ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ "КРИСТАЛЛ 2000М"

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

214.2.840.030РЭ

ЧАСТЬ 1

ОПИСАНИЕ И РАБОТА. ОБЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ

Редакция 03.07.2024

Оглавление

Важные указания 6

1 Состав руководства по эксплуатации 7

2 Введение 7

2.1 Меры безопасности 8

2.2 Условия эксплуатации 8

2.3 Технические характеристики 9

2.4 Комплектность 11

3 Правила утилизации 12

4 Устройство хроматографа 13

4.1 Конструкция хроматографа 13

4.1.1 Исполнение 1 13
4.1.2 Исполнение 2 16

4.2 Газовые регуляторы 18

4.2.1 Общая информация 18
4.2.2 Регуляторы расхода и давления электронные 19
4.2.3 Проверка расходов газов 22
4.2.4 Проверка давлений газов 24

4.3 Фильтры 25

4.3.1 Фильтр 5.886.001 27
4.3.2 Фильтр 5.884.048 28
4.3.3 Фильтр 5.884.064 28
4.3.4 Фильтр 5.884.065 29
4.3.5 Фильтр 6.112.008 29
4.3.6 Фильтр 5.884.015 30
4.3.7 Техническое обслуживание фильтров 30

4.4 Термостат колонок 33

4.4.1 Исполнение 1 33
4.4.2 Исполнение 2 35

4.5 Метанатор 36

4.6 Газовые линии и делители потоков 39

4.6.1 Трубопроводы и подключение газовых линий 39
4.6.2 Коллекторы и тройники 40
4.6.3 Делители потока 43

4.6.4 Проверка герметичности соединений газовых линий 44

4.7 Пневмосопротивления 47

4.8 Клапаны 50

4.9 Процессорный модуль ПМ31 51

4.9.1 Основная плата процессорного модуля 51
4.9.2 Силовой модуль хроматографа исполнения 1 53
4.9.3 Силовой модуль хроматографа исполнения 2 55
4.9.4 Этапы работы, элементы управления и индикации хроматографа исполнения 1 .. 56
4.9.5 Этапы работы, элементы управления и индикации хроматографа исполнения 2 .. 58
4.9.6 Краткое описание этапов работы хроматографа 59

5 Подготовка к работе 60

5.1 Операции с насадочными колонками 60

5.1.1 Общие сведения 60
5.1.2 Подготовка уплотнительных элементов колонок 62
5.1.3 Подготовка устройств для установки колонки 63
5.1.4 Установка насадочной колонки 63

5.2 Операции с капиллярными колонками 64

5.2.1 Размещение колонки в термостате 64
5.2.2 Подготовка колонки к установке 65
5.2.3 Установка капиллярной колонки 66

5.3 Кондиционирование колонок 67

5.3.1 Подготовка колонки к кондиционированию 67
5.3.2 Кондиционирование насадочных колонок 68
5.3.3 Кондиционирование капиллярных колонок 68
5.3.4 Другие способы регенерации колонок 69

5.4 Подготовка жидких и газообразных проб 69

5.4.1 Пробоподготовка 69
5.4.2 Подготовка жидких проб 70
5.4.3 Общие рекомендации по подготовке проб газа 70

5.5 Операции с микрошприцами 71

5.6 Настройка конфигурации хроматографа 72

6 Работа с хроматографом 73

6.1 Управление хроматографом 73

6.2 Проверка работоспособности 73

6.3 Порядок работы 74

6.3.1 Включение хроматографа 74

6.3.2 Выполнение измерений 75
6.3.3 Завершение работы 76
7 Техническое обслуживание 77
7.1 Виды технического обслуживания 77
7.2 Текущее техническое обслуживание 78
7.3 Периодическое техническое обслуживание 79
7.4 Расходные материалы для хроматографа 80
8 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению 84

Важные указания

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



Указания, отмеченные данным символом, следует выполнять при наличии в составе комплекса хроматографа с электронозахватным детектором (ЭЗД), содержащего источник радионуклидного излучения.



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).



Данный символ предупреждает об опасности взрыва при использовании водорода.

На двери термостата наносится надпись:

Внимание! Перед включением хроматографа убедитесь, что линии подачи водорода заглушены или подключены к колонке.

1 Состав руководства по эксплуатации

Руководство по эксплуатации на хроматограф газовый "Кристалл 2000М" состоит из следующих частей:

- **Инструкция по установке**. Сведения по размещению и установке хроматографа на рабочем месте.
- **Часть 1. Описание и работа**. Общая информация. Общие сведения о конструкции, использовании и техническом обслуживании хроматографа.
- **Часть 2. Узлы ввода пробы и детекторы**. Сведения о конструкции, особенностях использования и техническом обслуживании испарителей, кранов и детекторов.

2 Введение

Хроматограф предназначен для анализа жидких, газообразных и твердых проб различных органических и некоторых неорганических соединений.

Настоящее руководство содержит сведения об устройстве и принципах работы газовых хроматографов следующих моделей:

- 214.2.840.004-03 "Кристалл 2000М" исполнение 1;
- 214.2.840.004-04 "Кристалл 2000М" исполнение 2.

Хроматограф исполнения 1 представляет собой стационарный лабораторный прибор.

Хроматограф исполнения 2 позволяет использовать его как в стационарной, так и в передвижной лаборатории. Хроматограф исполнения 2 может быть оснащен встроенным термодесорбером и аспиратором.

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для лиц, работающих с газовыми хроматографами "Кристалл 2000М" и обслуживающего его персонала. Руководство служит для ознакомления с устройством хроматографов и их составных частей, обеспечения правильной эксплуатации хроматографов и поддержания их в постоянной готовности к работе.

Для эксплуатации и обслуживания хроматографа необходимы навыки работы на персональном компьютере на уровне пользователя.

Сведения об устройстве и принципе действия хроматографа ориентированы на специалистов, ознакомленных с основами газовой хроматографии и с принципами построения газохроматографических приборов.

Изделия СКБ "Хроматэк" могут содержать модернизированные части в соответствии с новыми разработками или могут быть подвергнуты несущественным доработкам, неотраженным в настоящем документе.

В данном руководстве по эксплуатации приведены основные сведения об изделиях для их эффективной эксплуатации и обслуживания.

Для проведения ремонтных работ необходимо пользоваться ремонтной документацией или информацией, приведенной в инструкциях по регулировке и контролю на соответствующее изделие или составную часть изделия.



При комплектации хроматографа электронозахватным детектором (ЭЗД, микро-ЭЗД) с источниками бета–излучения радионуклидными закрытыми Никель–63 (BNi3.C3.4.R, BNi3.C10.1.R) на наружную поверхность хроматографа наносится знак радиационной опасности.

Все поступившие РИП (детекторы ЭЗД и микро-ЭЗД) и содержащиеся в них источники подлежат учету и контролю (НП-067-16, Постановление N 1298).

Учет и контроль оформляется не позднее 10 суток после получения (или отправления) РИП.

Более подробная информация приведена в разделе 9.5.2 "Особенности эксплуатации детектора ЭЗД".

2.1 Меры безопасности

Меры безопасности приведены в разделе 2.1 Инструкция по установке. Хроматограф газовый.

Не разрешается приступать к работе с хроматографом, не ознакомившись с указаниями мер безопасности.

2.2 Условия эксплуатации

Условия эксплуатации приведены в разделе 2.2 Инструкция по установке. Хроматограф газовый.

Не разрешается приступать к работе с хроматографом, не ознакомившись с требованиями данного раздела.

Климатическое исполнение хроматографов: УХЛ категории 4.2 по ГОСТ 15150.

2.3 Технические характеристики

Технические характеристики хроматографа, контролируемые при его выпуске из производства или ремонта, приведены в обязательном приложении к Свидетельстве об утверждении типа средств измерения RU.C.31.004.A № 46951/1 и Методике поверки 214.2.840.030-03Д.

Эксплуатационные параметры хроматографа исполнения 1 и исполнения 2 приведены в таблице 2.1 и таблице 2.2 соответственно.

Таблица 2.1 – Эксплуатационные параметры хроматографа исполнения 1

Параметр	**Значение**
Габаритные размеры хроматографа: (ширина, глубина, высота), мм	400, 620, 500.
Электрическое питание	Сеть переменного тока 220В, 50Гц.
Потребляемая мощность, Вт	средняя 1 кВт;
Термостат колонок:	
размеры зоны установки колонок (ширина, глубина, высота), мм	255, 190, 290.
Управление газовыми потоками:	
Полное электронное управление газовых потоков	Да
Максимальное давление газа-носителя на входе, МПа	от 0,36 до 1,25
Максимальное число каналов регулирования	до 6-ти
Максимальный диапазон расходов газа, мл/мин	От 0 до 1250
Минимальный шаг задания давления, во всем рабочем диапазоне	0,1 кПа или 0,01 psi
Детекторы и испарители:	
количество детекторов*	до 3–х;
количество испарителей	до 2–х.
Термостатируемые зоны:	
колонок:	от Токр.+4 °С до 450 °С;
детекторов	2 (до 450 °С);
испарителей или кранов	2 (до 450 °С);
Передача данных:	
цифровая по шине Ethernet (LAN) или USB.	

* Количество детекторов приведено без учета масс–спектрометрического детектора (МСД), так как конструктивно он является внешним устройством по отношению к хроматографу и устанавливается рядом с ним.

Таблица 2.2 – Эксплуатационные параметры хроматографа исполнения 2

Параметр	**Значение**
Габаритные размеры хроматографа: (ширина, глубина, высота), мм	160, 680, 480.
Электрическое питание	Сеть переменного тока 220В, 50Гц.
Потребляемая мощность, Вт	0,7 кВт.
Управление газовыми потоками	
Полное электронное управление газовых потоков	Да
Максимальное давление газа-носителя на входе, МПа	от 0,36 до 1,25
Максимальное число каналов регулирования	до 6-ти
Максимальный диапазон расходов газа, мл/мин	От 0 до 1250
Минимальный шаг задания давления, во всем рабочем диапазоне	0,01 кПа или 0,001 psi
Детекторы и испарители:	
количество детекторов	1;
количество испарителей	1.
Термостатируемые зоны:	
колонок:	от Токр.+10 °С до 350 °С;
детекторов	1 (до 350 °С);
испарителей	1 (до 400 °С);
кранов	1 (до 250 °С).
Передача данных:	
цифровая по шине Ethernet (LAN).	

В конструкции хроматографов допускаются не принципиальные изменения, не влияющие на их работоспособность.

2.4 Комплектность

Поставка хроматографа осуществляется в комплектности согласно формуляру 214.2.840.030ФО.

Хроматограф содержит следующие изделия и документы:

Таблица 2.3 – Состав хроматографа

Обозначение	**Наименование**	**Примечание**
214.2.840.004-003	Хроматограф исполнения 1	
214.2.840.004-004	Хроматограф исполнения 2	
214.00045-51	Программное обеспечение "Хроматэк Аналитик"	На компьютерных носителях информации
	Персональный компьютер типа IBM PC (с принтером и манипулятором типа "мышь")	По заказу
	Комплект ЗИП	Согласно формуляру 214.2.840.030ФО
	Эксплуатационные документы	Согласно ведомости 214.2.840.030ВЭ
	Упаковка	

Хроматограф поставляется в комплектности в соответствии со спецификацией договора поставки и газовой схемой для аналитической задачи потребителя.

Газовая схема хроматографа и соответствующий ее составу комплект ЗИП приведены в приложении Б данного руководства.

3 Правила утилизации

При наличии в составе хроматографа электронозахватного детектора (ЭЗД, микро-ЭЗД), содержащего источник радионуклидного излучения, вывод из эксплуатации должен выполняться в соответствии с законодательством РФ: ФЗ-170 "Об использовании атомной энергии", СанПиН 2.6.1.3287-15, НРБ –99/2009; ОСПОРБ – 99/2010, СанПиН 2.6.1.1281-03.

До истечения назначенного срока службы источника ионизирующего излучения (указан в паспорте на источник ионизирующего излучения) РИП должны быть демонтированы, а содержащиеся в них источники сданы на захоронение в специализированные организации или возвращены производителю РИП для последующей передачи на утилизацию.

В остальных случаях хроматограф по окончании эксплуатации не представляет опасности для окружающей среды и жизни, здоровья людей и подлежит утилизации в соответствии с нормами, правилами и способами, действующими в месте утилизации.

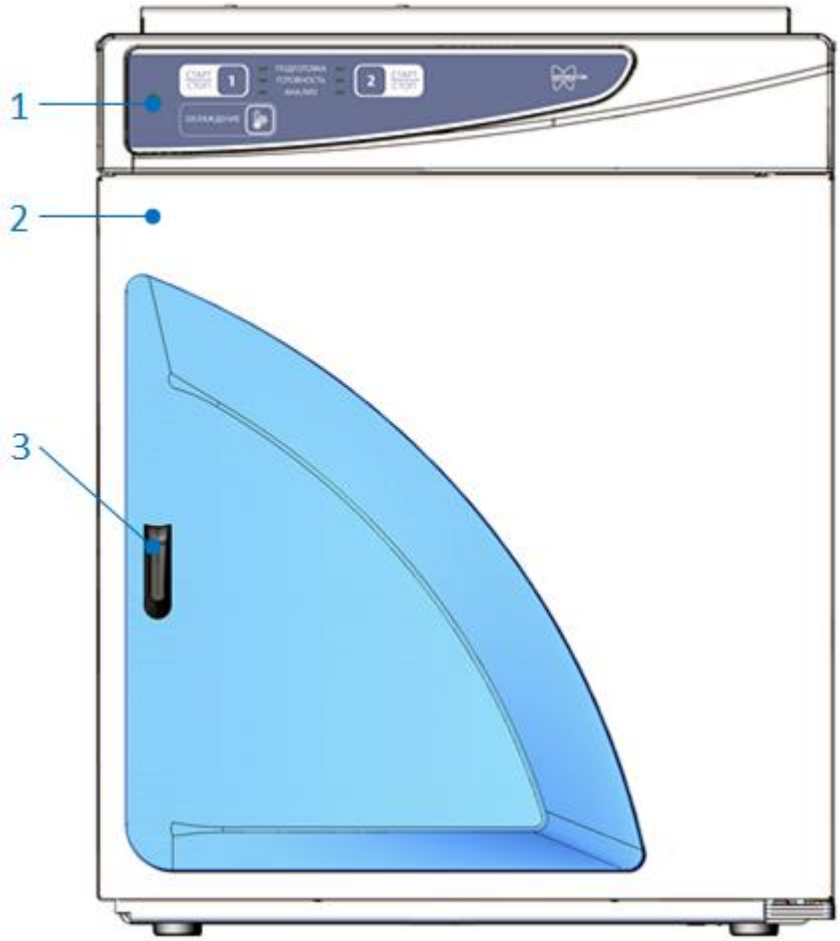
При наличии в хроматографе драгоценных металлов их изъятие и утилизация производится в соответствии с действующими правилами.

