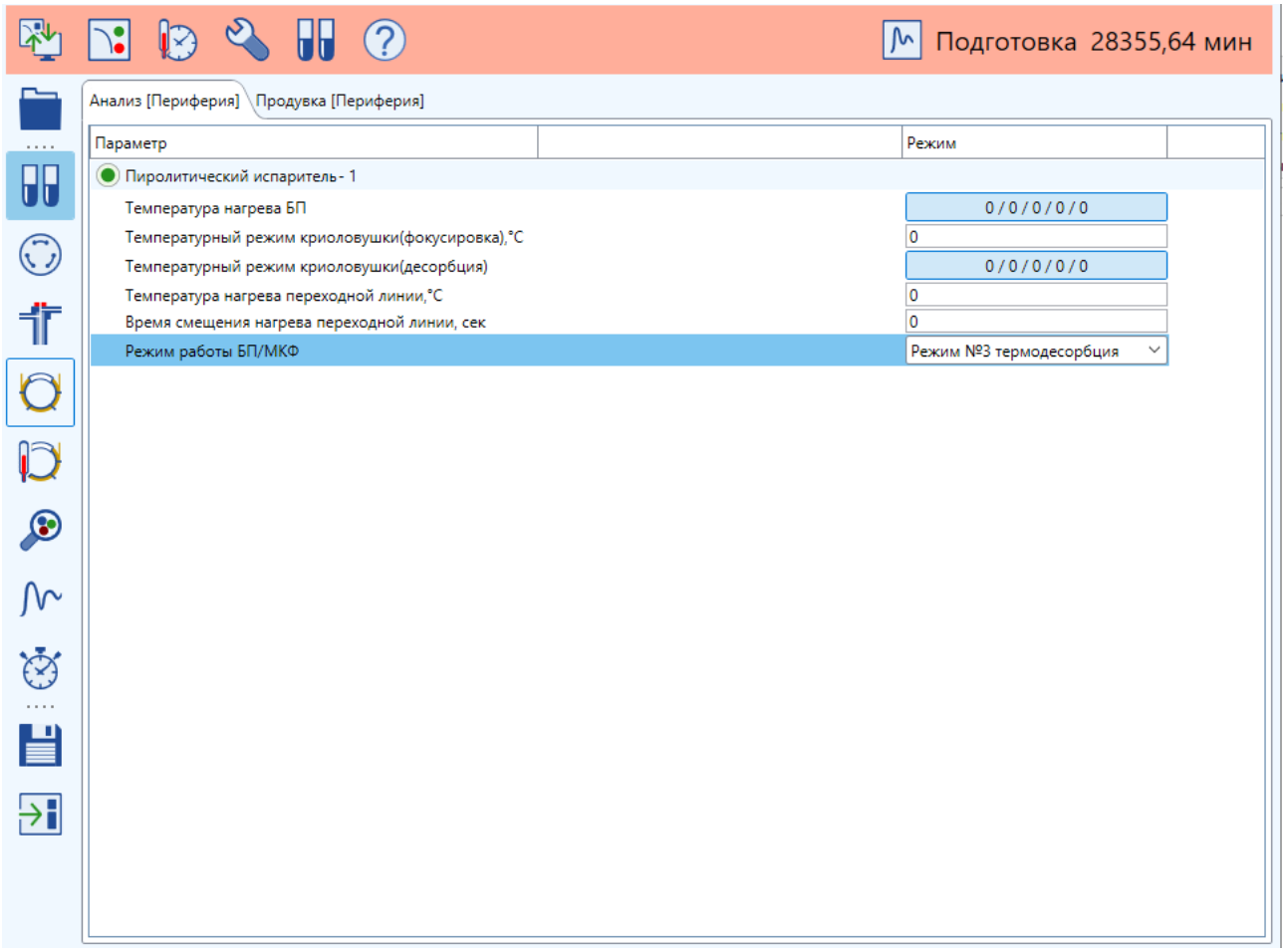


Рисунок 2.6 – Выбор метода "Термодесорбция"

3 Управление и параметры работы испарителя П4 с помощью программного обеспечения

3.1 Настройка программного обеспечения

Для управления испарителем пиролитическим П4 с помощью компьютера используется программа **Панель управления.**

Версия Панели управления должна быть 2.0.2504.2501 и выше, центр хроматографа не ниже 754.

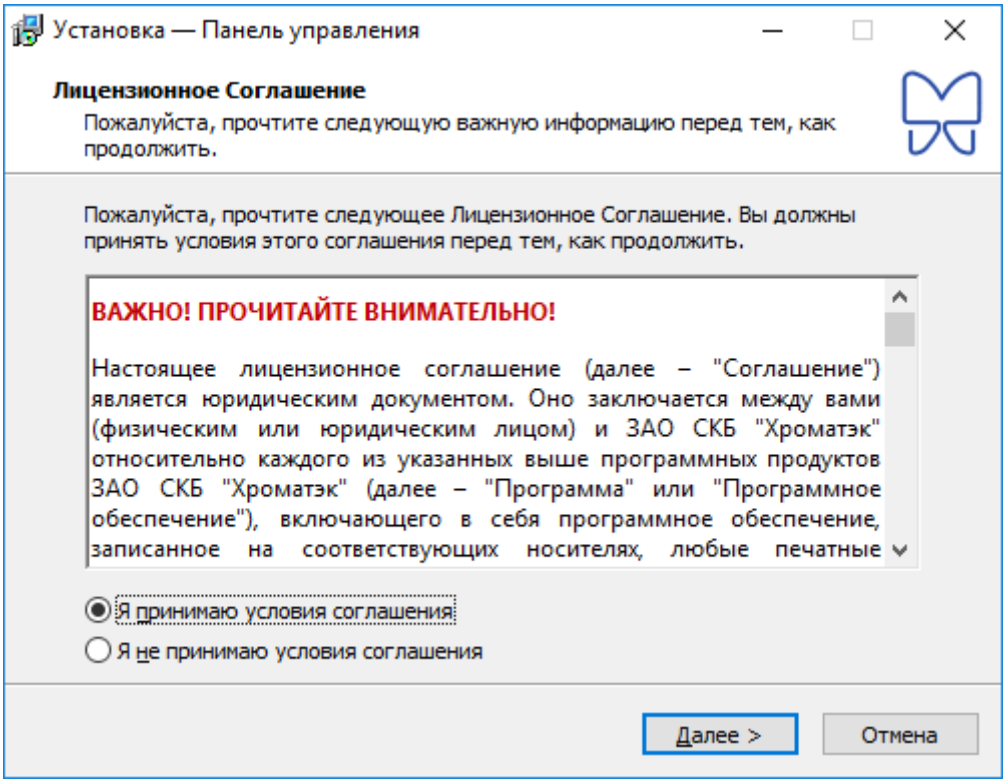
3.1.1 Установка программного обеспечения

Подключить к компьютеру USB-накопитель с дистрибутивом программного обеспечения.

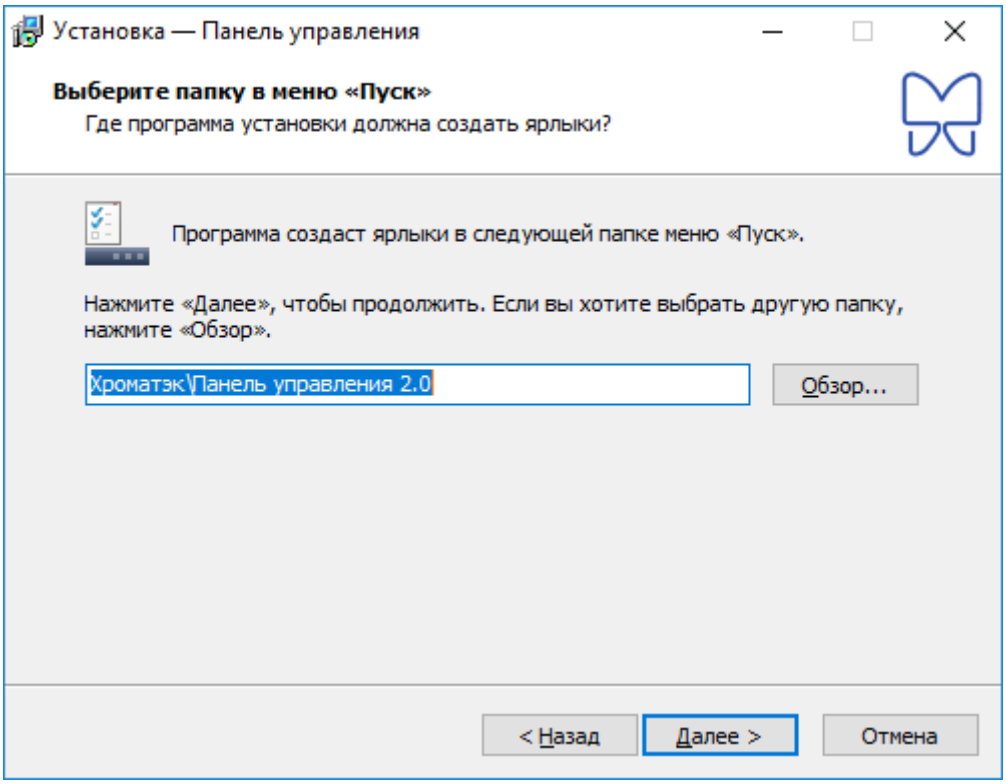
В проводнике выбрать USB-накопитель и запустить на исполнение файл **setup.exe**.

Выберите язык программы установки. Нажмите **ОК**.

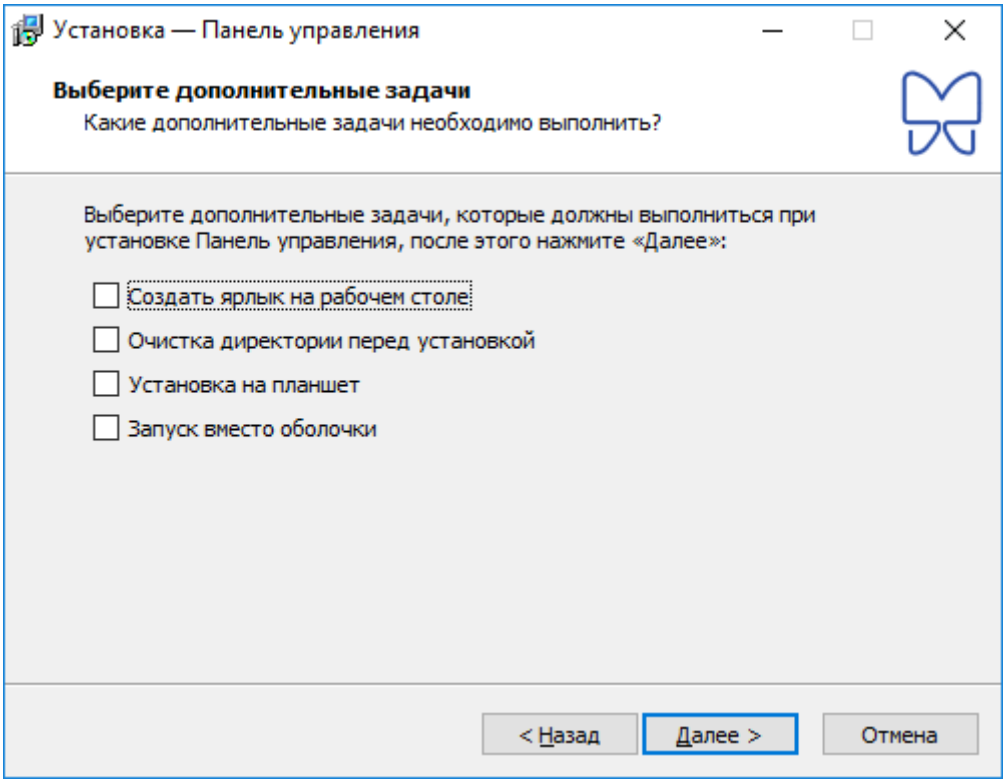
Прочитайте лицензионное соглашение. Нажмите **Далее**.



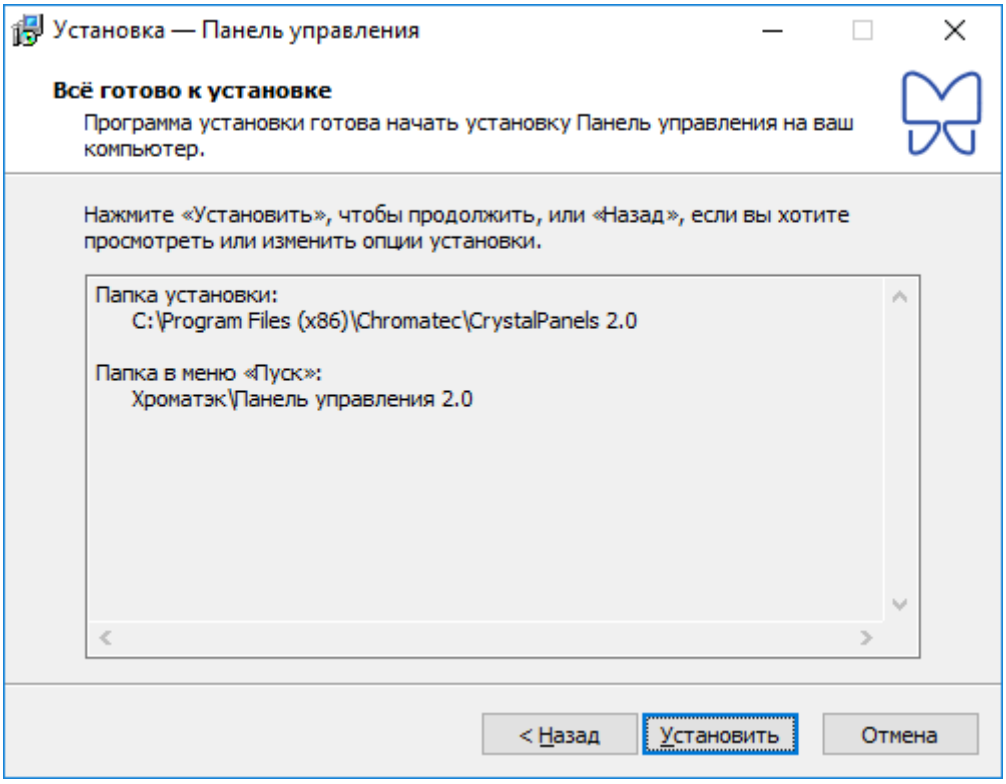
Выберите папку в меню "Пуск". Нажмите **Далее**.



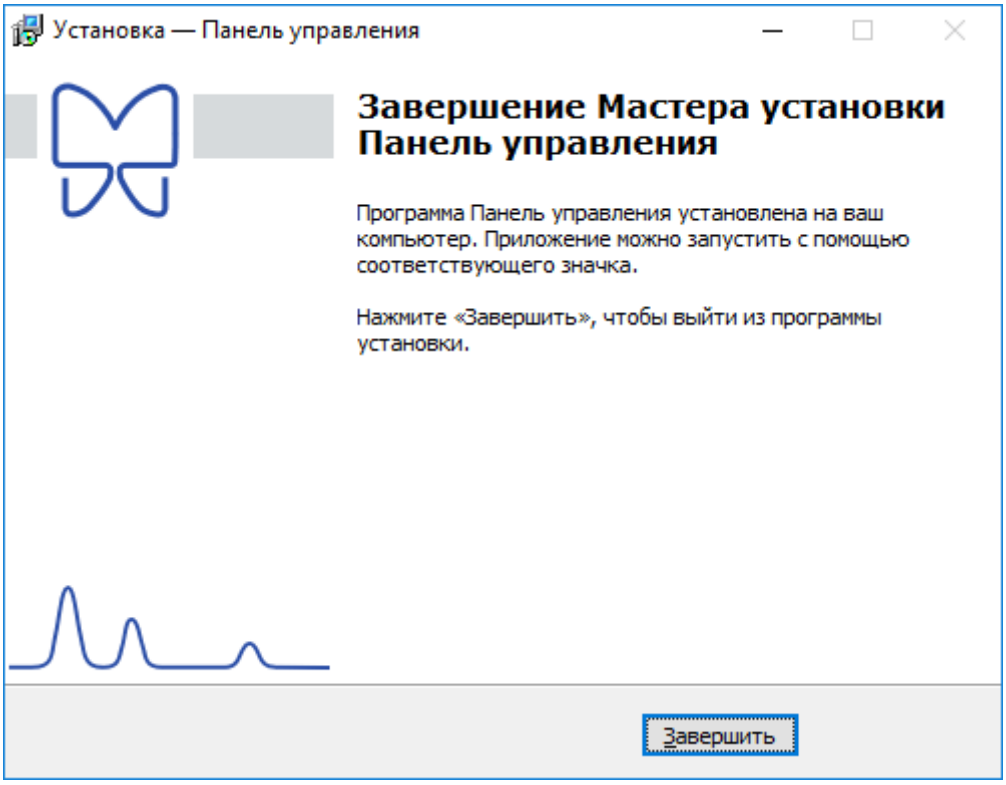
Выберите дополнительные задачи, которые необходимо установить. Нажмите **Далее**.



Нажмите **Установить** для продолжения.



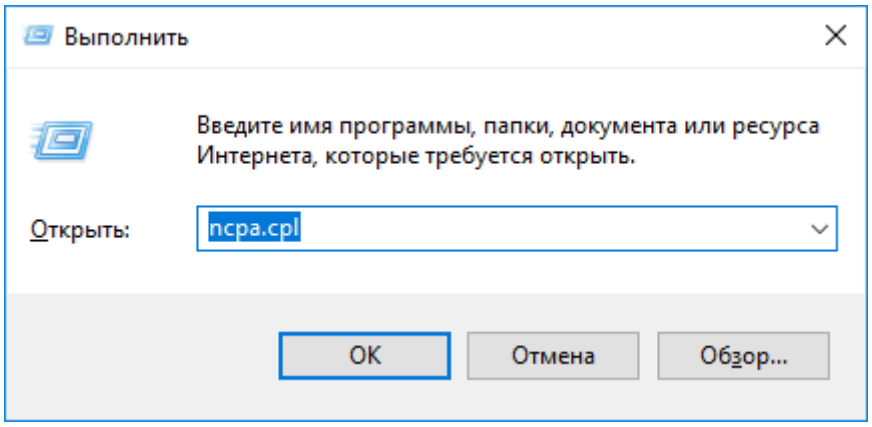
Дождитесь окончания установки и нажмите **Завершить**.



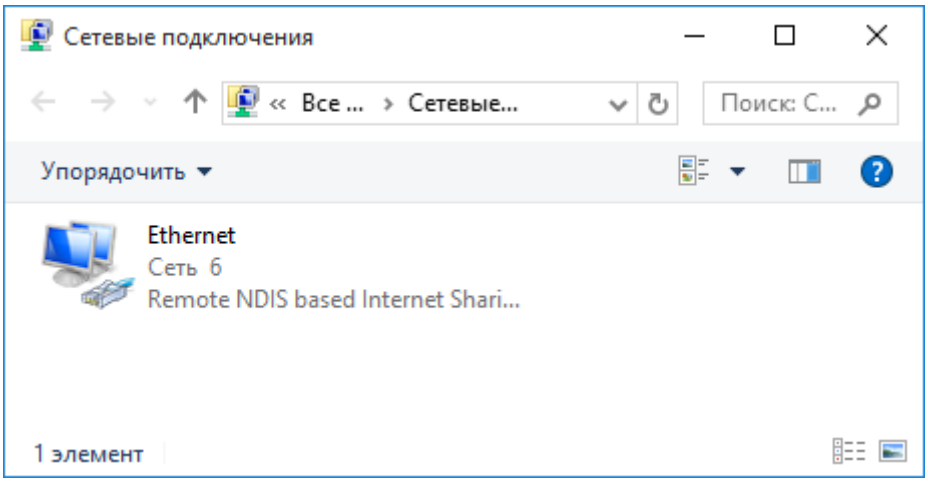
3.1.2 Настройка сетевого адреса компьютера

На клавиатуре нажмите комбинацию клавиш **Win + R**.

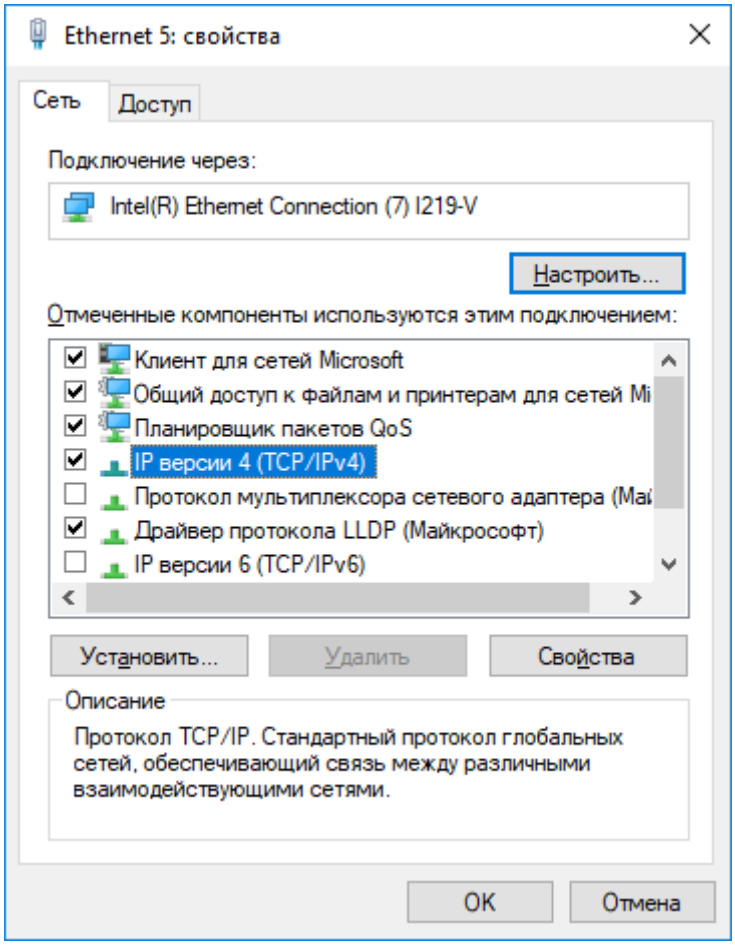
В открывшемся окне введите команду **ncpa.cpl** и нажмите кнопку **OK**.



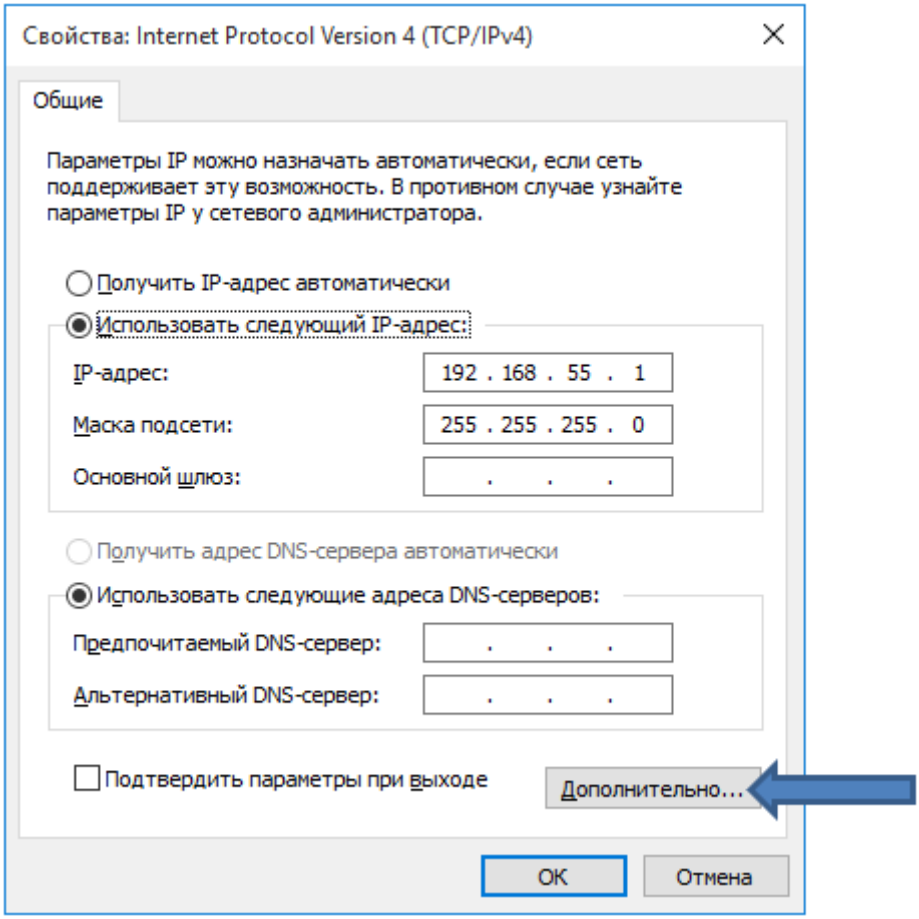
В окне **Сетевые подключения** правой кнопкой мыши нажать на доступном подключении. В меню выбрать **Свойства**.



Выбрать **Протокол интернета версии 4 (TCP/IPv4)** и нажать кнопку **Свойства**.

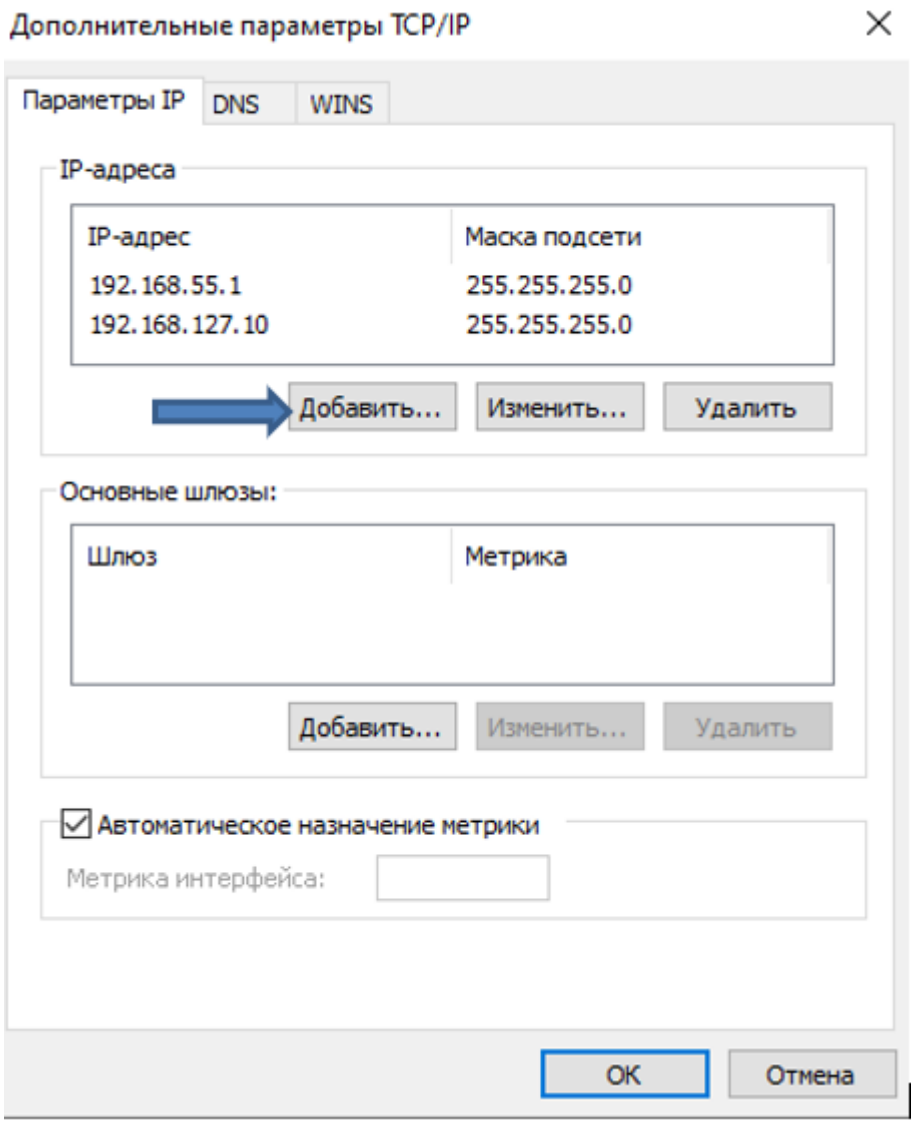


Введите IP-адрес и маску подсети. Нажмите **ОК**.