4 Устройство хроматографа

4.1 Конструкция хроматографа

4.1.1 Исполнение 1

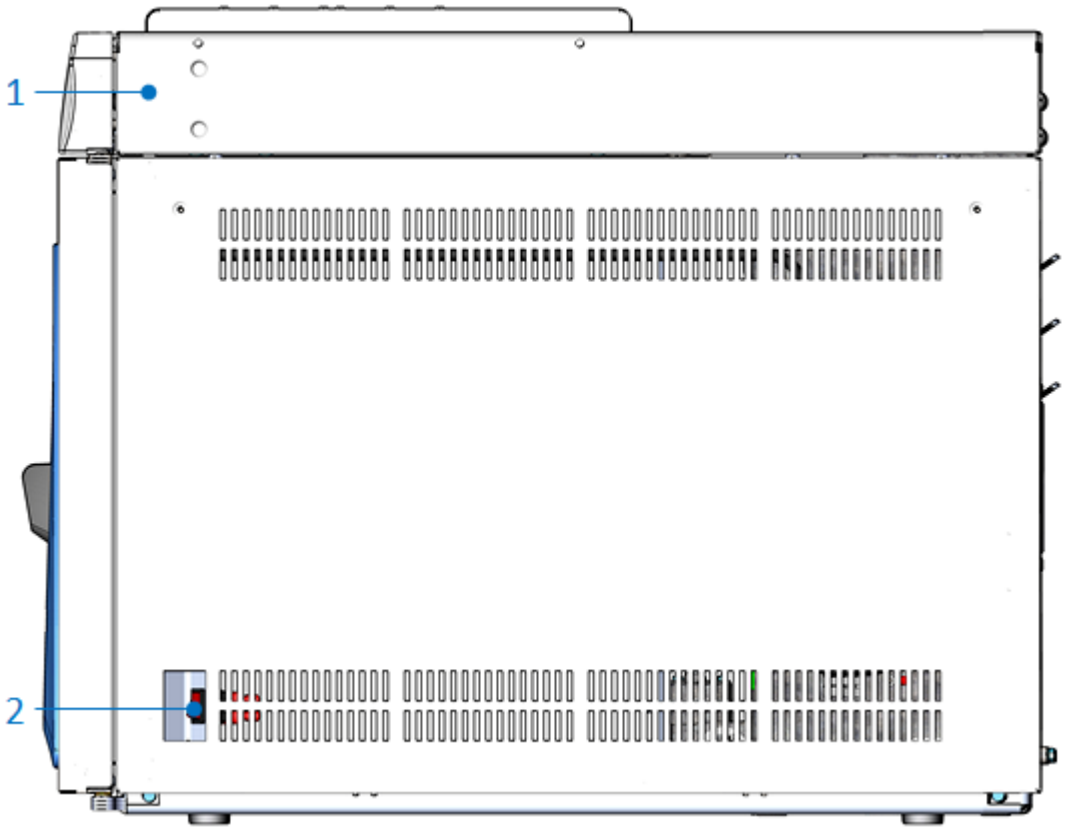
В верхнем отсеке хроматографа расположены детекторы, испарители, регуляторы расхода и усилители детекторов. Доступ к верхнему отсеку осуществляется при снятии верхней крышки, для ее снятия необходимо открутить два винта сзади крышки и сдвинуть ее от себя.



1 – индикаторная панель, 2 – дверь термостата колонок, 3 – клавиша открытия двери

Рисунок 4.1 – Хроматограф исполнения 1. Вид спереди

Спереди хроматографа располагается панель индикации и дверь термостата колонок. Для открытия двери термостата колонок клавишу открытия двери необходимо приподнять.



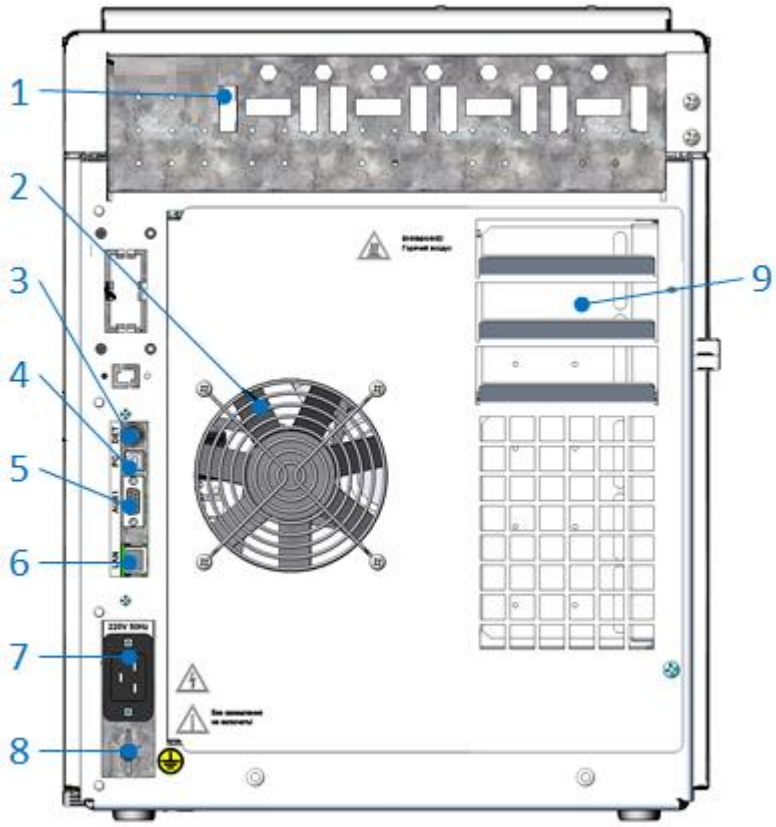
1 – верхняя крышка хроматографа, 2 – кнопка включения хроматографа

Рисунок 4.2 – Хроматограф исполнения 1. Вид справа

На правой стенке хроматографа расположена кнопка включения питания.

В правом отсеке хроматографа за боковой стенкой хроматографа расположен процессорный модуль ПМ31.

Микропроцессорный контроллер ПМ31 (МК) – управляющая микро – ЭВМ хроматографа обеспечивает создание и хранение в ПЗУ методик анализа, управление системами автоматического регулирования температуры в термостатах детекторов, испарителей, кранов и колонок, расходов газов или давлений, контроль исправности устройств хроматографа, а также связь с персональным компьютером.



1 – места для газовых штуцеров; 2 – вентилятор заднего отсека; 3 – разъем подключения старта внешнего устройства; 4 – подключение хроматографа к компьютеру по интерфейсу USB; 5 – подключение к хроматографу периферийных устройств производства СКБ "Хроматэк"; 6 – разъем подключения кабеля Ethernet (LAN); 7 – разъем кабеля питания; 8 – клемма заземления; 9 – воздуховоды термостата колонок.

Рисунок 4.3 – Хроматограф исполнения 1. Вид сзади

В заднем отсеке хроматографа расположены воздуховоды термостат колонок, двигатель вентилятора термостата колонок, понижающий трансформатор для питания нагревателей, силовой модуль и платы, стабилизаторы 200 В (для ПИД, ТИД), 800 В (для питания фотоэлектронного умножителя ПФД) и 3 мА (для питания лампы ФИД).



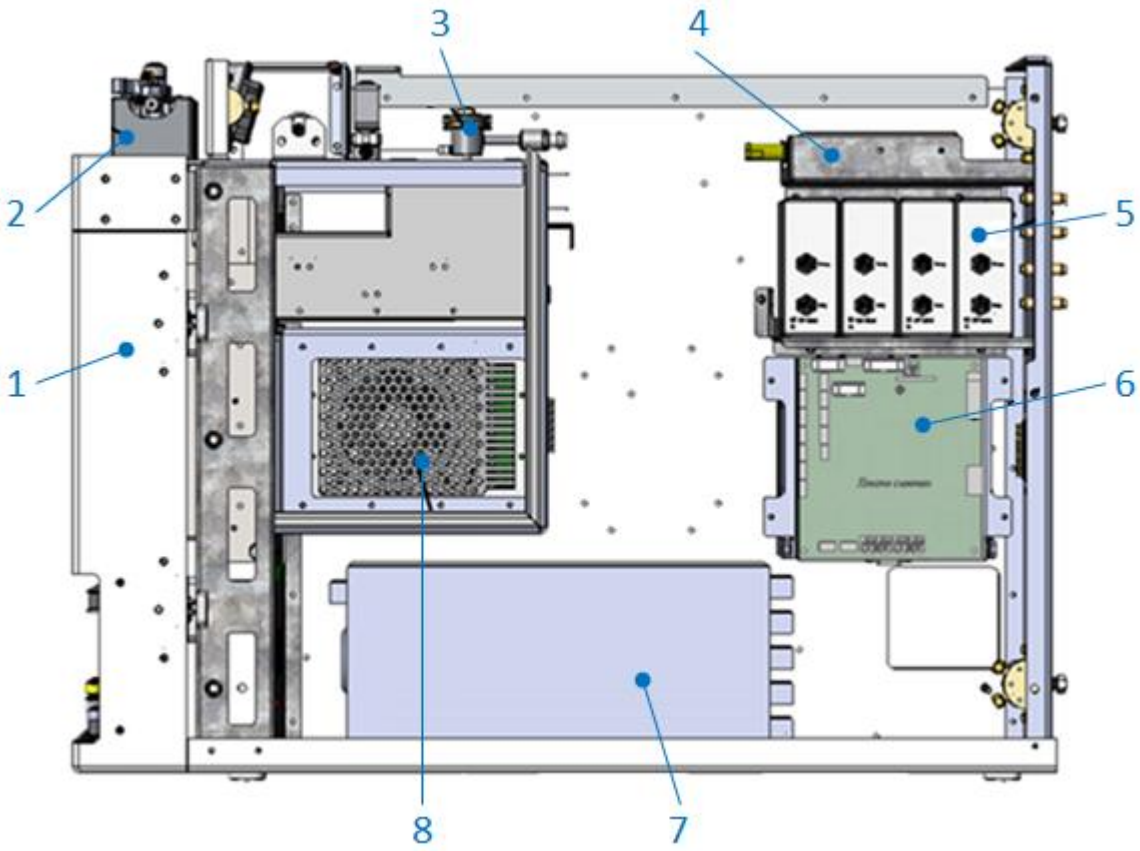
В процессе циклов охлаждения через выходные вентиляционные отверстия термостата колонок выходит горячий воздух, который может вызвать ожоги. Не допускается располагать какие–либо предметы ближе, чем на (40–50) см к вентиляционному отверстию.

4.1.2 Исполнение 2

Под верхней передней крышкой расположен детектор и испаритель. Доступ к испарителю осуществляется при снятии передней крышки за боковые поверхности.

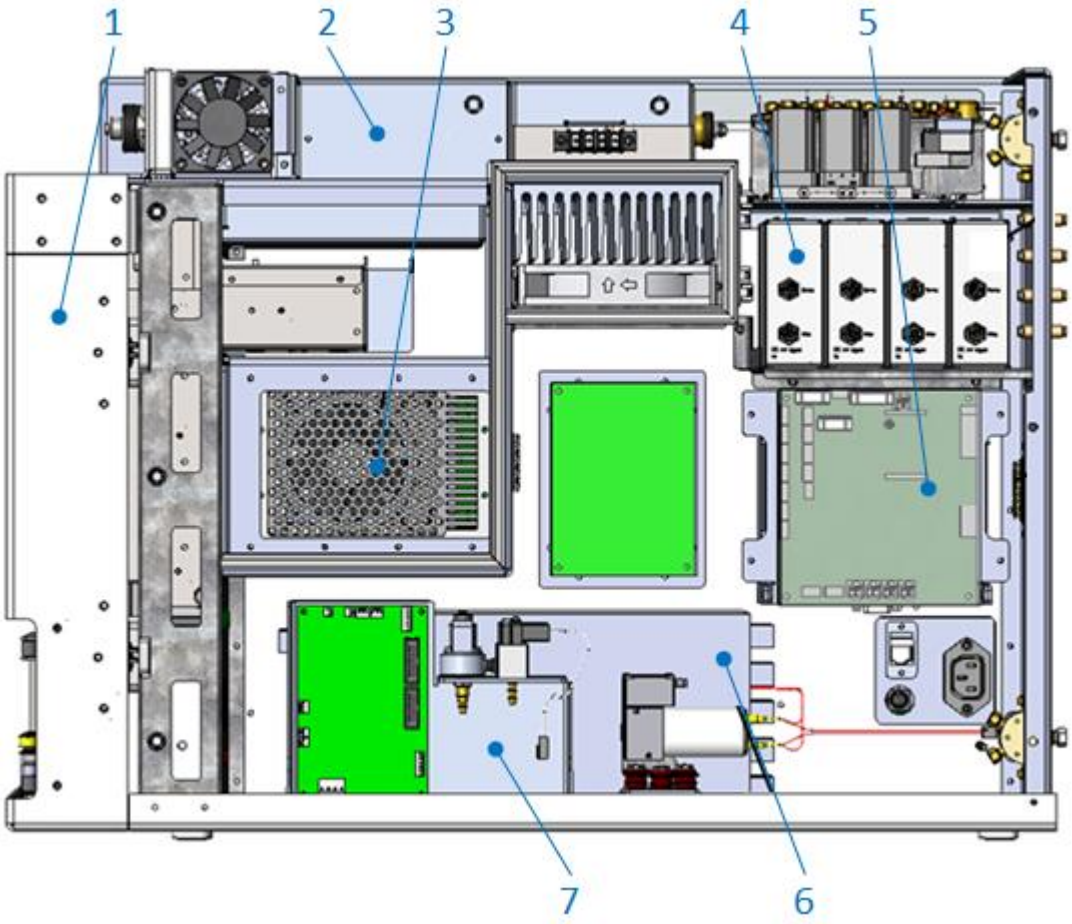


Рисунок 4.4 – Внешний вид хроматографа исполнения 2



1 – дверь термостата штуцеров; 2 – испаритель; 3 – детектор; 4 – усилитель детектора; 5 – газовые регуляторы; 6 – процессорный модуль ПМ31 и силовой модуль; 7 – блок питания; 8 – термостат колонок

Рисунок 4.5 – Хроматографа исполнения 2. Правый отсек.



1 – дверь термостата штуцеров; 2 – ТДС; 3 – термостат колонок; 4 – газовые регуляторы; 5 – процессорный модуль ПМ31 и силовой модуль; 6 – блок питания; 7 – аспиратор.

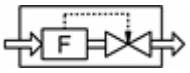
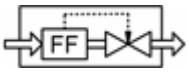
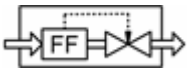
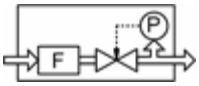
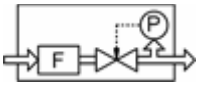
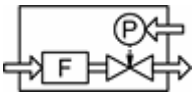
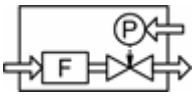
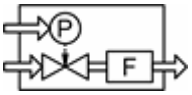
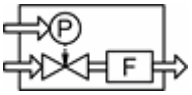
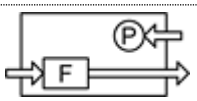
Рисунок 4.6 – Хроматографа исполнения 2 с ТДС и аспиратором. Правый отсек

4.2 Газовые регуляторы

4.2.1 Общая информация

Регуляторы расхода и давления газа предназначены для стабилизации расхода и давления газа-носителя, водорода и воздуха в хроматографе.