При подключении испарителя пиролитического П4 к компьютеру через свитч IP-адрес компьютера должен быть вида 192.168.55.XXX. Последний номер XXX должен быть индивидуален для каждого компьютера и не совпадать с сетевыми адресами хроматографа, испарителя пиролитического П4 и других сетевых устройств. Далее нажмите кнопку дополнительно, далее добавить и настройте подсеть.

В случае использования маршрутизатора IP-адрес, маска подсети и основной шлюз назначаются сетевым администратором.



Введите IP-адрес и маску подсети. Нажмите **OK**.

3.1.3 Настройка соединения

Откройте **Панель управления**.



Откройте окно **Соединения**.



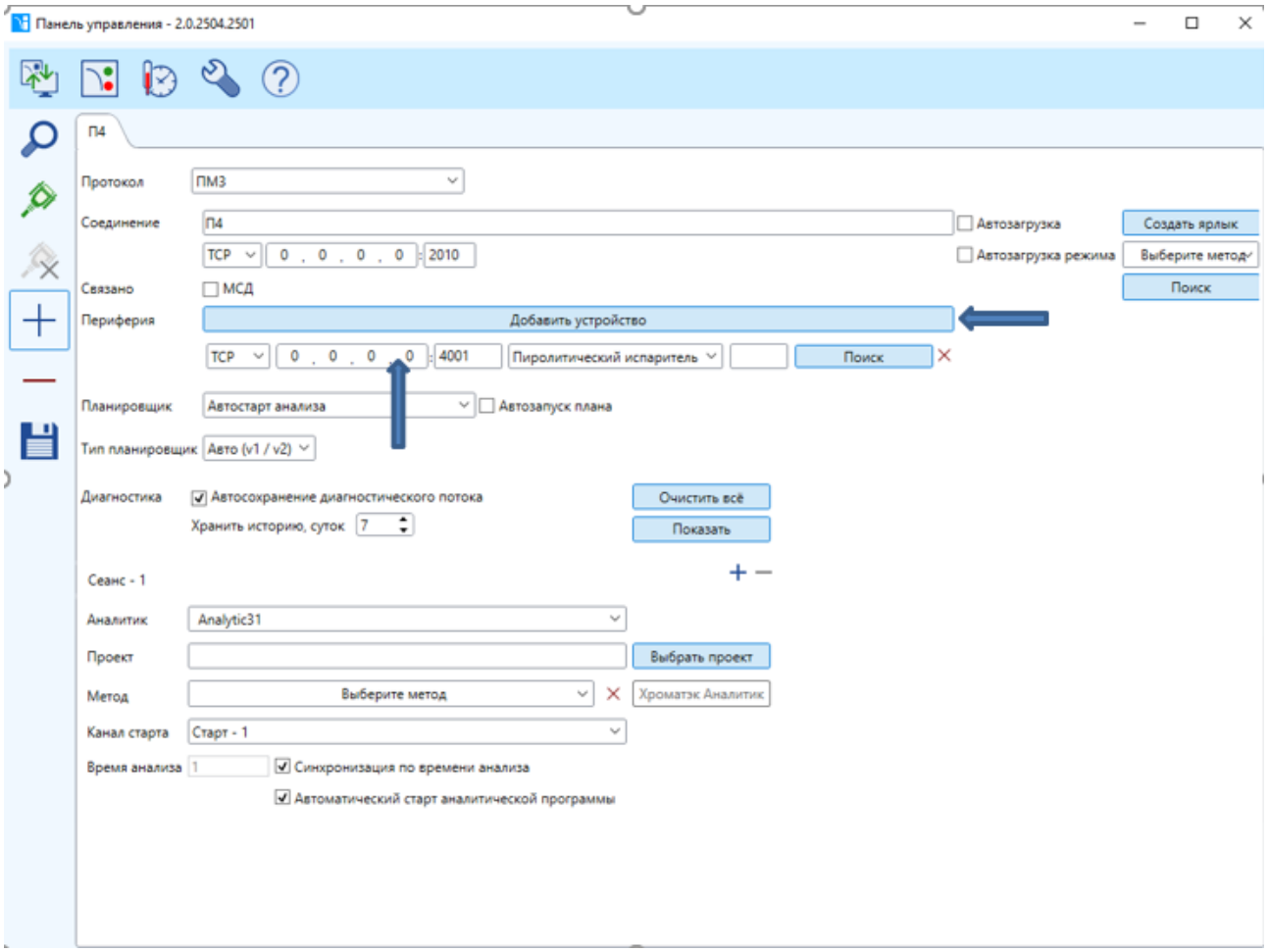
Нажмите **Добавить соединение**.



В строке **Периферия**, нажмите **Добавить устройство**.

Введите IP адрес. Если IP адрес неизвестен, то нажмите кнопку Поиск и выберите подключенный испаритель пиролитический П4 из выпадающего списка. По умолчанию IP адрес 192.168.127.254

Номер порта, назначенный испарителю пиролитическому П4 по умолчанию – **4001**



Нажмите **Подключиться к прибору**.



Управление блоком пиролиза и блоком криофокусировки с помощью программы "Хроматэк Аналитик 3.0". Действия оператора при работе в программе "Хроматэк Аналитик" описаны в руководстве пользователя 214.00045-51И. Задание параметров работы испарителя пиролитического и модуля криофокусировки производится одновременно с заданием режима работы хроматографа перед началом измерений.

Для задания параметров работы испарителя пиролитического блока пиролиза и блока криофокусировки необходимо запустить Панель управления. В меню **Управление** выбрать команду **Режим**. Далее в окне **Режим** выбрать **Испаритель пиролитический.**

Во вкладке **Режим** необходимо выбрать один из режимов работы испарителя пиролитического (см. рисунки 2.3 – 2.6):

- Пиролиз;
- Программируемый испаритель;
- Термодесорбция;

Пиролиз – режим 1, при котором нагреваются одновременно испаритель пиролитический и переходная линия;

Примечание: данный режим 1 рекомендуется применять при пиролизе, так он обеспечивает лучший трансфер высококипящих компонентов анализируемой пробы (продукты пиролиза проходят обогреваемую переходную линию, при необходимости фокусируются в ловушке или непосредственно доставляются для разделения на капиллярной колонке при нагретой ловушке).

Программируемый испаритель – режим 2, при котором испаритель пиролитический работает в режиме программируемого испарителя;

Примечание: данный режим 2 рекомендуется применять при работе с жидкими пробами (анализ жидких проб, градуировка хроматографа, поверка хроматографа), так он обеспечивает наилучшую воспроизводимость анализов жидкой пробы и обеспечивает необходимые параметры СКО (согласно методики поверки с капиллярной колонкой допускается **СКО не более 6 %** при ручном вводе поверочной смеси микрошприцем, в реальности значение СКО с данным типом оборудования при ручном вводе возможно получать не более 2 %) при проведении поверки хроматографа и его градуировки.

Термодесорбция – режим 3, при котором блок криофокусировки (ловушка и переходная линия) одновременно нагреваются.

Примечание: данный режим 3 рекомендуется применять при термодесорбции (до плюс 500 °С, так он обеспечивает лучшую криофокусировку пробы (проба фокусируется и в ловушке, и в переходной линии, т.е. концентрирование паров пробы происходит на большей поверхности капиллярной колонки).

По выбору режима работы Испарителя пиролитического устанавливают следующие параметры:

- температура испарителя пиролитического (температура, скорость нагрева);
- время нагрева;
- температура ловушки (охлаждение);
- температура переходной линии (нагрев, время нагрева до нагрева ловушки);
- температура ловушки (нагрев);
- скорость нагрева;

- время нагрева.

Задание температур термостата испарителя П4 и ловушки, расходов газа-носителя и сбросного газа, а также времени выполнения каждого этапа производится оператором в программе Аналитик 3.0 или с помощью внешней программы ПК "Аналитик Пиролизер". Все параметры устанавливаются и контролируются автоматически программой управления испарителя П4. Общие параметры для всех этапов задаются в конфигурации прибора. Параметры для каждого этапа устанавливаются в соответствующем меню. Параметры работы испарителя П4 и их характеристики описаны в таблице ниже. Подробное описание выбора параметров работы испарителя П4 приведено в соответствующем разделе.

Таблица 2 – Параметры работы испарителя П4

Параметр	**Характеристика**
Конфигурация	
Температура переходной линии	Диапазон рабочих температур от плюс 50 до плюс 350 °С. Температура охлаждения для переходной линии в блоке криофокусировки в методике не задается, задается только охлаждение ловушки (при этом хладагент поступает в переходную линию из ловушки и при отсутствии команды нагрева переходной линии охлаждает также и переходную линию (режим 3)), температуру охлаждения переходной линии возможно контролировать с температурных данных с панели управления. Обогреваемая переходная линия предназначена для эффективного (быстрого) переноса (режим 1,2) анализируемых компонентов из термостата блока пиролиза в ловушку и капиллярную хроматографическую колонку. Обычно температуру переходной линии устанавливают на величину от плюс 200 до плюс 300 °С (в среднем плюс 250 °С).
Газ-носитель	Выбирается тип используемого газа-носителя: гелий, азот, аргон. Запрещается использовать в качестве газа-носителя водород.
Сбросной газ	Выбирается значение сбросного газа, как правило, при исследованиях методом термодесорбции и криофокусировки следовых летучих компонентов пробы, сброс газа равен 0 т.е. деление потока в капиллярной колонке равно нулю на время десорбции (в среднем время десорбции рекомендуется устанавливать – 5 минут), также выбирается время задержки сброса. При проведении исследований методом пиролиза, рекомендуемое деление потока в капиллярной колонке от 1:10 до 1:100, и соответственно подбирается значение сбросного газа в зависимости от концентраций исследуемых компонентов.
Герметичность	Устанавливается допустимое значение падения давления в линии газа-носителя. Используется при проверке герметичности установки трубки. Рекомендуемое допустимое значение отклонения от суммарного не более 1 мл/мин.
Ожидание старта	Выбор значений при использовании опции "Предстарт" хроматографа: при нажатии клавиши "Старт", хроматограф из режима ожидания переходит в режим "Готовность", где формируются потоки газа-носителя, устанавливается задержка деления потока, устанавливаются параметры охлаждения ловушки (блока криофокусировки). Переход к

Параметр	Характеристика
	этапу "Анализ" осуществляется после нажатия кнопки "Старт". Для работы с хроматографами серии ПМ2 или хроматографы других марок, не поддерживающими связь с испарителем П4, в этом случае Испаритель П4 управляется с внешней программы “Хроматэк Пиролиз”. Для автоматического старта анализа на хроматографах серии не ниже ПМ3 соответствующий режим старта устанавливается "Планировщиком".
Этап "Подготовка"	
Температура термостата испарителя	При использовании испарителя П4, в качестве программируемого пиролитического испарителя либо термодесорбера, задаются рабочие температуры в диапазоне температур Испарителя П4 от плюс 50 до плюс 1000 °С.
Температура ловушки (охлаждение)	Диапазон температур от минус 50 до плюс 10 °С. Рекомендуемые значения от минус 50 до минус 20 °С. При десорбции образцов с высокой влажностью устанавливают температуру ловушки плюс 0 °С. Температура охлаждения переходной линии самостоятельно не задается, но приблизительно равна температуре охлаждения ловушки (режим 3).
Расход газа-носителя	Диапазон значений от 0 до 10 мл/мин. Рекомендуемое значение от 1 до 5 мл/мин для капиллярных колонок диаметром 0,25 – 0,32 мм.
Время стабилизации	Диапазон значений от 0 до 5 мин. Данное время необходимо для стабилизации давления и расхода газа-носителя (после замены трубки в испарителе – т.е. разгерметизации системы).
Этап Анализ "Пиролиз" и "Десорбция"	
Температура трубки Блока пиролиза	Диапазон температур от плюс 50 до плюс 1000 °С. Температура пиролиза и десорбции зависит от определяемых компонентов и типа исследуемого вещества, и устанавливается в соответствии с методикой выполнения измерений. Скорость нагрева испарителя пиролитического от 1 до 2500 °С/мин. Рекомендуется задавать скорость нагрева близкой к максимальной.
Время пиролиза и десорбции	Диапазон средних значений для десорбции (до плюс 500 °С) от 1 минуты до 15 минут. Диапазон средних значений для пиролиза от 1 секунды до 300 секунд. Время устанавливают таким образом, чтобы степень извлечения компонентов была максимальной.
Этап "Анализ"	
Температура ловушки (БК) (нагрев)	Диапазон температур от плюс 50 до плюс 350 °С. Температура ловушки зависит от анализируемого компонента. Примечание: при использовании в качестве ловушки части капиллярной колонки с фазой не рекомендуется поднимать температуру ловушки выше от плюс 300 до плюс 320 °С во избежание перегрева фазы капиллярной колонки в ловушке. В ловушке нельзя поднимать температуру выше