Таблица 4.1 – Типы регуляторов расхода и давления

Тип и обозначение	**Входное давление, кПа**	**Схема**	**Параметр**	**Диапазон**
РРГ-10-02 Регулятор расхода	360-700		Расход	10 – 500 мл/мин
РРГ-10D-02 Регулятор расхода, быстродействующий	360-700		Расход	1 – 500 мл/мин
РРГ-10H-03 Регулятор расхода, быстродействующий	360-1250		Расход	5 – 1250 мл/мин
РРГ-11-02 Регулятор давления	360-700		Давление Расход	5 – 450 кПа 10 – 500 мл/мин
РРГ-11H-02 Регулятор давления	360-1250		Давление Расход	20 – 1050 кПа 10 – 500 мл/мин
РРГ-11H-03 Регулятор давления	360-1250		Давление Расход	20 – 1050 кПа 5 – 1250 мл/мин
РРГ-11A2-02 Регулятор давления	360-700		Давление Расход	5 – 450 кПа 10 – 500 мл/мин
РРГ-11H2-03 Регулятор давления	360-1250		Давление Расход	20 – 1050 кПа 5 – 1250 мл/мин
РРГ-11U-02 Регулятор давления "до себя"	20–600		Давление Расход	20 – 450 кПа 10 – 500 мл/мин
РРГ-11U-03 Регулятор давления "до себя"	20–1250		Давление Расход	20 – 1050 кПа 5 – 1250 мл/мин
Измеритель расхода газа и давления	360-1250		Давление (абс.) Расход	20 – 400 кПа 10 – 500 мл/мин
Регулятор давления механический	10-1000		Расход	(1-5) мл/мин

Идентификация типа электронного регулятора в хроматографе выполняется автоматически. Регуляторы применяются в соответствии с газовой схемой хроматографа, настройка конфигурации выполняется в Панели Управления ПО "Хроматэк Аналитик".

Входное давление газа должно быть достаточным для обеспечения заданных расходов (давлений) газа с учётом пневмосопротивлений газовых схем на выходах регуляторов.

Из-за разброса параметров покупных элементов регуляторов верхние пределы измерений могут незначительно отличаться от указанных.

Задание параметров давления для регуляторов РРГ-11 (все типы) возможно в единицах **кПа** (по умолчанию) или в **psi**. Дискретность задания может варьироваться от 0.1 единицы до 0.01, например, 0.01 psi. Настройки выполняются в экспертных параметрах конфигурации.

Каждый канал регулирования имеет независимые настройки по типу используемого газа, функциональности, параметрам контроля, точности поддержания и ограничения диапазона регулирования контролируемого параметра. Данные настройки выполняются в пользовательских и экспертных параметрах конфигурации.

4.2.2 Регуляторы расхода и давления электронные

Раздел содержит описание электронных регуляторов расхода газа РРГ-10 всех типов; регуляторов давления газа РРГ-11 всех типов; регуляторов давления газа "до себя" РРГ-11U.

В обозначении РРГ закодированы его базовые характеристики и конструктивные особенности:

- РРГ-10 – измерение и контроль массового расхода газа
- РРГ-11 – измерение и контроль давления газа
- D – измерение и контроль малых расходов от 1 мл/мин.
- H – датчик высокого давления до 1050 кПа.
- U – регулятор давления "до себя" (Upstream).
- P – корпус РРГ продувается инертным газом
- "2" в регуляторах 11A2, 11H2 – второй дополнительный датчик давления для контроля давления во внешней точке пневматической системы. Он повышает точность задания сбросного расхода газа в режиме с деление потока (split).
- Окончание "-02" – преобразователь расхода, измеряющий до 500 мл/мин
- Окончание "-03" – преобразователь расхода, измеряющий до 1250 мл/мин

На рисунках ниже показан общий вид регуляторов и подключение трубопроводов.

Все регуляторы РРГ-10 содержат управляющий электромагнитный аналоговый клапан и преобразователь расхода газа в напряжение, соединенные между собой.

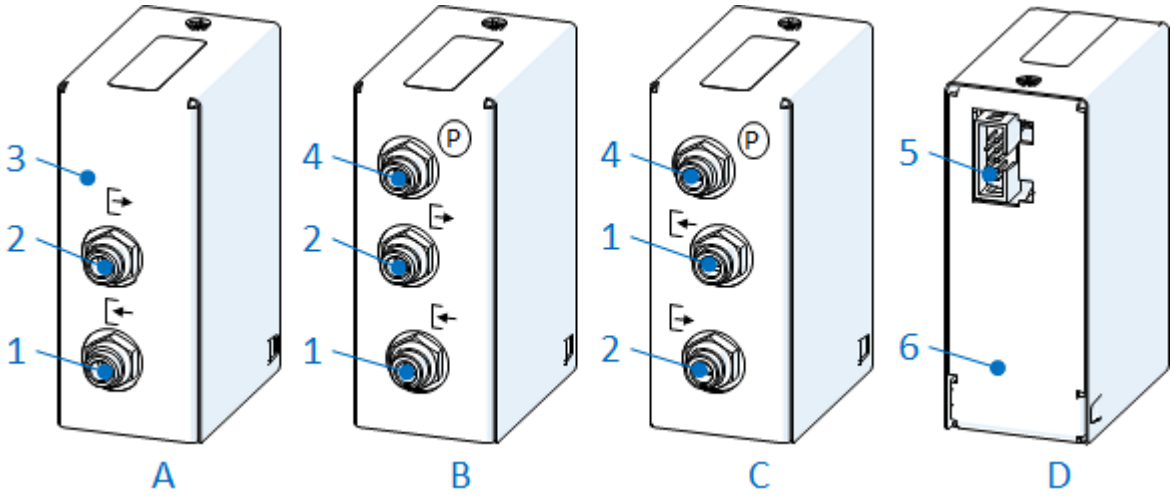
Преобразователем расхода производится измерение расхода газа по тепловому принципу. На электромагнитный клапан подается соответствующее напряжение для обеспечения заданного расхода газа.

Электромагнитный клапан работает в диапазоне напряжений от 0 до 10 В: наименьшее значение соответствует закрытому положению клапана, наибольшее – максимально открытому. Работа клапана наиболее устойчива при напряжениях от 3,5 до 6,0 В.

Регуляторы РРГ-10-02, РРГ-10D-02 обеспечивают постоянный массовый расход газа при давлении газа на выходе от 0 до 350 кПа и давлении газа на входе от 360 до 700 кПа.

Для стабильной работы регулятора расхода рекомендуется, чтобы перепад давления между входом и выходом регулятора был не менее 50 кПа.

На шестом газовом канале для РРГ-10-02 реализован увеличенный рабочий диапазон расходов газа (от 10 до 800 мл/мин).



A – РРГ10-02, РРГ10D-02, РРГ10H-03, РРГ11-02, РРГ11H-02, РРГ11H-03;

B – РРГ11A2-02, РРГ11H2-03;

C – РРГ11U-02, РРГ11U-03;

D – Вид сзади.

1 – входной штуцер; 2 – выходной штуцер; 3 – кожух; 4 – штуцер датчика давления; 5 – кронштейн; 6 – разъем IDC (к контроллеру).

Рисунок 4.7 – Электронные регуляторы расхода газа

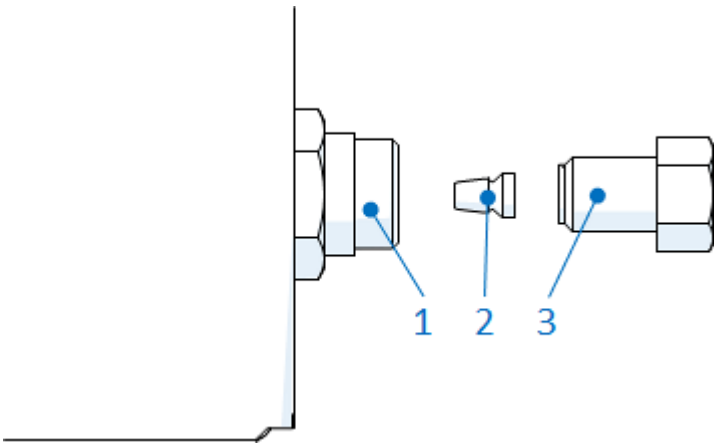
Штуцеры РРГ имеют обозначения, важно обращать на них внимание при подключении:

Вход газа

Выход газа

Штуцер датчика давления

Штуцер для подключения инертного газа для продувки корпуса



1 – Штуцер РРГ, 2 – муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь), гайка 8.930.161

Рисунок 4.8 – Подключение трубопроводов к штуцерам РРГ

Регуляторы РРГ-11 имеют дополнительно датчик давления и поддерживают на выходе давление газа, а также измеряет его расход.

В РРГ-11-02 датчик контролирует давление газа в выходном штуцере регулятора.

В РРГ-11А2-02, РРГ-11Н2-03, РРГ-11U-02, РРГ-11U-03 датчик давления имеет собственный штуцер, вынесенный на корпус РРГ, и может контролировать давление в заданной точке газовой схемы хроматографа.

Регуляторы РРГ-11 могут работать как в режиме поддержания постоянного давления, так и в режиме поддержания скорости, потока газа (расхода газа через капиллярную колонку).

Для удобства пользования при работе с капиллярной колонкой в программном обеспечении "Хроматэк Аналитик" реализован калькулятор, позволяющий пользователю оперировать теми или иными параметрами работы (давление, поток, линейная скорость газа через капиллярную колонку). Газовый калькулятор реализован в составе программы "Панель управления", а также в виде отдельной программы.

Регуляторы можно использовать в качестве электронного расходомера газа. Для этой цели им следует задать максимальное значение контролируемого параметра (расхода или давления).

Регуляторы РРГ-10, РРГ-11 (кроме РРГ11U) можно использовать в качестве измерителя расхода задав им максимальное значение расхода или давления (500 мл/мин или 500 кПа).

Продуваемые регуляторы (с маркировкой Р) РРГ11Н-02 имеют герметичный корпусю Гелий или другой газ через отдельный штуцер постоянно продувает внутренние полости регулятора для предотвращения диффузии компонентов воздуха в линию регулятора.

Как и остальные РРГ, продуваемые регуляторы оснащены датчиком расхода. Датчики расхода не участвуют в процессах регулирования (обратная связь идёт от датчиков давления) и служат только для оценки состояния и режима работы хроматографа.

Следует иметь в виду, что в атмосфере гелия сигнал датчиков расхода смещается – значение расхода может отличаться от 0 при закрытых клапанах. Величина смещения зависит от

индивидуальных особенностей датчика расхода и давления газа, подаваемого в прибор (продувочный расход ограничивается пневмосопротивлением, встроенным в штуцер).

За ноль датчика расхода следует принимать его показания после не менее чем часовой продувки, когда воздух внутри корпуса регулятора будет замещён гелием.

4.2.3 Проверка расходов газов

Регуляторы РРГ-10(11) имеют встроенный измеритель расхода газа, настройка которого производится на заводе изготовителе. Точность показаний абсолютных значений расхода РРГ не регламентируется заводом изготовителем.

При проверке правильности работы РРГ оцениваются следующие параметры:

- Герметичность РРГ
- Соответствие измеренного расхода (давления) газа заданному значению.

Проверка соответствия показаний фактического расхода РРГ заданному значению не является обязательной, но также может быть проведена (процедура описана ниже).

В случае обнаружения несоответствия "электрического нуля" и фактического расхода заданному, можно откалибровать регулятор расхода газа по процедуре, описанной в руководстве пользователя ПО "Хроматэк Аналитик", раздел 6.5. Сервисные операции. Калибровка датчика расхода).

Необходимо помнить, что, отключая выход регулятора расхода газа от газовой линии, следует снизить температуры испарителя, колонки, детектора до минимальных значений, чтобы исключить возможность выхода их из строя.

Проверка герметичности РРГ:

- Подать напряжение питания на регулятор расхода газа, включив хроматограф (давление газа на входе в регулятор не должно подаваться).
- Через 10 минут зафиксировать показания регулятора расхода газа.

Показания регулятора расхода газа (без подачи газа) не должны превышать значения 0,3 мл/мин. Эти показания соответствуют электрическому "нулю" регулятора расхода газа. При последующих измерениях показания электрического "нуля" могут быть вычтены из показаний утечки, измеренной регулятором расхода газа.

Следует иметь в виду, что в случае фиксирования показаний электрического нуля равным 0 мл/мин регулятор расхода газа может находиться в минусе. Если использовать для измерений данный регулятор расхода газа хроматографа, то может возникнуть погрешность в сторону занижения величины измеренной утечки.

- Отсоединить от газового выхода проверяемого регулятора расхода газа трубопровод и установить вместо него заглушку 8.632.053 с муфтой 8.658.053 для РРГ-10(11)-02).
- Установить давление на выходном манометре редуктора (0,4±0,04) Мпа.
- Задать расход 100 мл/мин (или давление 350 кПа) на регуляторе расхода газа.
- После выдержки в течение 10 минут зафиксировать показания регулятора расхода газа.

Показания регулятора расхода газа не должны превышать значения электрического "нуля" регулятора расхода газа. Повышенный расход указывает на течь внутри самого регулятора.

Проверка соответствия измеренного расхода газа заданному значению:

- Открыть верхнюю крышку прибора.
- Для РРГ-10 (и его модификаций) отсоединить от газового выхода проверяемого регулятора расхода газа трубопровод; для РРГ-11 (и его модификаций) – не отсоединять трубопровод, если следующая за ним пневматическая система обеспечивает сопротивление потока в рабочем диапазоне с расходом не менее 20 – 50 мл/мин.
- Задать в проверяемом канале расход (РРГ-10) или давление (РРГ-11) газа.

Стабилизация заданного расхода газа занимает от нескольких секунд до 1 мин. Регулятор считается выдержавшим испытание, если через 1 минуту измеренная программно величина расхода соответствует заданной (не горит индикатор допуск по заданному параметру).

Проверка соответствия показаний фактического расхода РРГ заданному значению

Проверку производят после проверки герметичности РРГ.

Измерение расходов (газа-носителя, водорода, воздуха) производят с помощью бюретки и секундомера (мыльно-пленочного расходомера) измерением скорости прохождения мыльной пленки заранее измеренного объёма бюретки. При использовании мыльно-пленочного расходомера следует приводить фиксируемые показания к нормальным условиям с учетом температуры и давления окружающей среды (25°С, 101.3кПа). Более подробная информация приведена в Инструкции 214.0.045.064И (Методика выполнения измерения расхода газа с помощью бюретки и секундомера). Допускается применение иных образцовых измерителей расхода газа.

В линиях газа–носителя проверку производят в трех точках: в начале, середине и конце диапазона величин расходов газов:

- Открыть верхнюю крышку прибора.
- Отсоединить от газового выхода проверяемого регулятора расхода газа трубопровод и подключить вместо него расходомер.
- Задать в проверяемом канале расход газа.
- Через 10 мин после задания проверить соответствие фактического расхода газа заданному значению.

В линиях вспомогательных газов (водород, воздух) проверку соответствия величин расходов производить при рабочих расходах, осуществив при этом блокировку поджига пламени (т.е. задать "тестовый режим").

В текущей работе возникает необходимость измерить расход газа на выходе устройств (детектор ДТП, механический РД и электронный РД в режиме поддержания расхода, выход потока пробы и т.д.). Это можно сделать с помощью автономного индикатора расхода газа 5.183.004 или с помощью РРГ в составе хроматографа как описано ниже.

4.2.4 Проверка давлений газов

Проверяют соответствие фактических величин давлений заданным.