Параметр	Характеристика
	плюс 350 °С, стоит блокировочная защита по температуре от перегрева капиллярной колонки.
Скорость нагрева Ловушки (БК)	Выбор значений: от 1 до 2500 °С/мин. При быстром нагреве ловушки летучие компоненты переходят в колонку в течение нескольких секунд. Медленный нагрев используется при анализе термолабильных компонентов.
Время нагрева Ловушки (БК)	Диапазон значений от 0 до 15 минут. Задается время, в течение которого ловушка будет нагреваться. Рекомендуемое значение до 5 мин. Достаточное для перевода сфокусированных в ловушке летучих компонентов в капиллярную колонку.
Этап "Отжиг"	
Температура трубки, переходной линии и ловушки	Диапазон рекомендуемых рабочих температур ловушки и переходной линии от плюс 250 до плюс 350 °С (в режиме отжиг используются установленные в рабочей методике температурные параметры). Температуру термостата испарителя П4 во время очистки трубки (лайнера) с пробой после термодесорбции или пиролиза не обязательно задавать более от плюс 100 до плюс 150 °С (так как кварцевая трубка без пробы очищается в пламени газовой горелки). Режим отжиг рекомендуется использовать совместно с режимом "Продувка" хроматографа.
Расход Газа-носителя	Рекомендуемый диапазон расхода от 1 до 5 мл/мин (в зависимости от диаметра капиллярной колонки и значений потока газа-носителя через колонку). Система (испаритель колонки) при этом может находиться в режиме "Обратной продувки" (при установке на хроматограф оборудования для реализации обратной продувки).
Время очистки	Диапазон значений от 1 до 5 минут. Рекомендуемое время очистки переходной линии и ловушки после рабочего анализа от возможных остатков тяжелых компонентов пробы от 3 до 5 минут и должно совпадать со временем установленного режима "Продувка" на хроматографе.
Время отжига	Диапазон значений от 2 до 5 минут. Время отжига должно совпадать со временем установленного режима "Продувка" на хроматографе, в среднем время достаточное для очистки ловушки и переходной линии от возможных остатков тяжелых компонентов пробы – 5 минут.

Синхронизация работы испарителя П4 и хроматографа может осуществляться двумя способами: по старту хроматографа (при работе с программой “Хроматэк Аналитик 3.0”) или по старту испарителя П4 и хроматографа (при работе с внешней программой управления испарителя П4).

При работе по старту хроматографа переход на этапы "Подготовка – Готовность" происходит по нажатию кнопки "Старт" (при использовании опции "Предстарт") на хроматографе. После выполнения команды "Предстарт" и выхода хроматографа на "Готовность" одновременно запускается выполнение этапа "Анализ" на испарителе П4 и хроматографе.

При работе с внешней программой управления Испарителя П4 "Хроматэк Пиролиз" переход к старту испарителя П4 на этапы "Подготовка-Готовность-Старт" происходит по нажатию соответствующих кнопок в окне управления внешней программы "Аналитик Пиролиз". После окончания этапов "Подготовка-Готовность" испаритель П4 ожидает готовности хроматографа. Для старта хроматографа и одновременно программы испарителя пиролитического необходимо одновременного нажать клавишу "Старт" на хроматографе и "Старт" во внешней программе Испарителя П4, таким образом оператор запускает выполнение этапа "Анализ" на испарителе П4 и хроматографе.

Задание программного управления испарителем П4 и модулем криофокусировки возможно:

с компьютера и внешней программы управления испарителем П4 "Хроматэк Пиролиз", для хроматографов с ПМ2 выпуска до 2013 года или других моделей;

- с хроматографа (с клавиатуры), компьютера и программы управления "Хроматэк Аналитик" версии 3.0 и выше для хроматографов с ПМ3 выпуска не ранее 2013 года;
- в первом случае согласование работы испарителя П4 и хроматографа производится оператором.

3.2 Управление испарителем П4 с помощью внешней программы "Хроматэк Пиролиз"

Испаритель П4 может работать с хроматографами "Хроматэк-Кристалл 5000" или иными, с процессорным модулем ПМ3. Для работы с процессорным модулем ПМ2 необходимо установить в ПК контроллер на 2 COM-порта PCI Controller Card и подключить выход с контроллера к RS-232 блока управления испарителя П4 кабелем RS-232-25/9. Для управления испарителем П4, при использовании с хроматографами с процессорным модулем ПМ2, следует использовать внешнюю программу "Хроматэк-Пиролиз". Отображение этапов работы блока пиролиза и блока криофокусировки осуществляется с помощью световых индикаторов. Светодиодная индикация расположена на передней панели блока управления испарителя П4 и имеет 7 светодиодов.

Нажатием на окно программы выводятся активные соединения по com портам, выбирается активное соединение и активизируется окно подключения. Нажатием клавиши на экран **"Метод"** выводятся параметры, устанавливаемые пользователем для работы управления испарителя П4. Установленные параметры рабочей методики необходимо сохранить нажатием клавиши "Сохранить" и применить в рабочей методике нажатием клавиши "Применить", возможно также загрузить сохраненные ранее методики в ПК.

Для перехода в режим управления испарителя пиролитического необходимо перейти в окно **"Состояние"**.

Окно "Состояние"

Клавиша "Состояние" обеспечивает управление параметрами на этапах работы блока пиролиза и блока криофокусировки.

Для этапов "Подготовка", "Готовность", "Старт", "Стоп", "Продувка" задают следующие параметры:

Клавиши "Подготовка", "Готовность" в окне Состояние

Нажатием клавиши "Подготовка" и затем "Готовность" идет подготовка, при котором происходит охлаждение ловушки до установленных температур в методе значений.

Клавиша "Старт"

Нажатием клавиши "Старт" осуществляется переход к этапу "Пиролиз" и "Десорбция".

Клавиша "Стоп"

При нажатии клавиши "Стоп" принудительно останавливается выполнение рабочего метода без возможности его последующего продолжения. При следующем запуске метода его выполнение осуществляется с самого начала.

Клавиша "Метод"

Клавиша "**Метод**" выводит на индикатор заданные методикой параметры работы и обеспечивает доступ к меню метода и изменению параметров на этапах задания метода работы испарителя пиролитического П4.

Для этапов "Режим работы", "Термостат Изотерма 1,2,3", "Переходная линия", "Ловушка нагрев" и "Ловушка охлаждение", "Отжиг", задают следующие параметры:

- режим работы: "Испаритель пиролитический/Термодесорбер", "Программируемый испаритель пиролитический", "Одновременный нагрев ловушки и переходной линии", "Очистка (нагрев всех термостатов)";
- время этапа в минутах;
- температура испарителя пиролитического, скорость нагрева, время нагрева Изотерма 1 (или Изотерма 1, 2, 3 при необходимости выполнения нескольких последовательных анализов с разными температурами десорбции и пиролиза);
- температура переходной линии, время нагрева или время нагрева до начала нагрева блока криофокусировки (ловушки) для того, чтобы ввести в ловушку сконцентрированные на участке колонки переходной линии летучие компоненты;
- температура охлаждения и температура нагрева блока криофокусировки (ловушки), скорость нагрева ловушки, время нагрева ловушки, время охлаждения ловушки по умолчанию равняется времени нагрева испарителя пиролитического.

Для этапа "Отжиг" или "Очистка всех термостатов" задают следующие параметры:

- температура испарителя пиролитического, время отжига;
- параметры нагрева блока криофокусировки (ловушки и переходной линии) берутся из рабочей методики по умолчанию.

Для каждого параметра отображается единица измерения и заданное значение. Описание параметров и их возможных значений приведено в таблице 2. Чтобы изменить значение параметра используют клавиатуру персонального компьютера.

После изменения параметров каждого этапа для сохранения изменений необходимо вернуться в меню, выбрать "Сохранить метод" и нажать клавишу.

После изменения параметров каждого этапа для сохранения изменений необходимо вернуться в меню, выбрать "Сохранить" метод и нажать клавишу "Сохранить" и "Применить".

3.3 Управление испарителем пиролитическим П4 с помощью программы "Хроматэк Аналитик 4.0"

Задание параметров работы испарителя пиролитического П4 производится перед началом выполнения анализов.

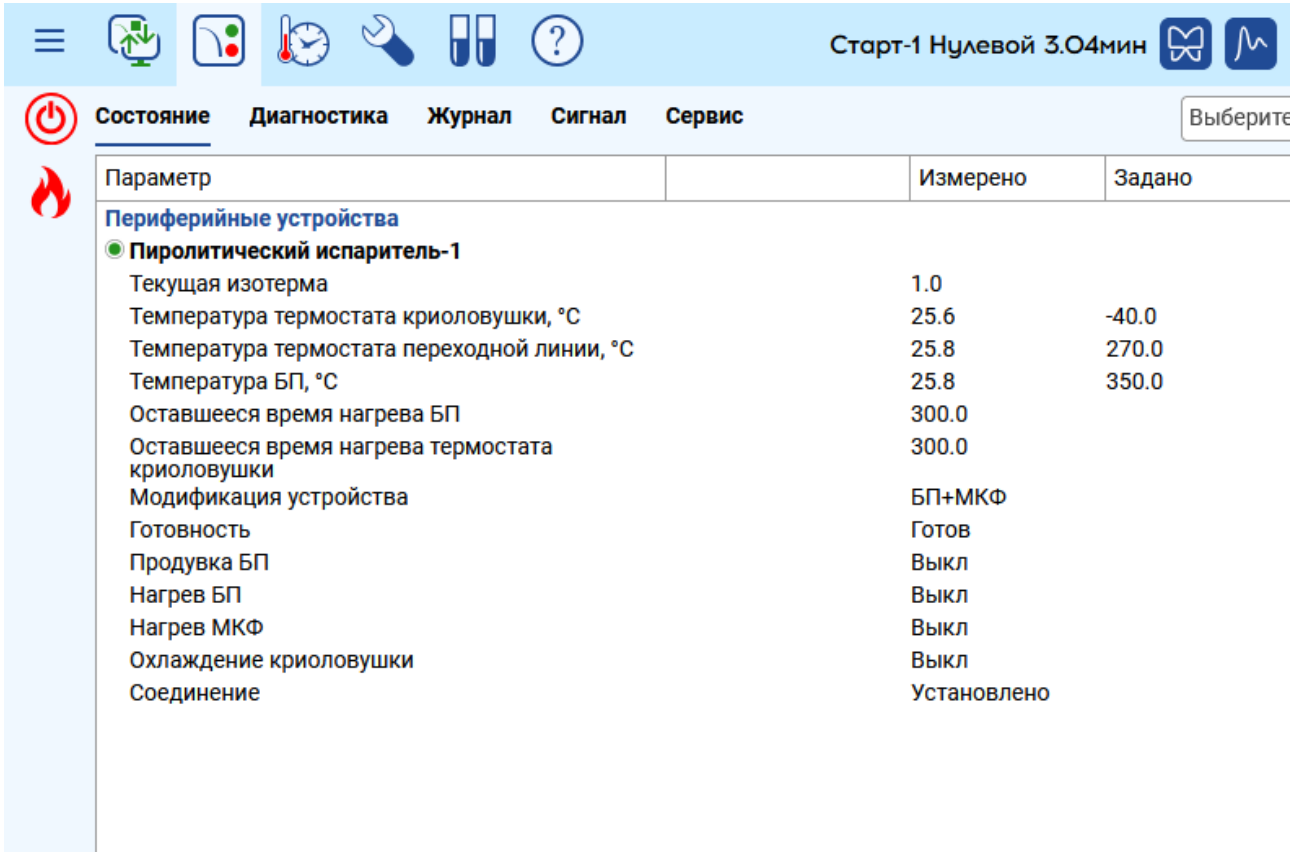
Запустите соединение, кликнув на иконку "Панель управления".

3.3.1 Просмотр состояния

Перейдите на страницу **Состояние**.



На странице **Состояние** отображаются заданные и измеренные параметры.



3.3.2 Планировщик

Перейдите на страницу **Планировщик**.

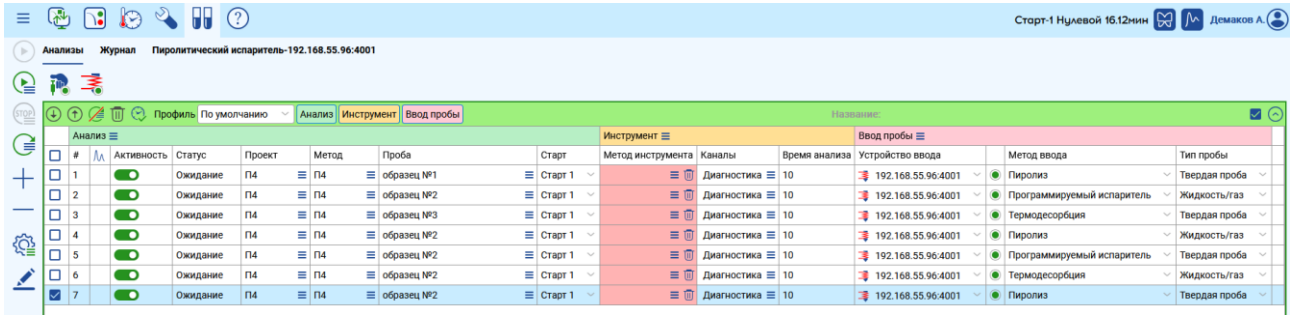


На странице **Планировщик** располагаются следующие закладки:

Анализы. Задается список выполняемых анализов (план работы).

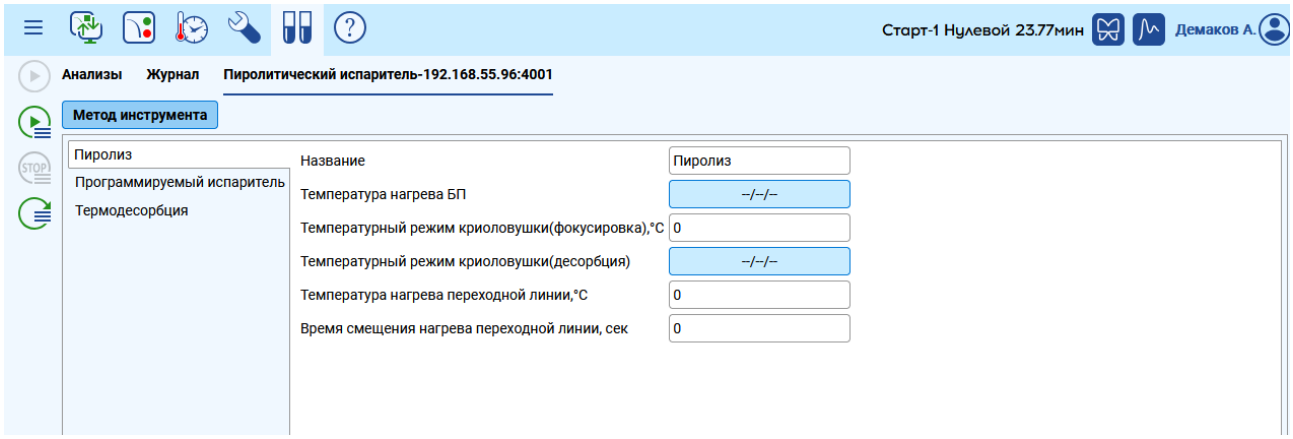
Журнал. Просмотр выполненных операций и ошибок в работе.

Пиролитический испаритель. Создается метод анализа и устанавливаются основные настройки прибора.



3.3.3 Создание метода

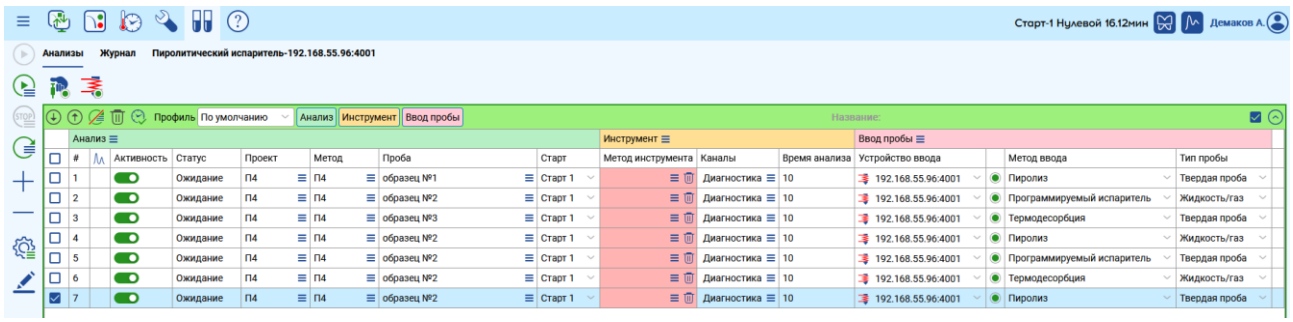
Перейдите на страницу **Пиролитический испаритель**, раздел **Метод инструмента**. В данном разделе на выбор 3 варианта работы: пиролиз, программируемый испаритель, термодесорбция. Описание режимов можно найти в п.2.3; п.2.4; п.2.5 данного РЭ.



3.3.4 Работа с планировщиком

Перейдите в закладку **Анализы**.

Создание последовательности



Добавьте в таблицу анализов новую строку.



Заполнить следующие ячейки:

- **Тип пробы** – Агрегатное состояние пробы, образца (твердое вещество, жидкость/газ).
- **Метод ввода** – Выбирается метод инструмента (пиролиз, программируемый испаритель, термодесорбция).
- **Устройство ввода** – Выбрать пиролитический испаритель.
- **Проба** – Название анализируемой пробы.
- **Проект** – Выбор проекта для записи хроматограмм.
- **Метод** – Метод обработки хроматограммы.
- **Инструментальный метод** – Метод (режим хроматографа).
- **Время анализа** – При работе с хроматографами серии "Хроматэк-Кристалл" время анализа задается в инструментальном методе.

Запуск последовательности

На боковой панели нажмите кнопку **Старт**.



Приостановление выполнения последовательности

На боковой панели нажмите кнопку **Пауза**.



При приостановке плана текущий анализ выполняется до конца, а выполнение следующих анализов не начнется, пока не будет нажата кнопка **Старт**.

Остановка выполнения последовательности

На боковой панели нажмите кнопку **Стоп**.



При остановке выполнения последовательности текущий анализ завершается до конца, а все последующие анализы выполняться не будут.

Остановка выполнения текущего анализа

Перейдите на страницу **Состояние**.



На боковой панели нажмите кнопку **Стоп**.



Добавление анализа в выполняемую последовательность

Нажмите иконку "+" на боковой панели. Заполните появившуюся строку.

Пропуск анализа в последовательности

В столбце "Активность" снимите галочку с анализа, который необходимо пропустить. После этого его статус измениться на "Не активно".

Удаление строки из последовательности

Левой кнопкой мыши выделите строку, которую необходимо удалить.

Нажмите иконку "–" на боковой панели. В появившемся окне подтвердите удаление строки.

Зацикливание последовательности

Нажмите иконку "Зациклить" на боковой панели.



Выполнение последовательности будет осуществляться по циклу до тех пор, пока не будет нажата кнопка "Стоп".

Запуск последовательности при работе с жидкими или газообразными пробами

Если ввод пробы будет выполняться оператором вручную, то в планировщике во вкладке **Тип Пробы** нужно выбрать параметр **жидкость/газ**. При выполнении плана, как только очередь доходит до анализа, в настройках которого выбрано "**Жидкость/газ**" программа ожидает, что оператор вручную введёт пробу шприцем и нажмёт на хроматографе кнопку "**Старт**".

4 Использование по назначению

4.1 Меры безопасности



Каждый нагреваемый узел (особенно, корпус испарителя П4) может оказаться очень горячим. Прикосновение к нему может привести к ожогам. При эксплуатации или при замене таких частей, будьте предельно осторожны. Все работы по техническому обслуживанию могут производиться только после того, как система охладилась.

При работе с испарителем П4 запрещается использовать в качестве газа-носителя водород.

К работе с испарителем П4 допускаются лица, изучившие настоящее руководство, и прошедшие проверку навыков работы на рабочем месте. Это руководство по эксплуатации должно помочь Вам максимально легче и быстрее получать результаты. Рекомендуется внимательно прочитать документ перед началом эксплуатации испарителя П4. Если Вы сделаете это, проще будут восприниматься приводимые указания по анализу образцов.

Работа со снятыми кожухами испарителя пиролитического **ЗАПРЕЩАЕТСЯ!**

При работе с горючими, вредными и агрессивными веществами 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 испаритель П4 следует отключать от электросети и перекрывать газовую магистраль.

4.2 Подготовка к работе и порядок работы

Подготовку испарителя пиролитического и блока криофокусировки к работе следует выполнять при отключенной электросети и перекрытых газовых магистралях.

Перед началом использования испарителя пиролитического (блока пиролиза и блока криофокусировки) необходимо выполнить следующие операции:

- установить испаритель пиролитический (блок пиролиза и блок криофокусировки) на место второго стандартного испарителя в хроматографе. Для эффективного охлаждения минимальное расстояние между испарителем пиролитическим и вентилятором воздушного охлаждения должно быть 5 см. При этом необходимо учитывать, что блок пиролиза устанавливается через переходную линию на блок криофокусировки;

Пиролиз и термодесорбция являются очень чувствительными методами анализа. Устанавливайте испаритель пиролитический в помещении, в воздухе которого отсутствуют фоновые органические загрязнения, либо в линию воздуха необходимо установить фильтр каталитической очистки воздуха.

- испаритель пиролитический может использоваться для ввода жидких проб, для этого в гайке адаптера для ввода жидких проб мембрану испарителя заменить;
- подключить газовые линии к входным штуцерам испарителя пиролитического (блока пиролиза), расположенные в задней части испарителя (рисунок 1.4). К штуцеру "Вход ГН" подключить газ-носитель, который используется для разделения веществ в хроматографической колонке. К штуцеру "Сброс ГН" подключить линию сброса. Максимально допустимое давление газа на входе в испаритель пиролитический – 0,45 Мпа;
- установить в испаритель пиролитический трубку 214.7.352.091-02 из комплекта ЗИП.

Во избежание появления ложных пиков на хроматограмме рекомендуется газ-носитель с чистотой не менее 99,999 %.

Для исключения попадания в блок криофокусировки примесей, содержащихся в инертном газе, на входе в испаритель пиролитический по линии газа носителя рекомендуется установить фильтры для улавливания углеводородов, влаги и кислорода.



Не используйте водород в качестве газа носителя в испарителе пиролитическом!

- Шнуром коммутационным патч-корд UTP кат.5е 3 м подключить к блоку управления П4 в разъем Ethernet.
- сетевым шнуром SCZ-1 соединить испаритель пиролитический с сетью электропитания.

После подключения газовых линий к испарителю пиролитическому следует проверить их герметичность.

4.3 Задание параметров работы испарителя пиролитического

Возможные варианты управления работой испарителя пиролитического (блока пиролиза и блока криофокусировки), а также параметры работы приведены в соответствующем разделе.

Задание параметров работы испарителя пиролитического с помощью внешней программы.

Порядок работы с внешней программой описан в соответствующем разделе.

Алгоритм задания параметров работы испарителя пиролитического с внешней программы:

- нажать иконку “Хроматэк Пиролиз” в появившемся окне программы, соединить по com № компьютера с испарителем пиролитическим, в меню ввести необходимые параметры методики;
- выбрать команду "Изменить метод";
- в появившемся списке этапов поочередно задать необходимые параметры;
- после задания всех параметров вернуться в меню "Программа", в строке "Запуск метода" выбрать номер метода, нажать клавишу "Ввод" для сохранения изменений;

- запустить выполнение метода, нажав последовательно клавиши "Подготовка", "Готовность", "Старт".

Задание параметров работы испарителя пиролитического в программе "Хроматэк Аналитик".

Порядок работы с программой "Хроматэк Аналитик" описан в соответствующем разделе.

Алгоритм задания параметров работы термодесорбера в программе "Хроматэк Аналитик":

- запустить Панель управления;
- в меню "Управление" выбрать команду "Режим";
- в окне "Режим" выбрать "Режим №1 пиролиз", "Режим №2 программируемый испаритель", "Режим №3 термодесорбция";
- в появившемся диалоге ввести необходимые параметры.

Контроль параметров отображается в закладке "Состояние".

4.4 Установка трубки в термостат Испарителя П4

Трубку с твердой пробой, или заполненную частично сорбентом трубку, устанавливают в термостат испарителя пиролитического (блока пиролиза) на этапе хроматографа "Подготовка" (Рисунок 1.11 – Установка трубки в испаритель П4 и уплотнения адаптера (герметизирующего переходника)).

После установки трубки в термостат последовательно нажимают клавиши "Подготовка", "Готовность" и "Старт" во внешней программе испарителя пиролитического (при работе с внешней программой испарителя пиролитического) или клавишу "Старт" на панели хроматографа (при работе по старту хроматографа). Испаритель пиролитический переходит на этап "Пиролиз" или "Десорбция".



Во избежание получения ожога вынимать трубку из испарителя пиролитического разрешается при его температуре менее плюс 50 °С.

4.5 Последовательность действий по проведению анализа

После установки трубки и перехода испарителя пиролитического (блока пиролиза) на этапе Анализ в этап "Пиролиз" или "Десорбция", трубка нагревается в термостате до заданной температуры пиролиза или десорбции и через нее продувается газ, унося анализируемые компоненты в блок криофокусировки (переходную линию и ловушку).

При этом блок криофокусировки (с переходной линией и ловушкой) находится в режиме охлаждения (при использовании режима 3), т.е. фокусирования (концентрирования) летучих компонентов из испарителя пиролитического (блока пиролиза). При использовании режима 1 и 2 переходная линия будет нагреваться одновременно с нагревом блока пиролиза в режиме пиролиза или десорбции.

На этапе "Анализ" по окончании этапа "Пиролиз" или "Десорбция" испарителя П4, блок криофокусировки (с переходной линией и ловушкой) переходит в режим нагрева для быстрого перевода сфокусированных компонентов далее в колонку для их разделения (для режима 3).

После окончания этапа "Анализ" испаритель пиролитический переходит на этап "Отжиг" при установке этого этапа в программе и синхронизации его с этапом хроматографа "Продувка". При завершении этапа "Отжиг" испаритель пиролитический переходит на этап "Подготовка".

После завершения работы испаритель пиролитический можно выключать, не дожидаясь охлаждения всех узлов (термостат блока пиролиза, блок криофокусировки (переходная линия, термостат ловушки)).