Измерение давления газа–носителя производят с помощью манометра МО 1227 (класс точности 0,15):

- Открыть верхнюю крышку прибора.
- Отсоединить от газового выхода проверяемого регулятора расхода газа трубопровод и подключить вместо него тройник 6.453.148.
- К одному из выходов тройника 6.453.148 подключить пневмосопротивление 5.150.010 или 5.150.015, к другому выходу тройника подключить манометр.
- Включить прибор и задать в проверяемом канале давление газа.
- Через 10 мин после задания проверить соответствие фактического давления газа заданному значению.
- Если измеренное значение давления газа отличается от заданного более ±2 кПа, несмотря на отсутствие утечек при давлении газов на входе в хроматограф (0,4±0,04) МПа, то это указывает на неисправность РРГ. В этом случае необходимо обратиться на предприятие-изготовитель или к его региональному представителю.

Проверку производят в трех точках: в начале, середине и конце диапазона величин давлений газов.

Необходимо помнить, что, отключая выход РРГ от газовой линии, следует снизить температуры испарителя, колонки и детектора до минимальных значений, чтобы исключить возможность выхода их из строя.

Если значение электрического "нуля" по давлению отличается от нулевого и значения заданных давлений отличаются от измеренных, их можно скорректировать в экспертных настройках для каждого РРГ. Для этого следует указать измеренное значение давления электрического "нуля" в параметре "Давление. Компенсация нуля" и поправочного коэффициента "Давление. Калибровка".

4.3 Фильтры

Фильтры, применяемые с хроматографом газовым, применяются для следующих целей:

- очистка газа-носителя и вспомогательных газов от влаги, углеводородов и диоксида углерода на входе в хроматограф;
- дополнительная очистка газов после регуляторов расхода;
- очистка сбросного газа от компонентов пробы;
- очистка анализируемого газа от нежелательных компонентов пробы, механических частиц.

Таблица 4.2 – Типы входных фильтров, устанавливаемые снаружи хроматографа

Фильтр	**5.886.001**	**5.886.001-01**
Материал	Нерж. сталь	Нерж. сталь
Максимальное давление, МПа	1.25	1.25
Объём, мл	35	35
Наполнение	Мол. сита CaA	Акт. уголь СКТ
Фракция наполнителя, мм	1-2	1-2
Присоединительная резьба (вход и выход)	Наружная М8×1	Наружная М8×1
Макс. диаметр подключаемого трубопровода, мм	3.18	3.18
Назначение	Линии газа-носителя, водорода	Линии газа-носителя, воздуха

Фильтры сторонних производителей могут устанавливаться на входе в хроматограф для обеспечения более глубокой очистки газов при работе с высокочувствительными детекторами (МСД, ПРД, микро-ДТП, микро-ЭЗД, ДТХ).

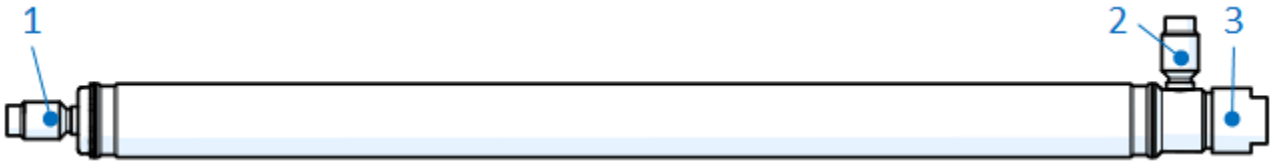
Таблица 4.3 – Типы фильтров, устанавливаемых в хроматограф

Фильтр	**5.884.048**	**5.884.064**	**5.884.065**	**6.112.008-01**	**5.844.015**
Материал	Нерж. сталь	Нерж. сталь	Нерж. сталь	Нерж. сталь, кварц. стекло	Латунь, стекло
Максимальное давление, МПа	1	1	1	0,4	0,4
Объём, мл	20	1	2	1,5	0,5
Наполнение	Мол. сита CaA	Акт. уголь СКТ	Пустой	Стекловата СТВ	Стекловата СТВ
Фракция наполнителя, мм	1-2	0,2-0,4	–	–	–
Присоединительная резьба (вход)	Наружн. M8×1	Внутр. M6×0,75	Внутр. M6×0,75	Наружн. M8×1	Внутр. M6×0,75
Присоединительная резьба (выход)	Наружн. M8×1	Внутр. M6×0,75	Внутр. M6×0,75	Наружн. M8×1	Внутр. M6×0,75
Макс. диаметр подключаемого трубопровода, мм (вход)	3 или 1.6	1,6	1,6	3	1,6
Макс. диаметр подключаемого трубопровода, мм (выход)	1,6	1,6	1,6	3	1,6
Назначение	Сброс пробы	Линии газа-носителя, водорода после РРГ	Н2 ТИД, газ сравн. ДТП, поддув ДТХ	Линия отбора пробы	Линия отбора пробы

4.3.1 Фильтр 5.886.001

Фильтр устанавливается в линиях газа-носителя и вспомогательных газов на входе в хроматограф. Фильтр 5.886.001 (наполнение – молекулярные сита) предназначен для улавливания влаги, диоксида углерода и углеводородов. Фильтр 5.886.001-01 предназначен для улавливания углеводородов.

Рабочее положение фильтра вертикальное или под небольшим (до 10°) наклоном. Это необходимо для того, чтобы исключить протекание газа-носителя через полость фильтра минуя адсорбент. На выходе фильтра установлена пористая (5 мкм) нержавеющая сталь. В крышке установлен уплотняющий диск 8.260.100. На входе устанавливается тампон из стеклоткани, предотвращающий высыпание сорбента.



1 – выход, 2 – вход, 3 – крышка.

Рисунок 4.9 – Фильтр 5.886.001 (-01). Общий вид

Фильтр используется отдельно или в составе блока фильтров 5.884.012. Для достижения наилучшей очистки рекомендуется использовать 2 фильтра последовательно: 5.886.001-01 (акт. уголь) и 5.886.001(молекулярные сита).

Входной штуцер фильтра подключают к источнику газа. Трубопровод на выходе фильтра подключают к хроматографу.

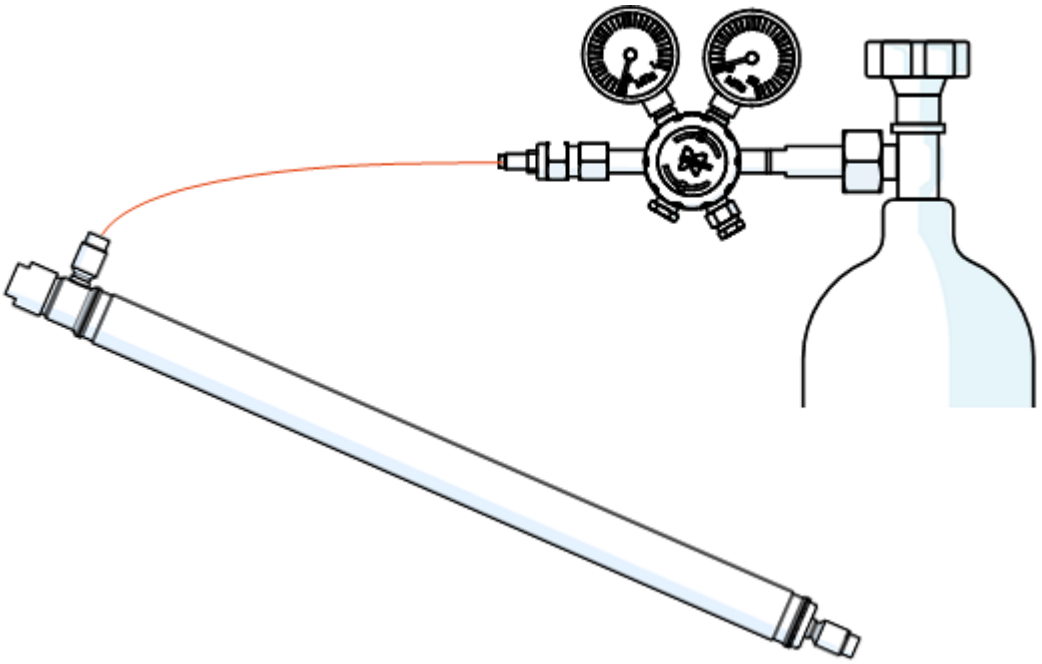
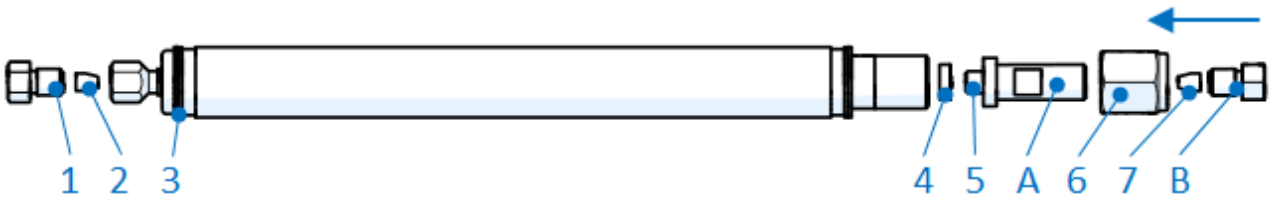


Рисунок 4.10 – Фильтр 5.886.001. Подключение к хроматографу

4.3.2 Фильтр 5.884.048

Фильтр устанавливается в линию сброса пробы после испарителя капиллярного перед регулятором расхода. Фильтр предназначен для улавливания паров растворителя.

Рабочее положение фильтра вертикальное.



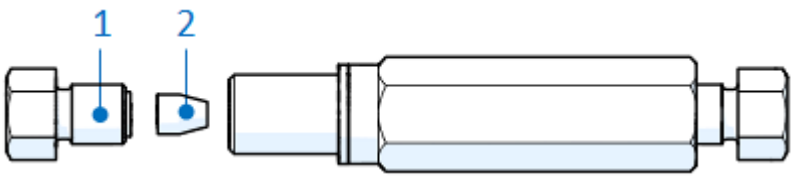
1 – гайка 8.930.167-02, 2 – муфта 8.658.053, 3 – ФНС 5 мкм, 4 – кольцо 8.683.032-02, 5 – сетка 4 мкм, 6 – гайка 8.930.172.

Рисунок 4.11 – Фильтр 5.884.048

Исполнение	**Макс. диаметр подключаемого трубопровода**	**Переменные части**	
		А	Б
5.884.048	3 мм	Штуцер 6.454.111	Гайка 8.930.167
5.884.048-01	1.6 мм	Штуцер 6.454.111-01	Гайка 8.930.167-02

4.3.3 Фильтр 5.884.064

Фильтр 5.884.064 устанавливается в линию газа-носителя или водорода на выходной штуцер регулятора расхода.



1 – гайка 8.930.161, 2 – муфта

Рисунок 4.12 – Фильтры 5.884.064

Исполнение	**Муфта**
5.884.064	8.658.053 (резина)
5.884.064-01	8.658.039 (нерж. сталь)

4.3.4 Фильтр 5.884.065

Фильтр 5.884.065 устанавливается в линию газа после РРГ при создании потока в ячейку сравнения детектора ДТП, по водороду в детектор ТИД, в линию поддува в детектор ДТХ. Фильтр на входе имеет фритту для выравнивания флуктуаций потока газа. Присоединительная трубка 1.6 мм уплотняется муфтой 8.658.039-01 (металл) или 8.658.053 (резина).

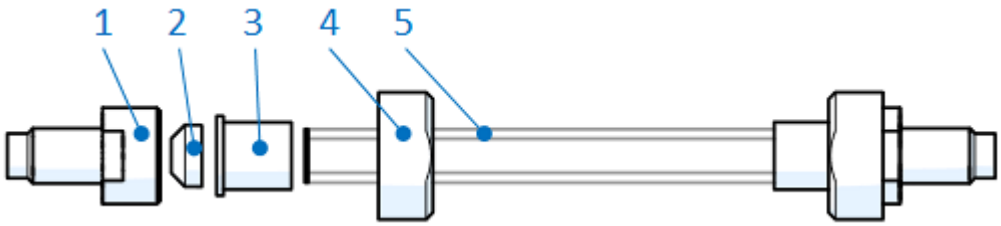


1 – фритта, 2 – муфта, 3 – гайка 8.930.161

Рисунок 4.13 – Фильтр 5.884.065

4.3.5 Фильтр 6.112.008

Фильтр устанавливается в линии анализируемого газа. Предназначен для очистки анализируемого газа от аэрозолей, кислых газов и других нежелательных примесей. В зависимости от исполнения фильтр может иметь разное наполнение. Фильтр имеет прозрачный корпус.



1 – штуцер 8.652.126, 2 – втулка 8.220.380, 3 – втулка 8.223.183, 4 – гайка 8.930.078, 5 – трубка 7.352.024 (стекло)

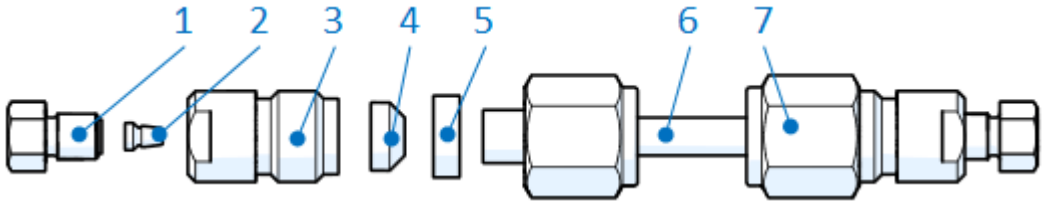
Рисунок 4.14 – Фильтр 6.112.008

Исполнение	**Наполнение**	**Назначение**
6.112.008	Хлорид кальция	Удаление влаги
6.112.008-01	Стекловата	Удаление механических примесей
6.112.008-02	Силикагель / CoCl2	Индикатор влаги
6.112.008-03	Незаполненный	В зависимости от наполнения

4.3.6 Фильтр 5.884.015

Фильтр устанавливается в линии анализируемого газа. Фильтр применяется для очистки анализируемого газа от аэрозолей и защиты газовых линий и пневматических узлов от попадания в них жидкой фракции при анализе методом равновесного пара. При наполнении специальными сорбентами фильтр может использоваться для улавливания целевых химических соединений (ароматические углеводороды, непредельные углеводороды при анализе окружающего воздуха).

В отличие от фильтра 6.112.008, фильтр 5.884.015 имеет внутренний объём 0,7 мл и применяется при ограничении общего объёма газовой пробы (менее 10 мл). Устанавливается на кронштейн для заполнения шприцов газом-носителем.



1 – гайка 8.930.161, 2 – муфта 8.658.039, 3 – корпус 8.034.406, 4 – втулка 8.220.380, 5 – втулка 8.223.013, 6 – трубка 7.352.050, 7 – гайка 8.930.172

Рисунок 4.15 – Фильтр 5.884.015

4.3.7 Техническое обслуживание фильтров

Общие сведения по регенерации фильтров

Техническое обслуживание фильтров описанных выше заключается в восстановлении свойств сорбента путем прокаливания либо замены сорбента. В составе хроматографа могут использоваться универсальные фильтры сторонних производителей, которые не подлежат восстановлению, они нуждаются в замене по истечении срока службы в соответствии с рекомендациями по эксплуатации.

Прокаливать фильтры лучше всего комплексно, т.е., например, при прокаливании фильтра по водороду на входе в прибор желательно прокалить и фильтры в генераторе водорода, а также фильтр после РРГ по водороду.

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

При прокаливании фильтров по газу–носителю на входе в прибор желательно прокалить фильтры после РРГ по газу–носителю (если установлены).

Наполнители разных фильтров лучше всего не смешивать друг с другом. Это касается не только сорбентов разной природы и сорбентов с разными фракциями, но также сорбентов одной природы и фракции, но из разных фильтров. Каждый фильтр лучше всего заполнять именно тем сорбентом, которым он был заполнен прежде, и устанавливать после прокаливания именно туда, где он стоял прежде.

Хранить фильтры необходимо закрытыми (с установленными заглушками).

Градуировку прибора после просушки фильтров по водороду и газу-носителю рекомендуется проводить не ранее, чем через (10-12) часов непрерывной работы хроматографа.

Регенерация или замена адсорбента во входных газовых фильтрах.

Регенерация или замена адсорбента во входных газовых фильтрах 5.886.001 должна выполняться:

- для фильтров с молекулярными ситами– через каждые (300-500) ч работы;
- для фильтров с активированным углем – через каждые (2000-3000) ч.

Рекомендации по прокаливанию фильтров 5.886.001 (подходит также для фильтров в генераторе водорода и в компрессоре):

- отвернуть крышку фильтра с помощью ключа;
- вынуть тампон из стеклоткани (для фильтра 5.886.001);
- высыпать содержимое фильтров в металлическую или фарфоровую посуду;
- прокалить сорбенты. Время прокаливания адсорбентов (2-4) часа в зависимости от температуры прокаливания и степени загрязнения;
- засыпать адсорбент обратно в фильтр, периодически уплотняя его посредством постукивания. Сорбент лучше всего засыпать горячим;
- сверху поместить тампон из стеклоткани (для фильтра 5.886.001);
- завернуть крышку с фторопластовой прокладкой внутри (ключ 10, для фильтра 5.886.001). Усилие затяжки должно быть достаточным для обеспечения герметичности фильтра. При выполнении данной операции важно проследить, чтобы на торец уплотняющей кромки фильтра не попадали волокна стеклоткани;
- установить фильтр на прежнее место, подключить к газовым линиям;
- продуть фильтр от воздуха.

Температуры прокаливания наполнителей фильтров:

- уголь СКТ: (140–165) °С (очень важно не превысить верхнюю границу температуры);
- цеолит СаА: (250–400) °С (для более глубокой очистки сорбента рекомендуется устанавливать более высокую температуру);
- силикагель: (200–250) °С.

После установки фильтров следует проверить герметичность в соответствии с рекомендациями раздела 4.6.4.

Фильтры, устанавливаемые по линиям газа-носителя и водорода, после прокаливания нуждаются в продувке от остатков воздуха.

Регенерация или замена адсорбента в фильтре сброса пробы 5.884.048

Регенерация или замена адсорбента в фильтре сброса пробы (наполнение – молекулярные сита) должна выполняться через каждые (300–500) ч работы, а также при появлении характерных ложных пиков в начале хроматограммы, являющихся причиной попадания летучих соединений из канала сброса.

При работе с высококипящими пробами (нефть, масла) рекомендуется одновременно промыть трубку сброса пробы, соединяющую испаритель с фильтром.

Регенерация сорбента в фильтре сброса пробы выполняется аналогично фильтру 5.886.001.

Регенерация фильтров 5.884.064, 5.884.065

Конструкция фильтров 5.884.064 и 5.884.065 не предусматривает замену сорбента. Для регенерации фильтров необходимо отключить фильтры от газовой схемы, подключить к выходу фильтра трубопровод 1,6мм, уплотнить его с помощью гайки 8.930.161 и металлической муфты 8.658.039-01. Трубопровод подключить к источнику инертного газа. Подать через фильтр небольшой поток газа (15-25 мл/мин) и выдержать фильтр при повышенной температуре в течение 1-2 часов.

Фильтры по каналу водорода

При работе с генератором водорода после подсоединения всех газовых линий необходимо его включить, подождать пока давление достигнет своего максимального значения, после чего отвернуть штуцер на входе в РРГ по водороду на (15–20) мин. Затем завернуть входной штуцер РРГ по водороду. Хроматограф во время продувки фильтров водорода можно не включать.

При работе с баллонным водородом для продувки фильтров после регенерации и внешних линий переводят ГХ в "тестовый режим", задают по каналу водорода повышенный расход (200 – 300 мл/мин) на 10 – 15 минут. При повышенном расходе водорода пламя в пламенных детекторах не поджигают, хроматограф должен находиться в хорошо проветриваемом помещении. Время продувки может быть увеличено, при использовании водорода в качестве газа-носителя, а также при использовании на входе фильтров большого объёма.

Фильтры по линии газа-носителя

Необходимо помнить, что остаточный кислород в фильтрах может повредить хроматографическую колонку, поэтому не следует нагревать термостат колонок выше 30 °С до тех пор, пока линии газа-носителя и фильтры тщательно не отдуты от остатков кислорода.

При работе с капиллярной колонкой после подсоединения всех газовых линий открыть баллон с газом–носителем, задать рабочий режим хроматографа и отвернуть штуцер в линии сброса пробы на (2–3) минуты. Затем завернуть штуцер.

При работе с насадочными колонками в рабочем режиме продуть фильтры хроматографа не менее (1–2) часов с общим расходом газа через регулятор расхода газа не менее 100 мл/мин. При работе с детектором ДТП спирали следует выключить (газ–носитель гелий или аргон) время продувки должно составлять не менее 2 часов.

4.4 Термостат колонок

4.4.1 Исполнение 1

В режиме поддержания температуры заслонки термостата закрыты. Регулирование угла закрытия заслонок при охлаждении термостата – пошаговое, с помощью привода (5).

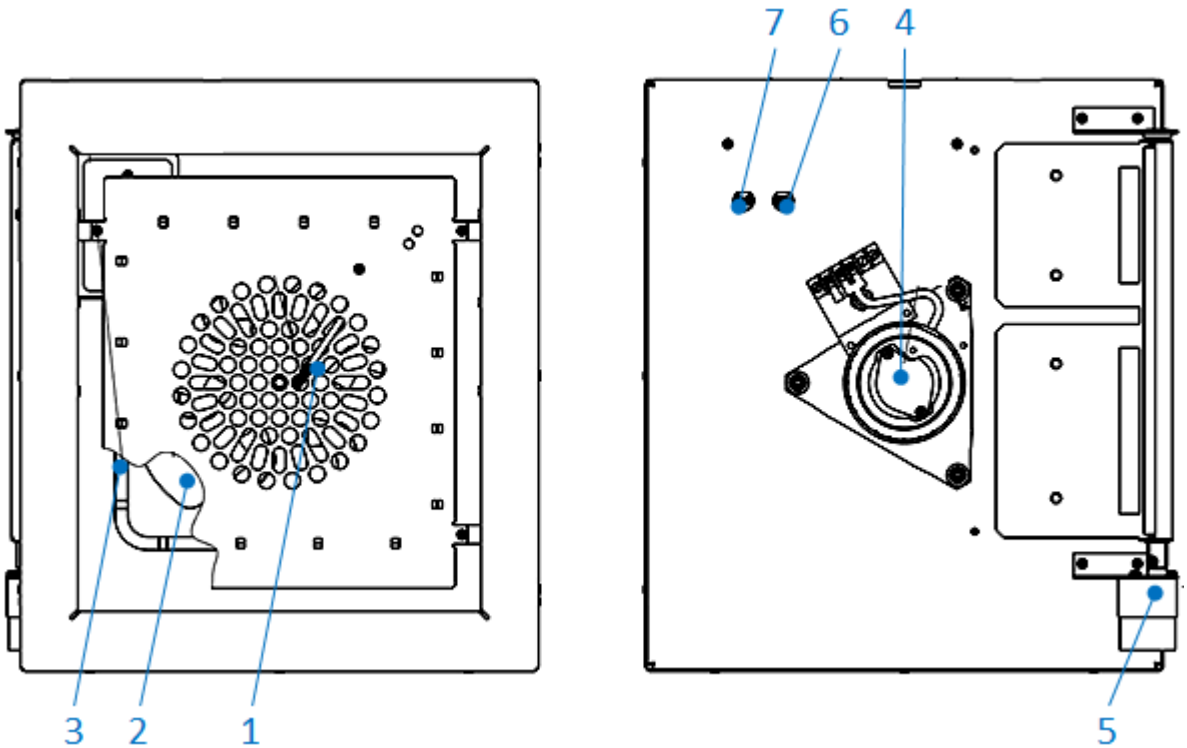


Рисунок 4.16 – Термостат колонок хроматографа исполнения 1

Таблица 4.4 – Основные части термостата колонок

№	Обозначение	Наименование	Кол.	Назначение
1	5.182.064	Датчик температуры	1	Измерение температуры в термостате
2	6.393.009	Крыльчатка	1	Перемешивание воздуха в термостате
3	5.863.247	Нагреватель	1	Нагрев термостата
4	6.330.039-02	Привод	1	Перемешивание воздуха в термостате колонок
5	6.330.086	Привод	1	Управление заслонками термостата
6		Вывод датчика температуры	1	Подключение датчика температуры
7		Выводы нагревателя	2	Подключение нагревателя

Входное вентиляционное отверстие термостата колонок распложено под хроматографом. Следует обращать внимание на отсутствие каких-либо предметов или листов бумаги под входным вентиляционным отверстием термостата колонок хроматографа.



В процессе циклов охлаждения через выходное вентиляционное отверстие термостата колонок выходит горячий воздух, который может вызвать ожоги. Не допускается располагать какие-либо предметы ближе, чем на (40-50) см к вентиляционному отверстию.

При открывании дверки термостата следует остерегаться прикосновения к нагретым частям термостата колонок и двери.



В правом отсеке хроматографа присутствует опасное для жизни напряжение сети. Запрещается снимать боковую крышку правого отсека.

Хроматограф обеспечивает автоматическое охлаждение термостата колонок для защиты колонок при прекращении подачи газа-носителя.

4.4.2 Исполнение 2

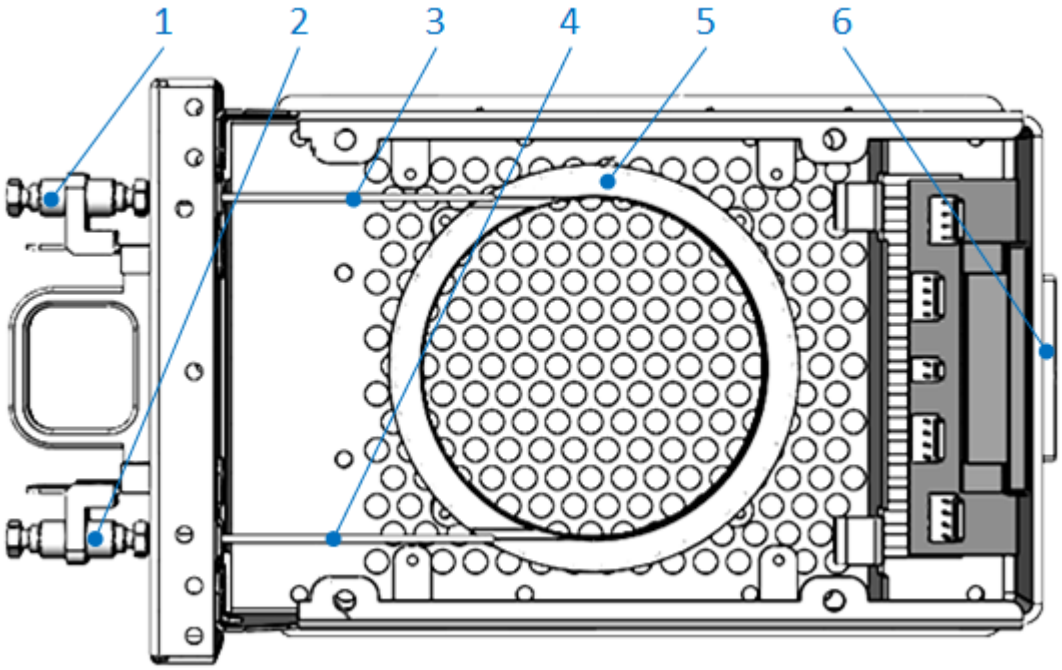


Рисунок 4.17 – Термостат колонок хроматографа исполнения 2

Таблица 4.5 – Основные части термостата колонок

№	Назначение
1	Входной штуцер капиллярной колонки
2	Выходной штуцер капиллярной колонки
3	Переходная линия 1 капиллярной колонки
4	Переходная линия 2 капиллярной колонки
5	Нагреватель капиллярной колонки
6	Разъем нагревателей и датчиков температур

4.5 Метанатор

Метанатор предназначен для восстановления окиси и двуокиси углерода в метан с последующим его детектированием пламенно–ионизационным детектором газового хроматографа. Восстановление (или конверсия) оксидов углерода до метана осуществляется на содержащем никель катализаторе в присутствии водорода при высокой температуре.

Применение метанатора позволяет определять оксиды углерода при их минимальном содержании до 0.5×10^{-4} об. % при объёме вводимой пробы 1 мл.

Метанатор представляет собой, нагреваемую металлическую трубку, заполненную катализатором.

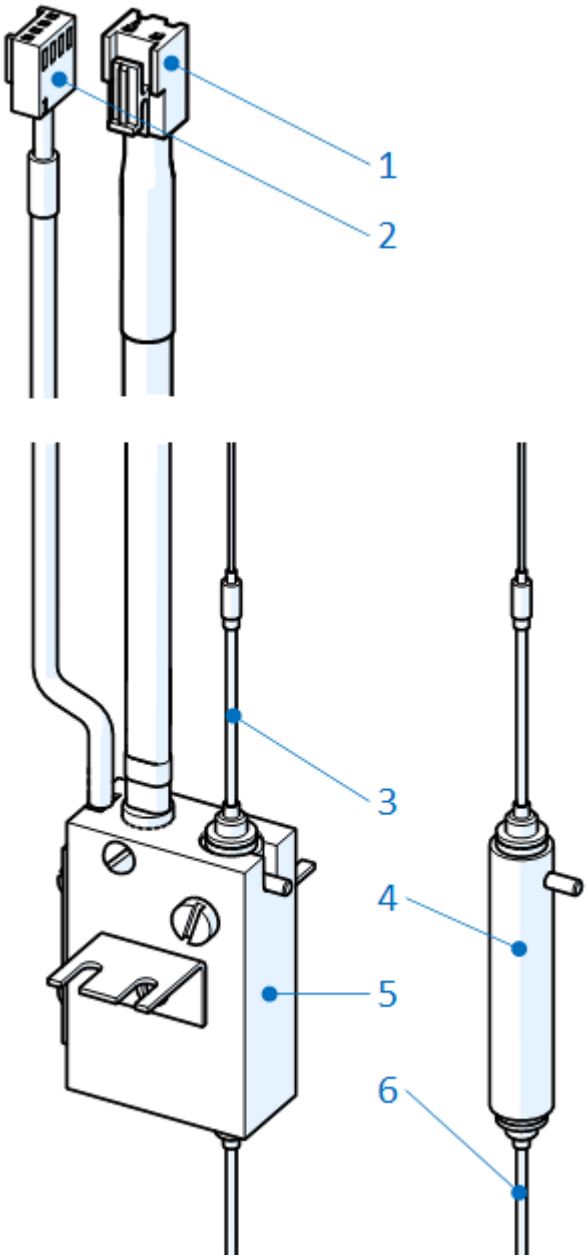
Нагреватель и датчик температуры метанатора подключаются к силовому модулю, расположенному в заднем отсеке хроматографа.