5 Разработка методики анализа

5.1 Принцип пиролиза и термодесорбции

Метод пиролиза и термодесорбции заключается в извлечении летучих, полулетучих и нелетучих компонентов с твердой пробы, жидкого образца или сорбента при нагревании потоком инертного газа и их ввод в аналитическую систему (газовый хроматограф).

Самым простым вариантом является одностадийный пиролиз и термодесорбция. В этом случае вещества напрямую переносятся из трубки с пробой или сорбционной трубки в хроматографическую колонку. Поскольку количество пробы или сорбента в трубке является достаточно большим, невозможно учитывая инерцию обеспечить "мгновенную" десорбцию компонентов. Это приводит к получению широких пиков, что ухудшает хроматографическое разделение.

Для ввода узкой зоной анализируемых веществ в хроматографическую колонку используют двухстадийный пиролиз и термодесорбцию. При проведении двухстадийного пиролиза и термодесорбции компоненты, извлеченные из твердой пробы, жидкого образца или сорбционной трубки, предварительно фокусируются в начальной части капиллярной колонки (предколонки капиллярной) и после этого узкой зоной быстрым эффективным нагревом направляются в хроматографическую колонку (рисунок 5.1).

Существует два основных способа фокусирования компонентов:

- криофокусировка в холодном капилляре (ловушка в блоке криофокусировки);
- улавливание в холодной ловушке.

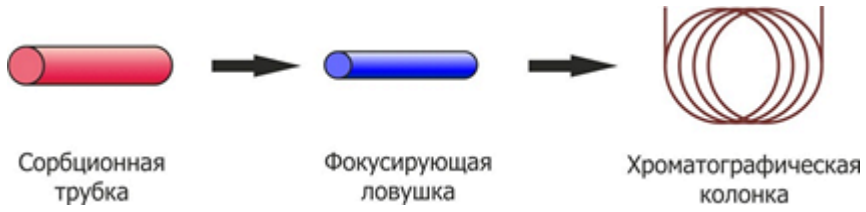


Рисунок 5.1 – Двухстадийная термодесорбция

В настоящем оборудовании реализована криофокусировка (концентрирование) в кварцевом капилляре внутренним диаметром от 0,25 до 0,32 мм, который охлаждается в ловушке жидкой углекислотой до температур от плюс 10 до минус 50 °С. Криофокусировка хорошо подходит для концентрирования легко летучих компонентов. В этом варианте расходуется небольшое количество жидкой углекислоты.

5.2 Применение пиролиза и термодесорбции

Основная область применения пиролиза и термодесорбции – анализ летучих, полулетучих и нелетучих органических соединений в виде отдельных образцов материалов и веществ, части изделий, вырезок штрихов реквизитов документов, а также извлечения на микросорбционную трубку из атмосферного воздуха, воздуха рабочей зоны и замкнутых помещений, а также для оценки выделений строительных материалов и бытовых предметов.

Пиролиз и термодесорбция используется для анализа летучих органических соединений в полимерах, резинах, пластмассах (как составной части полимерного материала, для определения типа, вида полимера или полимерной основы (связующего)) и других твердых пробах, например, для определения остаточных растворителей в фармацевтических продуктах, упаковочных материалах, мономеров в полимерах, запаха и ароматов в пищевых продуктах и т.д.

Метод пиролиза и термодесорбции может использоваться для анализа разнообразных компонентов, определение которых возможно на газовом хроматографе.

Разработка методики анализа подразумевает достижение следующих целей:

- полностью уловить анализируемые вещества из исследуемых материалов, веществ и изделий, микрочастиц и штрихов без потерь;
- полностью сфокусировать вещества на ловушке и переходной линии;
- перевести все вещества в хроматографическую колонку узкой зоной.

Достижение этих целей осуществляется подбором необходимых температур, выбором метода и условий отбора пробы, а также режима работы испарителя пиролитического.

Таблица 3 – Рекомендации по исследованию материалов письма в реквизитах документов методом термодесорбции из штриха

Материалы письма в штрихах	**Диапазон летучести компонентов, °С**	**Макс. рабочая Температура испарителя, °С**	**Площадь штриха, мм^2**	**Примеры анализируемых веществ**
Штрихи, выполненные чернилами для гелевых, ролевых и капиллярных ручек	Температура кипения от плюс 50 до плюс 300	плюс 220	4,0	Глицерин, диэтиленгликоль, полиэтиленгликоли, многоатомные спирты и ароматические неполярные соединения (с температурой кипения более плюс 100 °С) и менее летучие полярные соединения (с температурой кипения более плюс 150 °С)
Штрихи, выполненные штемпельными красками на водной основе	Температура кипения от плюс 50 до плюс 300	плюс 220	4,0	Глицерин, полиэтиленгликоли многоатомные спирты и ароматические неполярные соединения (с температурой кипения более плюс 100 °С) и менее летучие полярные соединения (с температурой кипения более плюс 150 °С)
Штрихи, выполненные пастами для шариковых и гибридных ручек	от плюс 50 до плюс 300	плюс 220	4,0	2-феноксиэтанол, бензиловый спирт, гексиленгликоль, 2-этилгексанол, 2-феноксиэтоксиэтинол, дибутилфталат, фурфурол, 2-феноксипропанол и

	ароматические неполярные соединения (с температурой кипения более плюс 100 °С) и менее летучие полярные соединения (с температурой кипения более плюс 150 °С)

[1] Приблизительное значение

5.3 Приготовление сорбционных трубок

При работе с испарителем пиролитическим П4 возможно использовать микросорбционные трубки длиной 70 мм и внешним диаметром 5 мм. Трубки могут быть изготовлены из кварцевого стекла, нержавеющей стали или другого инертного материала. При анализе химически активных веществ, таких как серосодержащие соединения, следует использовать стеклянные трубки.

В трубках обычно содержится от 50 до 280 мг сорбента в зависимости от его плотности, например, около 200 мг пористых полимеров (Tenax, Chromosorb, Porapak) или 280 мг углеродных сорбентов (Carbopack, CarbosieveS-III). Рекомендуемая фракция сорбента 60/80 меш.

Длина слоя сорбента не должна превышать зону нагрева и отстоять от обоих концов трубки не менее чем на 15 мм (с учетом переходной линии входящей на 16 мм в трубку), чтобы свести к минимуму погрешности, обусловленные диффузионным проникание при малой скорости прокачки. Для удерживания сорбента в стеклянной трубке используют стекловату или кварцевую вату. Длина слоя стекловаты должна быть около 5 мм. Для удерживания сорбента в металлических трубках используют сетку из нержавеющей стали.

При анализе термолабильных компонентов допускается фиксировать слой сорбента в трубке с помощью силанизированной стекловаты. В этом случае максимальная температура трубки не должна превышать плюс 250 °С.

Сорбционная микротрубка, заполненная сорбентом, показана на рисунке 5.2.

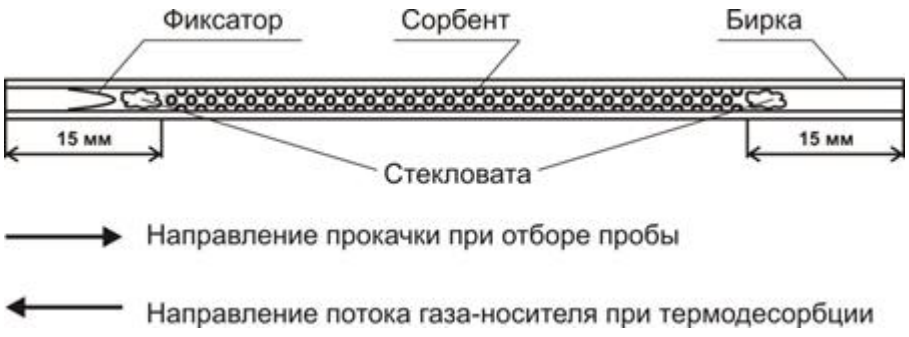


Рисунок 5.2 – Заполнение микротрубки сорбентом

Если трубка содержит несколько сорбентов, то их располагают по порядку увеличения их силы и отделяют друг от друга слоем стекловаты. Самый сильный сорбент должен располагаться со

стороны маркировки трубки. Таким образом, проба вводится в направлении от слабого сорбента к сильному, малолетучие компоненты улавливаются слабым сорбентом, а высоколетучие – сильным. Десорбция происходит в обратном направлении и мало летучие компоненты не контактируют с сильным сорбентом, что могло бы привести к их необратимой сорбции.

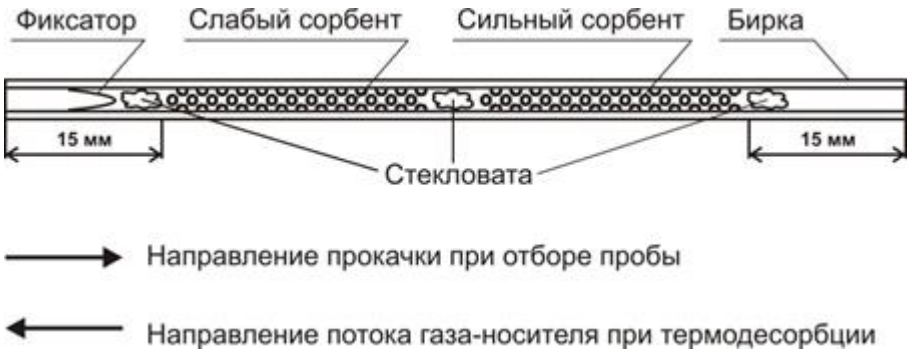


Рисунок 5.3 – Заполнение микротрубки несколькими сорбентами

Возможные варианты заполнения трубок несколькими сорбентами приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Примеры многослойных трубок

Первый слой	**Второй слой**	**Третий слой**
Tenax TA	Carbopack B	–
Tenax GR	Carbopack B	–
Tenax TA	Carboxen 1000	–
Tenax TA	Carbosieve S-III	–
Tenax GR	Carboxen 1000	–
Tenax GR	Carbosieve S-III	–
Carbopack B	Carbosieve S-III	–
Carbopack B	Carboxen 1000	–
Tenax TA	Carbopack B	Carboxen 1000
Tenax TA	Carbopack B	Carbosieve S-III
Tenax GR	Carbopack B	Carboxen 1000
Tenax GR	Carbopack B	Carbosieve S-III
Carbopack B	Carbosieve S-III	Carboxen 1000
Carbopack C	Carbopack B	Carboxen 1000
Carbopack C	Carbopack B	Carbosieve S-III

Трубки рекомендуется перенабивать новым сорбентом каждый год или после 100 анализов.

5.3.1 Кондиционирование сорбционных трубок

Кондиционирование трубок используется для удаления с сорбента всех примесей. Кондиционирование можно проводить непосредственно в испарителе пиролитическом (на этапе "Отжиг") при условии установки на хроматограф системы для обратной продувки предколонки в сочетании с этапом "Продувка" на хроматографе или с применением специализированного устройства десорбера (для длительного кондиционирования новых микротрубок).

При первом кондиционировании желательно повышать температуру постепенно через три или четыре ступени. Температуру первого кондиционирования устанавливают на величину от плюс 20 до плюс 30 °С выше температуры десорбции. Для быстрого удаления примесей используйте высокий расход инертного газа (около 10-15 мл/мин). Время кондиционирования новой микротрубки зависит от типа сорбента и температуры, но в любом случае оно должно быть не менее 20 мин.

При последующем кондиционировании микротрубки температуру можно задавать на величину от плюс 10 до плюс 20 °С выше температуры десорбции, а время от 5 до 10 мин.

Температура кондиционирования не должна превышать максимальную рабочую температуру сорбента (таблица 3).

Температура кондиционирования многослойных трубок выбирается по самому термолабильному сорбенту. Например, максимальная температура кондиционирования трубок, заполненных TenaxGR, CarbopackB и CarbosieveS-III, составляет плюс 330 °С.

Перед заполнением трубки сорбент необходимо прокондиционировать в соответствии с рекомендациями изготовителя. Если таковые отсутствуют, то кондиционирование сорбента проводят в течение времени от 15 до 20 часов в токе инертного газа при температуре на плюс 25 °С ниже максимальной рабочей температуры.

5.3.2 Хранение трубок

Для герметичного хранения сорбционных трубок используют контейнеры.

Порядок установки сорбционной трубки в контейнер:

вставить сорбционную трубку в контейнер, поставить заглушки (гайки) по краям контейнера.

Не используйте инструменты для затягивания гаек при герметизации трубок. Это может привести к повреждению сорбционной трубки.

Если анализ проб не будет проведен в течение 8 ч после отбора, то контейнер с сорбционной трубкой дополнительно помещают в герметичную емкость с чистым белым хлопчатобумажным мешочком, заполненным активированным углем.

Контейнер с трубками можно хранить в холодильнике при температуре от плюс 4 до плюс 6 °С, если атмосфера холодильника не содержит органических примесей.

После изменения температуры трубок гайки должны быть повторно затянуты, чтобы исключить их разгерметизацию.

При длительном хранении пробы в комбинированных трубках возможна миграция мало летучих компонентов со слабого сорбента на сильный. В последующем анализе это приведет к неполной десорбции мало летучих компонентов.