Метанатор 5.886.059 включает в себя цельносварной неразборный реактор 5.884.109 заполненный катализатором. Газ-носитель и водород смешиваются в тройнике, расположенном перед метанатором.

При наличии двух метанаторов в приборе, каждый из них имеет отдельный нагреватель. Расположение метанаторов и каналы регулирования температуры определяются в соответствии с газовой схемой хроматографа.

Метанатор подключается после хроматографической колонки перед детектором ПИД. Условием работы метанатора является пропускание через него расхода водорода и нагрева метанатора до высокой температуры. Расход водорода должен соответствовать (20-40) мл/мин (оптимальный для ПИД). Трубопровод подачи водорода в детектор должен быть заглушен. Водород и газ-носитель смешиваются в тройнике перед входом метанатора.

Ниже (Рисунок 4.19) показана зависимость степени восстановления (конверсии) оксидов углерода от температуры метанатора. Оптимальной, для одновременной конверсии оксидов углерода, является температура 325 °C.



1 – нагреватель 5.863.166, 2 – датчик температуры 5.182.027, 3 – к детектору ПИД, 4 – реактор 5.884.109, 5 – корпус 8.034.889, 6 – газ-носитель + водород

Рисунок 4.18 – Конструкция метанатора 5.886.059

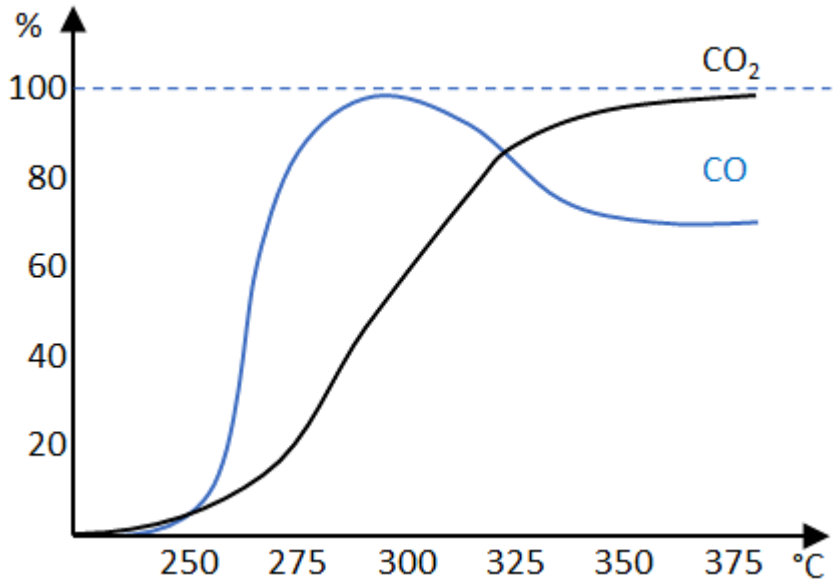


Рисунок 4.19 – График зависимости конверсии от температуры метанатора

Повышенное содержание тяжелых (Выше С2) углеводородов, серосодержащих соединений и других нежелательных примесей в потоке пробы, повышенный фон колонки приводит к снижению каталитической способности реактива метанатора и повышению фона ПИД.

Регенерация катализатора

При значительном росте фонового сигнала ПИД (свыше 300–400 мВ), снижении чувствительности ПИД по оксиду и диоксиду углерода, следует регенерировать катализатор. Регенерация состоит в предварительном окислении в потоке воздуха и последующем восстановлении реактива в потоке водорода.

Для окисления реактива метанатора следует:

- уменьшить расход газа-носителя через колонку до 10 мл/мин;
- вместо водорода подключить воздух от газового регулятора, задать 50 – 80 мл/мин;
- повысить температуру метанатора до (395–400) ˚С, выдержать 2-3 часа;

Окисление проводят в "тестовом режиме" хроматографа, пламя детектора ПИД не горит.

Для восстановления реактива следует:

- обратно подключить водород вместо воздуха, задать рабочий расход водорода;
- выдержать при температуре (395–400) ˚С в течение 4-6 часов до стабилизации фона ПИД;

Если регенерация метанатора не приводит к восстановлению его характеристик, реактор 5.884.109 следует заменить. После замены реактора следует провести его регенерацию перед началом работы согласно вышеописанной процедуры.

Высокий фон ПИД с метанатором может наблюдаться при наличии влажного водорода.

4.6 Газовые линии и делители потоков

В настоящем разделе рассмотрены "пассивные" элементы газовых схем: трубопроводы, коллекторы, тройники и делители потоков, с помощью которых осуществляется формирование газовых схем и взаимодействие рассмотренных выше функциональных узлов хроматографа.

С помощью трубопроводов формируются газовые линии; делители потока (тройники, коллекторы) служат для разветвления и перераспределения газовых потоков этих линий, формирования других линий и т.д.

4.6.1 Трубопроводы и подключение газовых линий

Внешние подключения описаны в разделе 3.4 Инструкции по установке.

Внутренние газовые линии выполнены, в основном, трубкой из нержавеющей стали внутренним диаметром 1,02 мм, наружным – 1,6 мм.

Для специальных применений путь газовой пробы может быть выполнен трубкой из инертных материалов или из нержавеющей стали с инертным внутренним покрытием. Материал трубки выбирается производителем в зависимости от аналитической задачи.

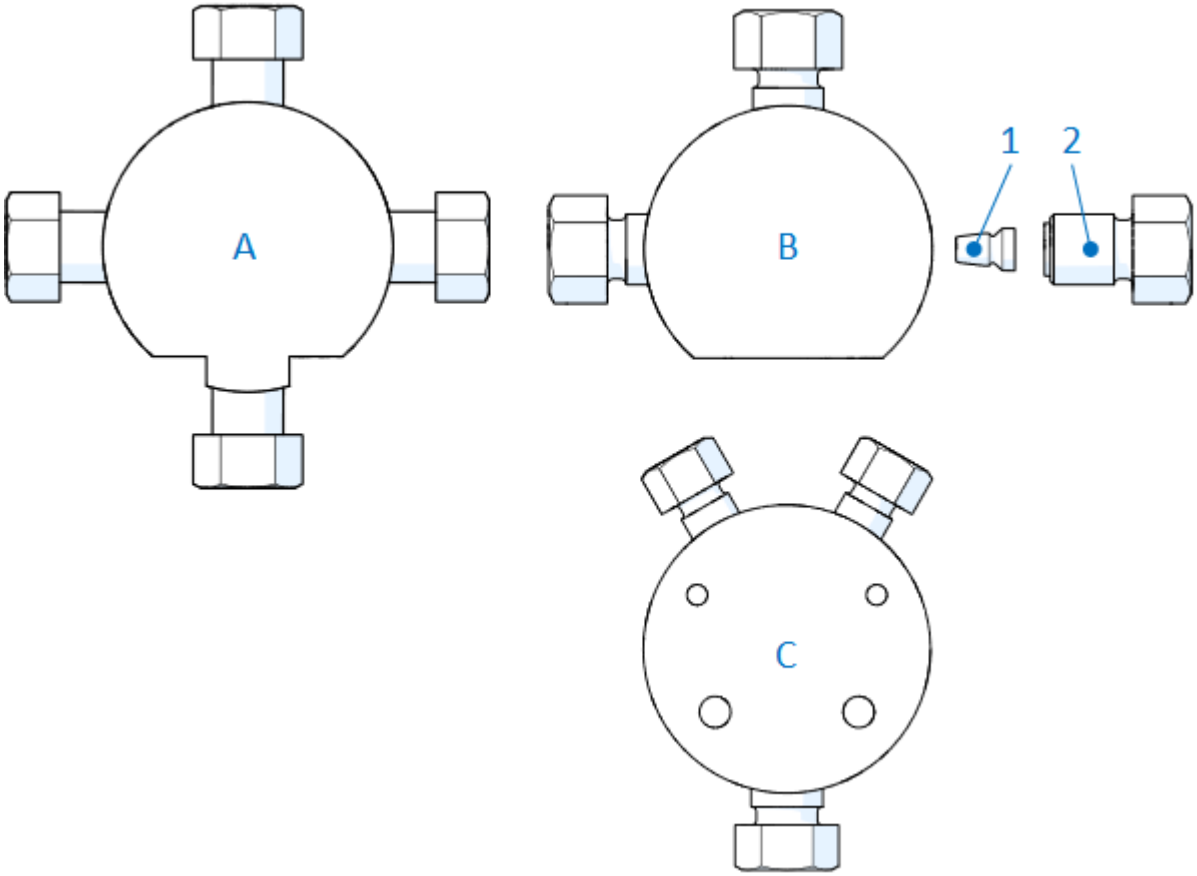
При необходимости удлинения трубопровода или для соединения в трубопроводе трубок различных диаметров, используются соответствующие переходники (поставляются в комплекте ЗИП или по заказу).

Рекомендации по правильному уплотнению трубок и концов колонки приведены в разделе 3.4.4. РЭ – Инструкция по установке.

4.6.2 Коллекторы и тройники

Коллекторы и тройники служат для разветвления газовых потоков, подводимых от источников газового питания хроматографа; или разветвляют газовые потоки внутри схемы.

Описание коллекторов представлено ниже:



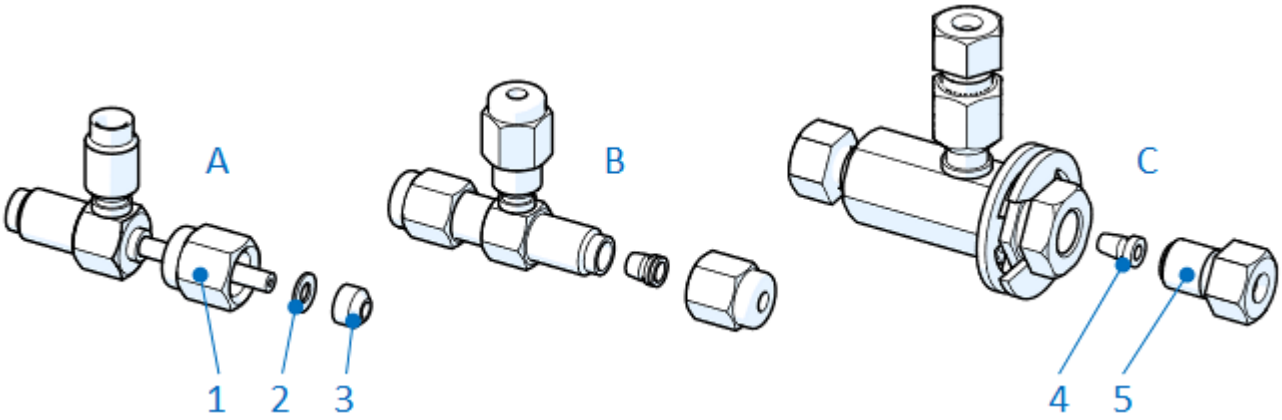
Коллекторы: A – 6.617.013, B – 6.617.014, C – 6.617.015, 1 – муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь); 2 – гайка 8.930.161

Рисунок 4.20 – Коллекторы

Коллекторы 6.617.015 крепятся на задней стенке хроматографа с помощью 2-х винтов М3×16 и 2-х втулок 8.223.070-02.

Таблица 4.6 – Коллекторы. Описание

Обозначение	**Кол-во портов**	**Материал корпуса**	**Резьба, отверстие**	**Гайки, муфты**
6.617.013	4	латунь	М6×0,75	Гайка 8.930.161 Муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь)
6.617.013-01	4	нерж. сталь	М6×0,75	
6.617.014	3	латунь	М6×0,75	
6.617.014-01	3	нерж. сталь	М6×0,75	
6.617.015	3	латунь	Вход (1порт): М8×1 (3мм)	Вход: Гайка 8.930.114, Втулка 8.220.272-01 (резина)
			Выход (2порта): М6×0,75 (1,6мм)	Выход: Гайка 8.930.161, Муфта 8.658.053 (резина)
6.617.015-01	5	латунь	Вход (1порт): М8×1 (3мм)	Вход: Гайка 8.930.114, Втулка 8.220.272-01 (резина)
			Выход (4порта): М6×0,75 (1,6мм)	Выход: Гайка 8.930.161, Муфта 8.658.053 (резина)
6.617.015-02	3	латунь	Вход (1порт): М8×1 (3мм)	Вход: Гайка 8.930.114, Муфта 8.658.038-02 (латунь)
			Выход (2порта): М6×0,75 (1,6мм)	Выход: Гайка 8.930.161, Муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь)
6.617.015-03	5	латунь	Вход (1порт): М8×1 (3мм)	Вход: Гайка 8.930.114, Муфта 8.658.038-02 (латунь)
			Выход (4порта): М6×0,75 (1,6мм)	Выход: Гайка 8.930.161, Муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь)



A) 6.453.148, B) 6.454.022, d) 6.453.094

1 – гайка 8.930.167, 2 – шайба 3, 3 – втулка 8.220.272-01, 4 – муфта 8.658.038, 2 – гайка 8.930.161

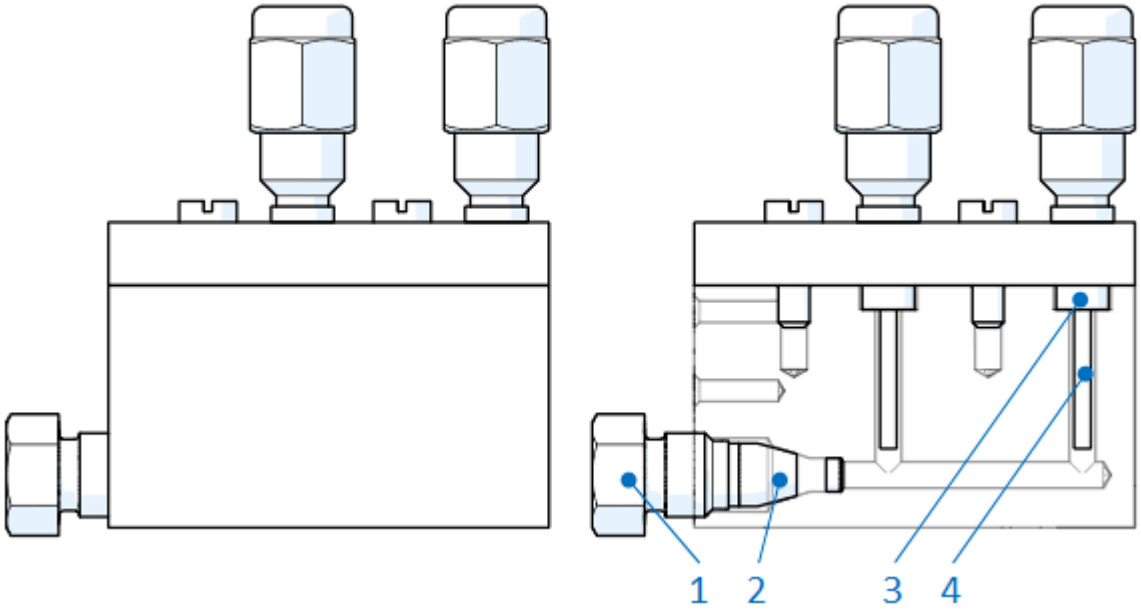
Рисунок 4.21 – Тройники

Тройники 6.454.022 и 6.453.148 используются для соединения внешних газовых линий диаметром 3мм.