5.4 Исследования методом пиролитической газовой хроматографии изделий из резин, пластмасс, других полимерных материалов и ряда других объектов и материалов

Таблица 5 – Рекомендуемые температуры пиролиза изделий из резин, пластмасс и других полимерных материалов, и ряда других объектов и материалов

Полимер	**Максимальная температура пиролиза, °С**
Каучуки, сополимеры	От плюс 600 до плюс 650
Пластмассы	Плюс 700
Лаки и краски	Плюс 550
Смолы	Плюс 480
Резины, каучуки	От плюс 600 до плюс 700, от плюс 700 до плюс 770
Полимеры	Плюс 600
Определение состава высокомолекулярных смесей	От плюс 350 до плюс 650
Определение нефти в горных породах, сланцах (как источников нефти)	Плюс 600, плюс 700, плюс 800
Фармакология	Плюс 350, плюс 500, плюс 750
Оценка термостабильности полимеров	Плюс 100, плюс 150, плюс 250, от плюс 450 до плюс 650
Криминалистика: исследование следов материалов, веществ и изделий (в частности, исследование микрочастиц наркотических средств марихуаны, гашиша в количествах недостаточных для приготовления экстрактов для исследования) при температуре курения	Плюс 450
Медицина (например: исследование наркотических средств в биологических пробах в следах). Исследование методом пиролитической газовой хроматографии – масс спектрометрии	Плюс 350, плюс 450, плюс 750

5.4.1 Отбор пробы

Отбор пробы осуществляется путем отбора твердых проб, например горных пород как источников нефти, также могут быть отобраны частицы резин, пластмасс и других полимерных материалов, при возможности измеряется площадь исследуемых частиц, а также при наличии аналитических весов высокой точности производится взвешивание микрочастиц и определяется масса исследуемых частиц.

Отбор проб осуществляется с помощью инструментов, входящих в состав комплекта поставки испарителя пиролитического П4 (пинцет, трубка).

5.4.2 Анализ твердых проб

Методом пиролиза и термодесорбции можно анализировать твердые пробы, например, штрихи реквизитов документов (исследование летучих растворителей по методике установления давности документов), лекарственные препараты, полимеры, пищевые продукты и др.

Полное извлечение летучих компонентов из твердых проб возможно только для высокодисперсных гомогенных систем. В остальных случаях метод пиролиза и термодесорбции дает только информацию о составе, которую можно использовать, например, при сравнении нескольких образцов или построении профиля продукта ("отпечаток пальцев").

Пример заполнения трубки твердой сыпучей пробой показан на рисунке ниже. Пробу помещают в центральную часть трубки и фиксируют двумя заглушками из стекловаты.



Рисунок 5.4 – Трубка с твердой пробой

При анализе твердых проб, содержащих высококипящие соединения (например, смолы), помещайте в трубку небольшое количество образца. Это позволит избежать серьезного загрязнения системы и последующей очистки. Перед твердой пробой можно поместить небольшое количество сорбента, который будет пропускать летучие анализируемые компоненты, и задерживать такие вещества, как смолы и жиры (рисунок ниже).

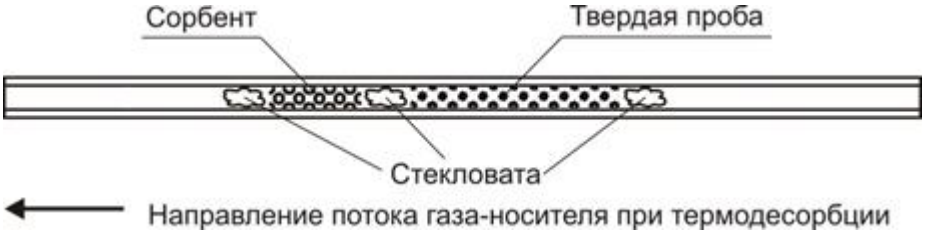


Рисунок 5.5 – Размещение сорбента перед твердой пробой

5.5 Параметры работы испарителя пиролитического

В данном разделе приведены рекомендации по заданию параметров работы испарителя пиролитического. Выбор параметров необходимо производить в соответствии с используемой методикой анализа.

5.5.1 Температура пиролиза и десорбции

Температура пиролиза и десорбции выбирается таким образом, чтобы добиться полного извлечения компонентов. В идеале температура должна быть максимально высокой. Однако, при температурах, близких к максимальной рабочей температуре, может начинаться разложение объекта с выделением различных примесей. Поэтому при отсутствии необходимости не рекомендуется устанавливать слишком высокую температуру пиролиза или термодесорбции.

5.5.2 Время пиролиза и десорбции

Время пиролиза и десорбции должно быть достаточным для полного извлечения компонентов. В зависимости от температуры пиролиза или десорбции и расхода время газа, время десорбции составляет от 1 до 15 мин, время пиролиза составляет 1 сек. – 300 сек. Необходимо задавать минимально возможное время, чтобы повысить производительность работы пиролизера и термодесорбера.

5.5.3 Фокусирование веществ в ловушке

Поскольку ловушка концентрирует вещества при низкой температуре до минус 50 °С и через нее пропускается небольшой объем газа, в данном случае криофокусировка происходит на части капиллярной колонки или предколонки с фазой или без фазы (участок капиллярной колонки 50-70 мм).

5.5.4 Температура охлаждения ловушки

Температура охлаждения ловушки выбирается таким образом, чтобы не происходило "проскока" анализируемых компонентов. Проверка наличия "проскока" пробы через ловушку проверяется следующим образом. Стандартная смесь, содержащая определенные количества анализируемых компонентов, вводится напрямую в испаритель хроматографа и через адаптер блока пиролиза и ловушку (блок криофокусировки) испарителя пиролитического. Если отклик, полученный при прямом анализе, превышает отклик, полученный при анализе на испарителе пиролитическом, то проба не полностью улавливается на ловушке. В этом случае необходимо понизить температуру ловушки. Если понижение температуры ловушки до минус 50 °С все равно приводит к "проскоку" пробы, то в ловушке необходимо использовать более полярную колонку или предколонку с более толстым слоем фазы.

При анализе очень влажных проб возможно "закупоривание" ловушки льдом. Для предотвращения "закупоривания" ловушки при анализе образцов, содержащих значительное количество воды, рекомендуется задавать температуру ловушки выше плюс 4 °С.

5.5.5 Температура нагрева ловушки

Температура нагрева ловушки (блока криофокусировки) устанавливается таким образом, чтобы достигалась полная десорбция компонентов. Контроль полноты десорбции веществ с ловушки осуществляют по результатам сравнительного анализа. Если отклики пиков при последующей десорбции не являются пренебрежимо малыми по сравнению с откликами, получаемыми при анализе, то увеличивают верхнюю температуру ловушки.

Верхняя температура ловушки (блока криофокусировки) не должна превышать максимальную рабочую температуру используемой фазы в капиллярной колонке.

5.5.6 Скорость нагрева

Скорость нагрева должна обеспечивать быструю десорбцию компонентов с сорбента и их перенос из ловушки далее по капиллярной колонке. Для анализа большинства летучих органических соединений устанавливают максимально высокую скорость нагрева.

Для анализа термолабильных компонентов, которые могут разлагаться при быстром повышении температуры устанавливают медленную скорость нагрева.

5.5.7 Время нагрева

Для полной десорбции компонентов с ловушки (блока криофокусировки) обычно достаточно от 2 до 5 мин. Если этого времени недостаточно, например, при медленной скорости нагрева, то его увеличивают, чтобы при последующем анализе на хроматограмме отсутствовали пики от предыдущего анализа.

5.5.8 Очистка трубки

Очистка рабочей трубки (отжиг трубки) используется для удаления из нее всех примесей, остатков от предыдущей пробы перед повторным применением для помещения в нее пробы.

Время очистки (отжига) трубки составляет не более 15-25 секунд. Обычно для удаления остатков примесей достаточно от 10 до 20 секунд.

5.5.9 Температура переходной линии

Температура переходной линии выбирается такой, чтобы предотвратить конденсацию анализируемых компонентов. Для получения воспроизводимых результатов обычно температуру переходной линии устанавливают на величину от плюс 5 до плюс 10 °С выше температуры ловушки.

5.5.10 Расход газа-носителя

Для обеспечения передачи пробы из испарителя пиролитического в хроматограф расход газа-носителя обычно устанавливают от 1 до 5 мл/мин. Если используются капиллярные колонки с внутренним диаметром менее 0,32 мм и расходом газа-носителя через колонку от 2 до 3 мл/мин, то в пиролитическом испарителе задают сброс пробы от 1:0 до 1:100 (в зависимости от концентрации исследуемых компонентов).

5.5.11 Герметичность

Значение герметичности выбирается таким образом, чтобы при прохождении теста на утечку перед этапом пиролиза или десорбции контролировалось падение давления в блоке пиролиза при заглушенном сбросе пробы. Значение суммарного расхода не должно быть больше значения допустимого расхода более чем на 1 мл/мин.

5.6 Градуировка

Процедура градуировки испарителя пиролитического должна максимально приближаться к реальным условиям анализа. Для получения правильных результатов необходимо вводить стандарт через адаптер в трубку и полностью повторять все этапы анализа.

Наиболее часто градуировку проводят по стандартным жидким смесям.

Градуировка по стандартным смесям.

Градуировочные смеси приготавливают в соответствии с используемыми методами. В зависимости от объекта анализа концентрация анализируемых компонентов в градуировочной смеси может быть от 100 мкг/л^3 до 10 мг/л^3. При этом она должна соответствовать средней ожидаемой концентрации в пробе.

Градуировка испарителя пиролитического П4 по жидким смесям

При проведении градуировки по жидким смесям следует обратить внимание на то, что СКО результатов анализа будет выше, чем при градуировке по смесям, поскольку дозирование пробы микрошприцем вносит значительную погрешность.

Перед градуировкой необходимо рассчитать концентрацию компонента в градуировочном растворе. Масса вещества, вводимая через адаптер в трубку, должна соответствовать массе, десорбируемой из трубки при десорбции или пиролизе.

Градуировка испарителя пиролитического проводится в режиме работы испарителя пиролитического "Испаритель программируемый", данный режим рекомендуется применять при работе с жидкими пробами (анализ жидких проб, градуировка хроматографа, поверка хроматографа), так он обеспечивает наилучшую воспроизводимость анализов жидкой пробы и обеспечивает необходимые параметры СКО (согласно методики поверки с капиллярной колонкой допускается **СКО не более 6 %** при ручном вводе поверочной смеси микрошприцем, в реальности значение СКО с данным типом оборудования при ручном вводе возможно получать не более 2 %) при проведении поверки хроматографа и его градуировки.

Ниже приведен пример расчета концентрации вещества в градуировочном растворе при пробоотборе:

ожидаемая концентрация вещества компонента при десорбции 10 мкг/м^3;

при градуировке в трубку (с установленной кварцевой ватой под сужение трубки) через адаптер испарителя пиролитического будет вводиться 1 мкл жидкой смеси, при вводе пробы без деления потока (прямой ввод) рекомендуется ввод 0.2 мкл (микрошприцем Hamilton или SGE-Chromatec-01, объемом 1 мкл из комплекта ЗИП испарителя пиролитического) градуировочной смеси для исключения перегрузки капиллярной колонки парами растворителя градуировочной смеси;

в градуировочном растворе концентрация вещества должна быть 10 нг/МКл или 10 мкг/мл.

Для приготовления жидких градуировочных смесей следует использовать растворитель марки "х.ч. для хроматографии", который необходимо проверить на отсутствие мешающих примесей. Перед выбором растворителя следует убедиться в том, что он не элюируется совместно с определяемыми веществами. Рекомендуется использовать более летучий растворитель, чем анализируемые соединения. В этом случае перед анализом его можно будет отдуть из сорбционной трубки потоком инертного газа. Лучше всего этим требованиям удовлетворяет метанол. Градуировка по жидким смесям может выполняться одним способом: ввод жидкости через адаптер испарителя пиролитического.

5.7 Общие рекомендации по проведению анализа

Для исключения загрязнения системы запрещается промывать подводящие трубопроводы и газовые магистрали испарителя пиролитического органическими растворителями.

Перед проведением анализа или серии анализов рекомендуется выполнить холостой анализ, чтобы убедиться в чистоте аналитической системы.

Возможные неисправности и рекомендации по их устранению.

В ходе работы могут встречаться следующие виды неисправностей:

неудовлетворительная сходимость результатов между параллельными измерениями;

размытие пиков, их уширение или появление "хвостов";

наличие ложных пиков;

отсутствие пиков на хроматограмме.

При возникновении неисправностей проверьте соответствие режима работы испарителя пиролитического тем аналитическим задачам, которые Вы решаете. Описание разработки методики анализа и выбор оптимальных параметров приведены в разделах 2, 3, 4 и 5.

5.7.1 Неудовлетворительная сходимость при параллельных измерениях

Все причины отсутствия сходимости результатов между параллельными измерениями можно разделить на две части – аналитические (методические) и аппаратные. При выявлении причин отсутствия СКО, в первую очередь, следует убедиться в соответствии аналитических требований, а затем перейти к поиску аппаратных несоответствий.

Следует отметить, что за норму сходимости при выполнении анализов принимают значения, регламентированные методикой анализа, а не указанное в технических характеристиках значение СКО.

5.7.2 Аналитические несоответствия

Объем (при возможности измерения и масса) отбираемой на трубку пробы должен быть точно отмерен и повторяться от анализа к анализу.

Если сходимость результатов при выполнении этого требования не улучшается, необходима проверка аппаратных средств.

5.7.3 Аппаратные несоответствия

Не герметичность установки трубки;

Не герметичность коммутирующих трубопроводов;

Не герметичность уплотнений колонки, поломка колонки;

Неисправность хроматографа.

5.7.4 Проверка герметичности установки трубки в блоке пиролиза

Не герметичность установки трубки может влиять на высоту пиков анализируемых компонентов или приводить к их отсутствию на хроматограмме.

Перед проведением десорбции или пиролиза трубка в блоке пиролиза проверяется на герметичность. Проверка производится по измерению падению давления в газовой линии при заглушенном сбросе пробы, а также по измерению допустимого расхода по отношению к суммарному расходу по порту ввода, на котором установлено оборудование (если суммарный расход не превышает допустимый, то проверка считается пройденной, при этом допускается превышение суммарного расхода не более чем на 1 мл/мин).