Тройник 6.453.094 имеет штуцеры с внутренней резьбой М6×0,75 для подключения трубки 1.6мм. Подключение осуществляется с помощью гаек 8.930.161 и муфт 8.658.039-01 (нерж.сталь) или 8.658.053 (резина). Тройник 6.454.094-01 два противоположных порта с внутренней резьбой М8×1 для трубки 3мм (подключение гайкой 8.930.114 и муфтой 8.658.038 или втулкой 8.220.272-01) и один порт с резьбой М6×0,75 для трубки 1,6мм. Гайки и уплотнительные элементы с состав не входят.

4.6.3 Делители потока

Делители потока применяются для одновременного обеспечения вспомогательными газами двух пламенных детекторов (ПИД-ПИД или ПИД-ТИД).



1 – гайка 8.930.161; 2 – муфта 8.568.039-01; 3 – трубка 7.352.013-01 (в делителе на воздух) или 7.352.013 (в делителе на водород); 4 – втулка 8.220.009.

Рисунок 4.22 – Делители потока

В делителях потока 5.885.010(-01) расход газа на выходе каждого канала одинаков (деление 1:1).

В делителе потока 5.885.016, расход водорода на выходе одного канала (верхнего) вдвое больше, чем на выходе другого (деление 2:1). Такой делитель потока применяется для одновременного питания двух разных пламенных детекторов (ПИД и ТИД).

На выходе делителей потока уплотнение трубопроводов 1.6мм производится гайками 8.930.167-02, шайбами и муфтами 8.658.053.

4.6.4 Проверка герметичности соединений газовых линий

Проверка герметичности входных газовых линий приведена в Инструкции по установке газового хроматографа, раздел 3.6 "Проверка герметичности". В настоящем разделе рассматривается проверка герметичности газовых линий внутри хроматографа.

Перед началом проверки температура термостата колонок должна быть снижена до 40 °C (или ниже).

Признаками появления негерметичности являются:

- Повышенный расход газа-носителя в баллоне;
- Увеличиваются времена удерживания компонентов;
- Неудовлетворительная сходимость результатов.

Во время работы герметичность чаще всего нарушается при износе мембраны испарителя.

Газовые линии могут быть следующих типов:

- Линии, которые рассчитаны на избыточное давление газа и могут быть заглушены. Например, выход ДТП. Данный выход можно заглушить и проверить герметичность системы от РРГ до выхода детектора.
- Линии, которые находятся под давлением газа близком к атмосферному. Например, выход колонки в детектор ПИД.

Герметичность линий, которые могут быть заглушены, можно проверять с помощью электронных регуляторов расхода газа (РРГ). Причем, перед проверкой герметичности необходимо убедится в исправности редуктора, установленного на баллоне с газом–носителем и самого электронного регулятора расхода.

Проверка герметичности с помощью электронных регуляторов расхода газа предпочтительна перед другими методами тем, что позволяет обойтись без растворов жидкостей, которые могут затекать в штуцерные соединения и затем попадать в линии и оказывать влияние на компоненты пробы. При этом можно количественно оценить величину утечки.

При использовании детекторов МСД, ПРД, ДТХ даже незначительные утечки могут оказывать влияние, вызывая повышение фона детектора и ухудшение характеристик детектора вследствие диффузии кислорода из окружающей среды внутрь газовых линий. Такие утечки невозможно обнаружить с помощью электронных регуляторов расхода газа, для этого рекомендуется применять течеискатель (например, Agilent Flow Tracker 2000 (P/N 9300-0311), Restek Electronic Leak Detector (P/N 28500) и им подобные).

Конкретное место утечки можно определить, переставляя заглушки, последовательно исключая определенные участки газовых линий, либо подтягивая уплотнения газовых линий в предполагаемом месте утечки и контролируя показания электронного регулятора расхода газа.

Небольшие утечки могут быть обнаружены прокапыванием соединений – вероятных мест утечки – этиловым спиртом. Если течь присутствует (визуально наблюдаются пузырьки), следует подтянуть гайку на 30 градусов, если данная процедура не помогает, необходимо

произвести замену уплотнения. Более подробная информация о подключении газовых линий приведена в разделе 4.6.1.

При подтягивании штуцерных соединений не прилагать усилий, превышающих значения, приведенные в соответствующих разделах РЭ.

При проверке герметичности рекомендуется давление в газовых линиях поднимать до значений (0,4– 0,64) МПа.

Проверка баллонного регулятора давления (редуктора).

Процедура проверки описана в разделе 3.4.2 Инструкции по установке на хроматограф. Редуктор на баллоне не должен натекать при освобождении его регулирующей пружины (обычно при полном вывинчивании регулировочного винта редуктора против часовой стрелки).

Проверка электронного регулятора расхода газа РРГ10-02:

- подать напряжение питания на регулятор расхода газа, включив хроматограф. Через 10 минут зафиксировать показания регулятора расхода газа. Показания регулятора расхода газа (без подачи газа) не должны превышать значения 0,3 мл/мин. Эти показания соответствуют электрическому "нулю" регулятора расхода газа. При последующих измерениях показания электрического "нуля" могут быть вычтены из показаний утечки, измеренной регулятором расхода газа. Следует иметь в виду, что в случае фиксирования показаний электрического нуля равным 0 мл/мин регулятор расхода газа может находиться в минусе. Если использовать для измерений данный регулятор расхода газа хроматографа, то может возникнуть погрешность в сторону занижения величины измеренной утечки;
- заглушить электронный регулятор расхода с помощью заглушки 8.632.053 из комплекта ЗИП хроматографа;
- установить давление на выходном манометре редуктора (0,4±0,04) МПа;
- задать расход 100 мл/мин на регуляторе расхода газа;
- после выдержки в течение 10 минут зафиксировать показания регулятора расхода газа. Показания регулятора расхода газа не должны превышать значения электрического "нуля" регулятора расхода газа. Повышенный расход указывает на течь внутри самого регулятора.

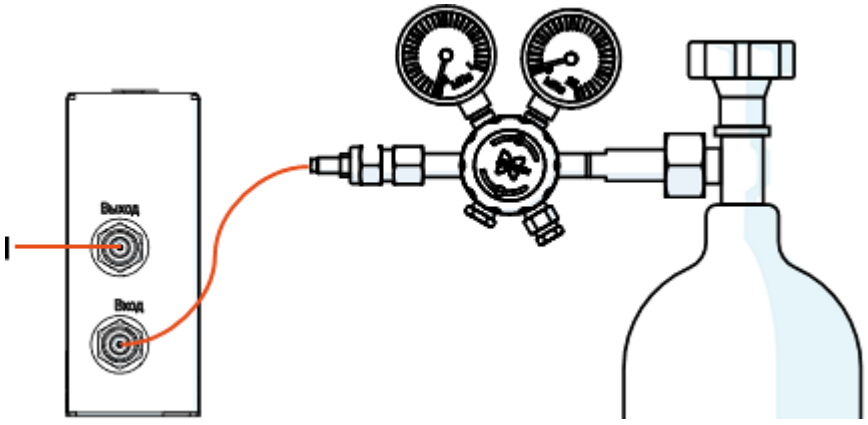


Рисунок 4.23 – Схема проверки электронного регулятора расхода газа

Проверка герметичности с помощью РРГ:

- установить заглушку на выход газовой линии или устройства;
- проконтролировать давление газа на манометре редуктора. Давление газа–носителя должно соответствовать номинальному для хроматографа (0,4±0,04) МПа;
- задать расход на регуляторе расхода не менее 30 мл/мин. После натекания газа в заглушенную полость показания регулятора расхода должны понизится до значения не более (0,5–0,8) мл/мин. При больших значениях рекомендуется воспользоваться подтягиванием возможных мест утечки, или последовательно исключать предполагаемые места утечек.

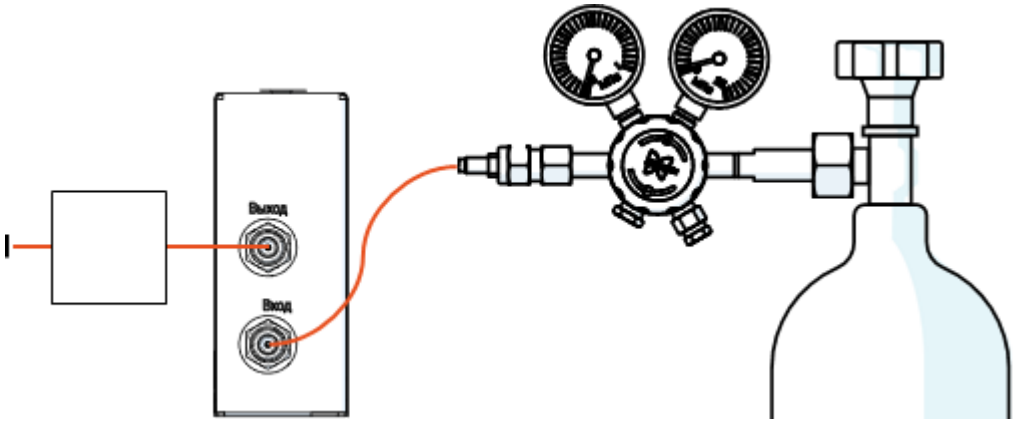


Рисунок 4.24 – Проверка герметичности с помощью РРГ10

При проведении вышеуказанных действий следует учитывать:

- При наличии значительных емкостей в проверяемых линиях, фильтрах или колонках, наполненных молекулярными ситами время натекания газа, может доходить до 30 мин.
- Использование газа-носителя гелия может увеличить время натекания по сравнению с другими газами.
- Время натекания возможно уменьшить, если отключать газ–носитель после редуктора дополнительным клапаном.

С помощью электронных регуляторов расхода газа может быть проверена герметичность испарителей, кранов–дозаторов и переключателей, а также внешних устройств ввода пробы и пробоподготовки, не имеющих в своём составе электронных регуляторов расхода газа.

Герметичность линий детектора ДТП можно проверять вместе с колонками, установив заглушку на выход детектора.

При проверке герметичности детектора по теплопроводности необходимо чувствительные элементы перевести в состояние "Выключено".

При работе детектора ДТП с капиллярной колонкой недопустимо проверять герметичность путем установки заглушки на выход колонки. Избыточное давление может привести к поломке колонки.

Линии, находящиеся под давлением газа близком к атмосферному, можно проверять только при наличии специальных приспособлений. В некоторых случаях нецелесообразно вводить "абсолютно герметичные" уплотнения, которые значительно усложняют конструкцию и увеличивают габариты.

Утечки из таких линий и устройств исключаются конструктивными решениями: соответствующим проходным сечением трубопроводов, формой уплотняющих соединений.

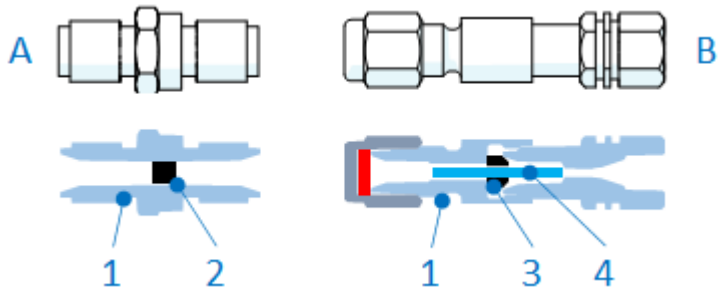
Герметичность таких линий предлагается оценивать по фоновому сигналу и уровню шумов детекторов на хроматограмме.

4.7 Пневмосопротивления

Пневмосопротивления (см. таблицу ниже) служат для ограничения расхода газа в газовых магистралях хроматографа.

Таблица 3.9 – Пневмосопротивления

Обозначение пневмосопротивления	**Маркировка**	**Расход, мл/мин (азота при 20 °С)**	**Давление, кПа (азота)**
5.150.010 (5.150.015)	010-00 (015-00)	20	100
5.150.010–01 (5.150.015–01)	010-01 (015-01)	200	100
5.150.010–02, (5.150.015–02)	010-02 (015-02)	20	400
5.150.010–03, (5.150.015–03)	010-03 (015-03)	400	100
5.150.010–04, (5.150.015–04)	010-04 (015-04)	20	200
5.150.010–05, (5.150.015–05)	010-05 (015-05)	100	100
5.150.010–06, (5.150.015–06)	010-06 (015-06)	500	100
5.150.017	Нет	5	100



A – 5.150.010 и 5.150.015, B – 5.150.017

1 – корпус пневмосопротивления, 2 – пористая нержавеющая сталь, 3 – резиновое уплотнение, 4 – стеклянный капилляр

Рисунок 4.25 – Внешний вид и конструкция пневмосопротивлений

Основой пневмосопротивлений 5.150.010 и 5.150.015 является обжатая в корпусе (1) пористая нержавеющая сталь (2), пневмосопротивлений 5.150.017 – стеклянный капилляр (5).

На рисунке ниже показана зависимость расхода газа от давления для пневмосопротивления 5.150. 010. Данные по расходам газов приведены для температуры 20 °С.