Если значение суммарного расхода выше допустимого, то необходимо выполнить следующие мероприятия:

1. Заглушить выход сброса газа-носителя на испарителе пиролитическом, значение газа-носителя без сброса пробы должно равняться величине не более величины потока газа-носителя через капиллярную колонку без учета деления потока (сброса);
2. При не удовлетворительном прохождении теста на герметичность (суммарный расход существенно превышает допустимый), значение расхода – газа носителя при заглушенной линии сброса (деление потока) выше значения расхода газа-носителя через колонку без учета сброса (деления потока) выполняются следующие мероприятия:

проверить трубку (кварцевый лайнер) испарителя пиролитического на наличие сколов по торцам, которые могут приводить к утечкам газа-носителя, при необходимости заменить трубку;

проверить состояние загрязненности уплотнений в переходной линии или заменить уплотнение из комплекта ЗИП, для этого надо убрать лайнер из блока пиролиза, отключить на блоке пиролиза линию по газу–носителю и по сбросу, затем винтом 214.8.900.175 (см. рис 1.9) отсоединить блок пиролиза от переходной линии и ловушки;

далее проверить резиновое уплотнительное кольцо 214.8.685.090 (уплотнение между блоком пиролиза и блоком криофокусировки) на переходной линии на наличие загрязнений, в случае необходимости заменить уплотнения из комплекта ЗИП или очистить данное уплотнение.

5.7.5 Проверка исправности хроматографа

Проверка исправности хроматографа заключается в проверке СКО при вводе контрольной смеси с помощью микрошприца в испаритель. Контроль желательно проводить на рабочей хроматографической колонке. Состав контрольной смеси выбирается исходя из реальных условий анализа.

5.7.6 Размытие пиков, их уширение или появление "хвостов"

Размытие пиков может быть вызвано следующими причинами:

недостаточный поток газа-носителя при пиролизе или десорбции и элюирования компонентов из ловушки. Установить расход газа-носителя в соответствии с рекомендациями, приведенными в разделе 5.

в блоке криофокусировки (ловушке) установлена колонка или предколонка со слишком сильно полярной фазой. Подобрать более слабую, менее полярную фазу;

при десорбции с микро сорбционной трубки на блоке криофокусировки (ловушке) сконцентрировалось большое количество воды или растворителя. В результате при высокой скорости нагрева ловушки происходит мгновенное испарение воды или растворителя, что приводит к образованию широкой хроматографической зоны. Увеличить нижнюю температуру ловушки, чтобы вода или растворитель концентрировались минимально или установить скорость нагрева от 500 до 1000 °С/мин;

перегрузка хроматографической колонки. Емкость колонки зависит от толщины неподвижной жидкой фазы и составляет от 20 до 1000 нг. Увеличить деление потока в пиролитическом испарителе;

старение хроматографической колонки. Заменить хроматографическую колонку.

Появление "хвостов" у хроматографических пиков летучих компонентов является свидетельством окончания срока службы колонки или предколонки в ловушке. Заменить колонку.

5.7.7 Наличие ложных пиков

При выявлении ложных пиков следует обратить внимание на то, что исследуемые твердые пробы при пиролизе или десорбции дают примеси, масса которых может достигать нескольких нанограмм.

Ложные пики, совпадающие по времени удерживания с пиками анализируемых компонентов, могут появляться в результате неполной десорбции веществ из трубки или ловушки. Также возможно накопление веществ в газовых каналах. Наиболее вероятная причина данной неисправности заключается в неправильно заданных параметрах режима работы испарителя П4 (температуры, расходы газов и время выполнения каждого этапа).

Ложные пики, имеющие время удерживания, отличное от анализируемых компонентов, могут появляться в результате наличия источника загрязнения в газовых каналах, при использовании загрязненного газа-носителя, высокой температуре десорбции, приводящей к разложению исследуемого объекта.

Для выявления источника загрязнения последовательно проводят следующую серию анализов:

холостой анализ на хроматографе с выключенным испарителем пиролитическим. При наличии ложных пиков искать неисправность в хроматографе;

холостой анализ пустой трубки. Если на полученной хроматограмме отсутствуют ложные пики, то причина в неполной десорбции или пиролиза анализируемых веществ с объекта исследования или недостаточной очистки трубок после анализа. В соответствии с методикой анализа подобрать температуру десорбции или пиролиза, расход газа-носителя и время десорбции и пиролиза таким образом, чтобы проходила полная десорбция или пиролиз веществ и при повторной десорбции или пиролизе, отсутствовали пики;

холостой анализ пустого блока криофокусировки (ловушки). Если на полученной хроматограмме отсутствуют ложные пики, то причина в неполной десорбции анализируемых веществ с блока криофокусировки (ловушки). В соответствии с методикой анализа подобрать температуру, расход газа-носителя и время нагрева таким образом, чтобы проходила полная десорбция веществ.

Если холостой анализ с пустой трубкой в блоке пиролиза и ловушкой в блоке криофокусировки показывает наличие загрязнений, то возможны следующие причины:

низкая температура переходной линии. Увеличить температуру переходной линии.

наличие загрязнений в переходной линии. Прочистить переходную линию. Тщательно промыть канал в блоке криофокусировки для переходной линии и ловушки чистым растворителем дихлорметаном и продуть чистым инертным газом;

наличие загрязнений в трубопроводах по линии газа-носителя. Тщательно продуть трубопроводы чистым инертным газом. В случае присутствия в трубопроводе трудно

удаляемых загрязнений допускается его промывание перхлорэтиленом, толуолом, этанолом или этилацетатом.

Перед промывкой трубопроводов обратитесь в ремонтно-эксплуатационную службу ЗАО СКБ "Хроматэк" для получения соответствующих рекомендаций.

5.7.8 Отсутствие пиков на хроматограмме

Возможны следующие причины неисправности:

негерметичность трубопроводов по линии газа-носителя. Проверить герметичность соединений;

трубка установлена не герметично. Проверить герметичности установки трубки согласно разделу 5;

если на этапе "Подготовка" расход газа-носителя не выходит на заданное значение, то возможно имеется негерметичность из-за недостаточно уплотненной трубки или наоборот излишне пережатой трубки (адаптер перетянут пользователем), перекрывая газовые каналы. Для устранения данной неисправности следует обратиться к изготовителю.

6 Техническое обслуживание

Для изделия предусматривается два вида технического обслуживания:

- Текущее техническое обслуживание. Выполняется персоналом, изучившим настоящее руководство по эксплуатации и работающим с испарителем пиролитическим П4;
- Периодическое техническое обслуживание. Выполняется сервис-инженером, квалификация которого подтверждена удостоверением, заверенным руководством ЗАО СКБ "Хроматэк" или персоналом, прошедшим аттестацию в соответствии с документами, приведенными в разделе меры безопасности настоящего руководства по эксплуатации и изучившим руководство по эксплуатации.

Рекомендуемая периодичность обоих видов технического обслуживания приводится из расчета 10–20 анализов за рабочую смену или рабочий день продолжительностью восемь часов.

Периодичность технического обслуживания может изменяться:

от интенсивности работы испарителя пиролитического;

температурных режимов работы испарителя пиролитического;

типа анализируемых проб.

Техническое обслуживание допускается проводить только при отключении шнура питания от сети и перекрытых газовых магистралях.

Данные по учету технического обслуживания или ремонта заносятся в паспорт испарителя или в документацию (журнал учета) предприятия, эксплуатирующего испаритель.

6.1 Текущее техническое обслуживание

Операции текущего технического обслуживания приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Операции текущего технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Общие оценки: чистота переходной линии в блоке криофокусировки; стабильность поддержания заданных расходов газов и температур узлов испарителя пиролитического.	Ежедневно
Текущие операции: контроль состояния уплотняющих прокладок трубки.	Ежедневно

Общие оценки в большинстве случаев являются субъективными и достоверность их, в большой степени, зависит от опыта оператора. Тем не менее, в совокупности с оцениваемыми

техническими параметрами испарителя пиролитического, совместно с хроматографом данные оценки могут учитываться в последующих действиях по устранению неисправности.

Чистота переходной линии оценивается визуально при установке на нее испарителя пиролитического. Возможные загрязнения могут вызвать эффекты памяти.

Стабильность поддержания заданных расходов газов и температур может быть оценена по измеренным значениям на управляющей панели хроматографа.

Текущие операции связаны с контролем состояния уплотняющих колец трубки. Следует проверять визуально перед установкой трубки в термостат испарителя пиролитического.

Кольцо трубки меняется при наличии на ней видимых следов деформации, трещин, загрязнений или при неплотном уплотнении трубки.

Действия:

для замены уплотняющего кольца, расположенного в верхней части испарителя пиролитического необходимо снять уплотняющее кольцо и установить новое;

для замены уплотняющего кольца, расположенного со стороны переходной линии, необходимо вынуть трубку, отвернуть установочный винт на блоке пиролиза, поднять блок пиролиза, снять уплотняющее кольцо, установить новую и собрать испаритель пиролитический П4 в обратном порядке.

6.2 Периодическое техническое обслуживание

Операции периодического технического обслуживания приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Операции периодического технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Проверка состояния уплотнительного кольца трубки испарителя пиролитического	Раз в месяц
Проверка герметичности газовых линий	Раз в полгода
Замена кварцевой трубки	Раз в год или после 1000 анализов, а также при возникновении неисправностей в виде не герметичности из-за сколов по торцам кварцевой трубки
Замена ловушки (блок криофокусировки)	При возникновении неисправностей
Замена переходной линии (блок криофокусировки)	При возникновении неисправностей

Проверка состояния мембраны адаптера для ввода жидких проб в трубку испарителя пиролитического (блок пиролиза).

Мембрана для ввода жидких проб испарителя пиролитического изнашивается при операциях ввода жидких проб в испаритель пиролитический. Замена мембраны испарителя пиролитического производится при выключенных испарителе пиролитическом и хроматографе.

Проверка герметичности газовых линий.

Герметичность газовых линий испарителя пиролитического проверяется по двум каналам: "Газ-носитель" ("ГН") и "Сброс пробы" ("СБ").

Проверка герметичности по линии "ГН".

- подать на "Вход ГН" испарителя пиролитического (блок пиролиза) давление инертного газа от 0,4 до 0,44 Мпа;
- задать расход газа-носителя 2-3 мл/мин. Заглушить сброс пробы испарителя пиролитического (блок пиролиза);
- через 1 мин зафиксировать показания измеренного расхода газа-носителя. Допустимая утечка должна быть не более 1 мл/мин. При превышении допустимого значения утечки установить место утечки путем прокапывания спиртом мест соединений и штуцеров, и устранить не герметичность.

Во избежание загрязнения системы запрещается использовать для проверки на герметичность мыльные растворы!

При подтягивании штуцерных соединений не прилагать усилий, превышающих значения, приведенные в разделе 1.

Если путем прокапывания спиртом не удается установить место утечки, то его можно определить, последовательно устанавливая заглушки на определенные участки газовых линий.

Замена трубки

Замена трубки производится при появлении сколов кварцевой трубки по ее торцам, не обеспечивающих герметичность при установке ее в испаритель пиролитический (блок пиролиза).

7 Транспортирование и хранение

Транспортирование испарителя пиролитического 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 плюс 50 °С;
- относительная влажность воздуха до 98 % при плюс 35 °С;
- отсутствие в воздухе пыли и паров агрессивных примесей.

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

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

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

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

Складирование – не более трех ярусов.

После извлечения из упаковки в холодное время года испаритель пиролитический П4 должен быть выдержан в нормальных условиях не менее 4-х часов.

8 Сведения о рекламациях

Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие испарителя пиролитического техническим характеристикам при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения, монтажа и эксплуатации.

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

В случае отказа в работе *изделия* в период гарантийного срока эксплуатации необходимо:

- составить технически обоснованный акт рекламации о несоответствии техническим характеристикам, указанным в паспорте;
- сделать выписки из раздела "Свидетельство о приемке";
- указать дату, организацию или лицо, производившее ввод в эксплуатацию;
- указать проведенные мероприятия по техническому обслуживанию.

Допускается направить заверенные руководителем предприятия, эксплуатирующего *изделие*, копии разделов "Свидетельство о приемке", "Учет технического обслуживания".

АКТ следует направить по адресу:

Юридический адрес: 424000, Республика Марий Эл, г. Йошкар-Ола, ул. Строителей, д. 94

Телефоны:

Технический директор	68-59-04.
Конструкторский отдел	68-59-35.
Отдел маркетинга	68-59-18.
Техническая поддержка	685932, +79877094200 (WhatsApp)
Ремонтно-эксплуатационная служба	68-59-19.
Коммерческий отдел	68-59-69.

E-mail: mail@chromatec.ru.

Почтовый адрес: 424006, Республика Марий Эл, г. Йошкар-Ола, ул. Строителей, д. 94

9 Приложение

Методика анализа реквизитов документов, выполненных пастами для шариковых ручек методом ГХ-термодесорбции в соответствии с методическими рекомендациями;

Методика анализа реквизитов документов, выполненных пастами для шариковых ручек методом последовательной (ступенчатой) ГХ-термодесорбции в соответствии с методическими рекомендациями;

Методика анализа реквизитов документов в штрихах, выполненных чернилами для гелиевых ручек, роллеров, капиллярных и перьевых ручек, реквизитов в штрихах, выполненных чернилами для струйных принтеров, реквизитов оттисков печатей и штампов, выполненных штемпельными красками методом ГХ-термодесорбции в соответствии с методическими рекомендациями.