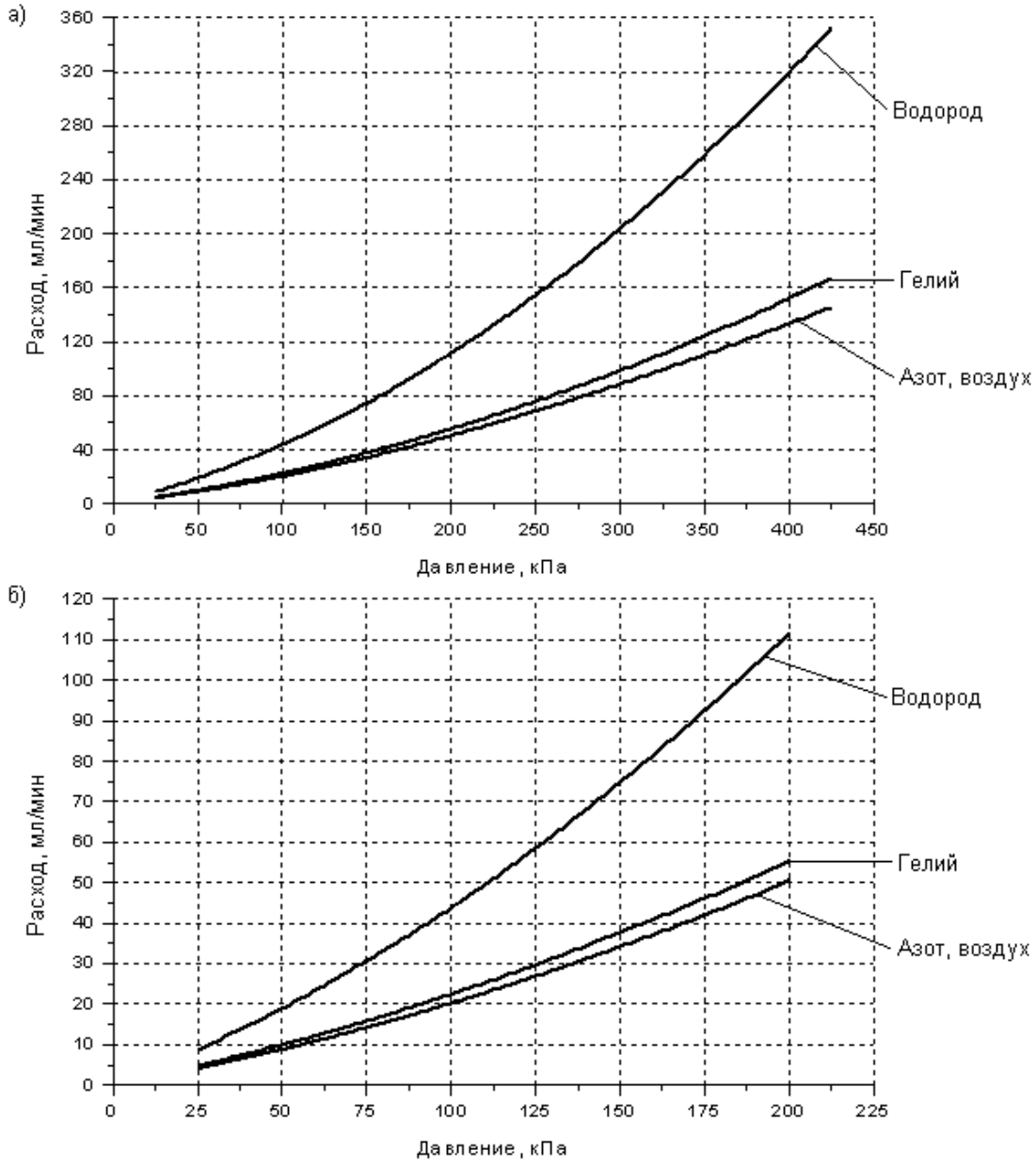


Рисунок 4.26 – Зависимость расхода газа от давления для пневмосопротивления 5.150. 010 в диапазоне от 25 до 425 кПа (а); от 25 до 200 кПа (б)

При увеличении температуры окружающей среды на 1 °С, величина расхода газа через пневмосопротивление уменьшится на 0.25.

На рисунке ниже показана зависимость расхода газа от давления для пневмосопротивления 5.150.010-01.

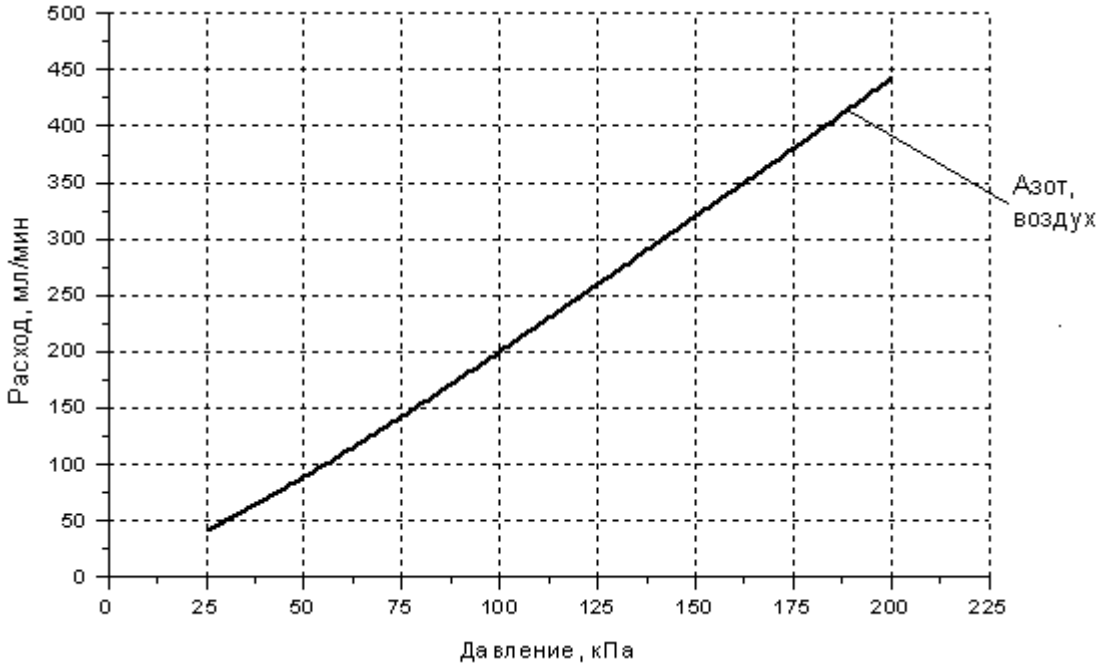


Рисунок 4.27 – Зависимость расхода газа (азота, воздуха) от давления для пневмосопротивления 5.150.010-01

Температурная зависимость в диапазоне указанных на графике значений равна 0,5 % от значения расхода на 1 °С (или температурная зависимость при расходе 200 мл/мин азота и воздуха равна 1 мл/мин на 1 °С).

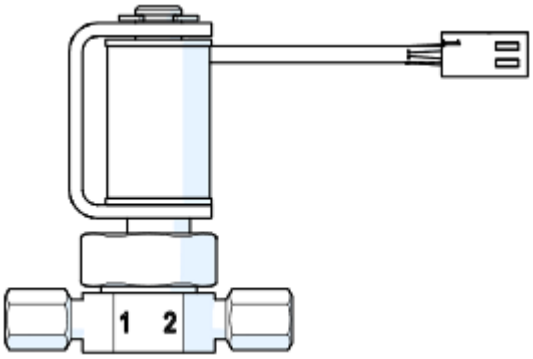
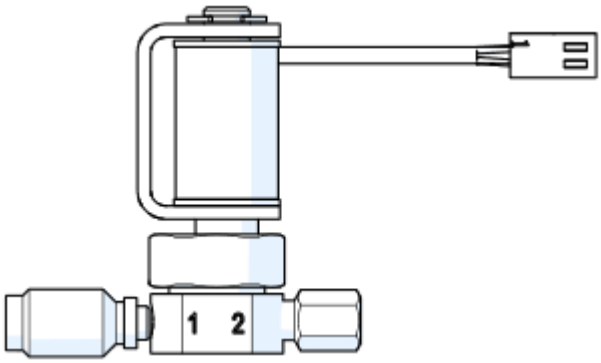
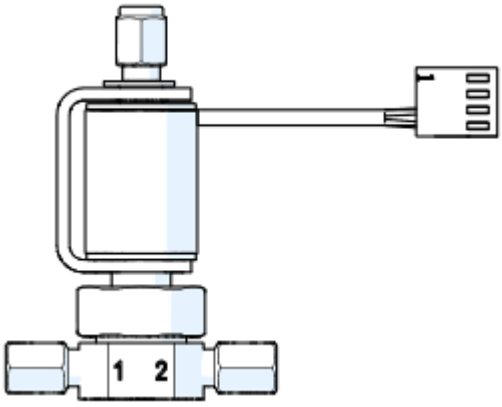
4.8 Клапаны

Клапаны используются в составе приборов для переключения потоков:

- при реализации обратной продувки предколонки, испарителя;
- при работе с модулем переключения потоков Дина

Подключение газовых линий к клапану осуществляется в соответствии с газовой схемой хроматографа. Типы и обозначения клапанов приведены в таблице ниже:

Таблица 4.8 – Клапаны. Описание

Внешний вид	**Обозначение**	**Кол-во портов**	**Параметры портов**
	5.890.042-03	2	Вход (1) / выход (2): Резьба внутр. М6×0,75 под трубку 1,6мм.
	5.890.042-04	2	Вход (1): Резьба наружн. М8×1 под трубку 3мм Выход (2): Резьба внутр. М6×0,75 под трубку 1,6мм
	5.890.043-03	3	Вход (1)/ выход (2, 3): Резьба внутр. М6×0,75 под трубку 1,6мм

Указанные модификации клапанов применяются в сочетании с ПМ-3 (не подходят для ПМ-2). Клапаны могут работать как в нормально открытом, так и в нормально-закрытом состоянии.

Максимальное рабочее давление клапанов 300 кПа.

4.9 Процессорный модуль ПМ31

Процессорный модуль ПМ31 является основой встроенной электроники управляющей хроматографом. Электроника хроматографа полностью обеспечивает работу хроматографа, его встроенных узлов и программное взаимодействие с внешними устройствами. Основные функции: полный электронный контроль рабочими параметрами прибора, контроль и регулирование температур нагреваемых зон, электронное (цифровое) управление газовыми потоками, диагностика и контроль ошибок и аварий, сигнализация аварий, резервное хранение хроматограмм, программное взаимодействие с компьютером и внешними устройствами.

4.9.1 Основная плата процессорного модуля

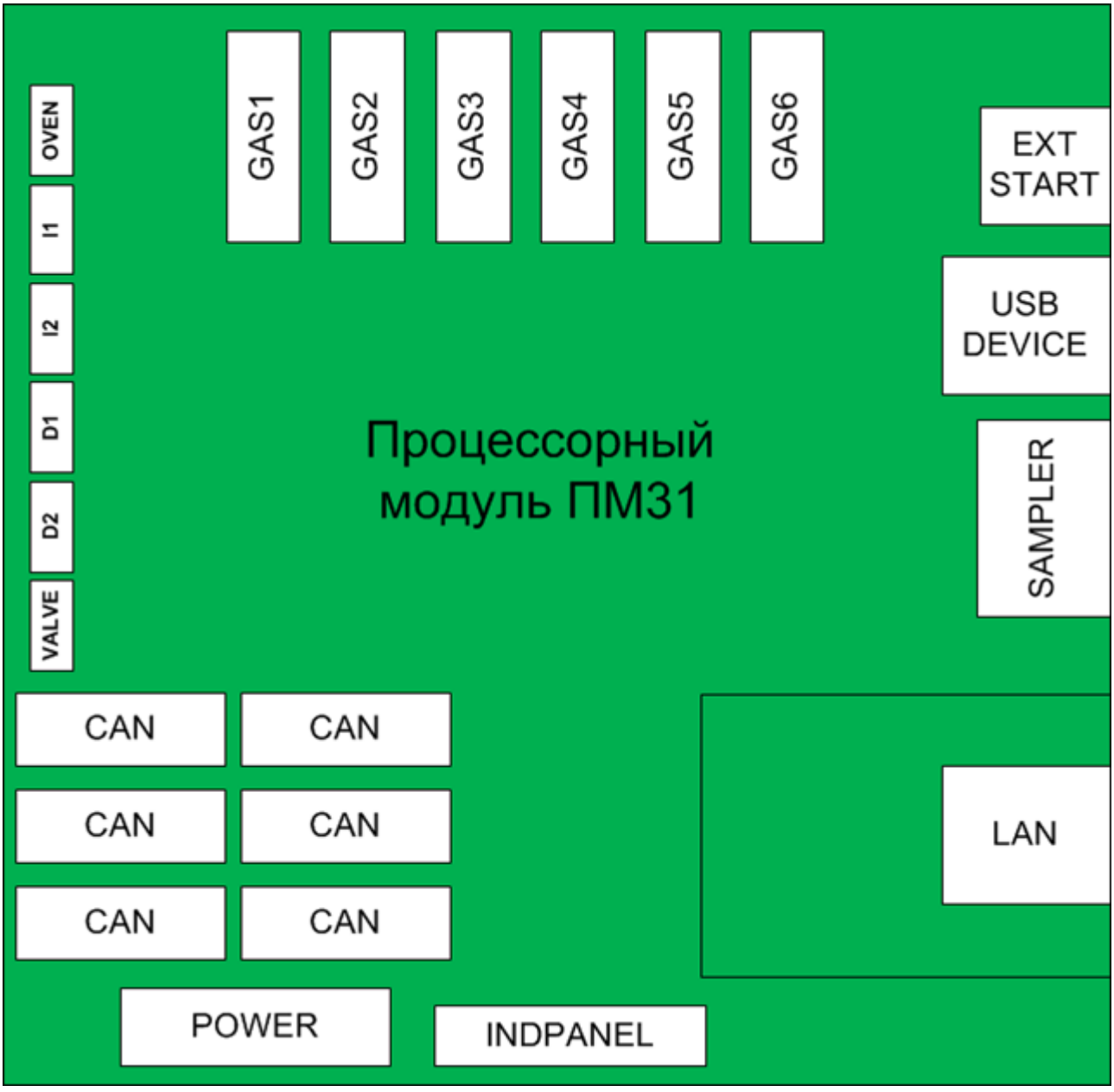


Рисунок 4.28 – Расположение разъемов на процессорным модуле ПМ31

Таблица 4.9 – Описание разъемов ПМ31

Обозначение	Расшифровка
GAS1..GAS6	Разъемы подключения газовых регуляторов.
EXT START	Разъем подключения старта внешнего устройства (автономной периферии, стороннего производства).
USB DEVICE	Подключение хроматографа к компьютеру по интерфейсу USB.
SAMPLER	Подключение к хроматографу периферийных устройств производства СКБ "Хроматэк".
LAN	Подключение к компьютеру по интерфейсу Ethernet.
INDPANEL	Подключение клавиатуры и световой индикации хроматографа.
POWER	Подключение питания контроллера.
CAN	Цифровая шина. Подключение силового модуля, усилителей.
VALVE	Подключение датчика температуры термостат крана.
D1, D2	Подключение датчика температуры термостатов детекторов.
I1,I2	Подключение датчика температуры термостатов испарителей.
OVEN	Подключение датчика температуры термостата колонки.

ПМ31 обладает возможностью включения в локальную компьютерную сеть предприятия, что позволяет управлять им с любого компьютера данной сети.

Для обеспечения данной возможности в ПМ31 установлен адаптер Ethernet NE-4110S фирмы Moxa Tech. Адаптер Ethernet NE-4110S представляет собой плату-переходник RS-232 в Ethernet.

Для управления хроматографом по локальной сети с помощью сетевого адаптера на компьютерах, с которых может осуществляться управление, должен быть установлен драйвер Network Enabler Administrator, поставляемый в комплекте с ПО "Хроматэк Аналитик". Подробно о настройке драйвера см. руководство пользователя "Хроматэк Аналитик".

Шесть каналов управления термостатами универсальны. При необходимости подключить какое-либо устройство, для которого отдельный разъем не предусмотрен, например **VALVE - 2**, оно может быть подключено к любому свободному нагревателю. Программа позволяет переназначить нагреватель и датчик температуры.

В контроллере ПМ31 используются универсальные газовые регуляторы РРГ-10 и РРГ-11 (совместимы с контроллерами предыдущих версий ПМ1, ПМ2 и ПМ3).

Тип регулятора подключенного к контроллеру ПМ31 определяется автоматически.

4.9.2 Силовой модуль хроматографа исполнения 1

Модуль силовой хроматографа исполнения 1 установлен в заднем отсеке хроматографа.

Перед открытием задней стенки хроматограф должен быть обесточен путем отсоединения кабеля питания хроматографа от розетки ~220 В. При выключенной кнопки питания хроматографа, сетевое напряжение ~220 В на силовую плату продолжает подаваться!

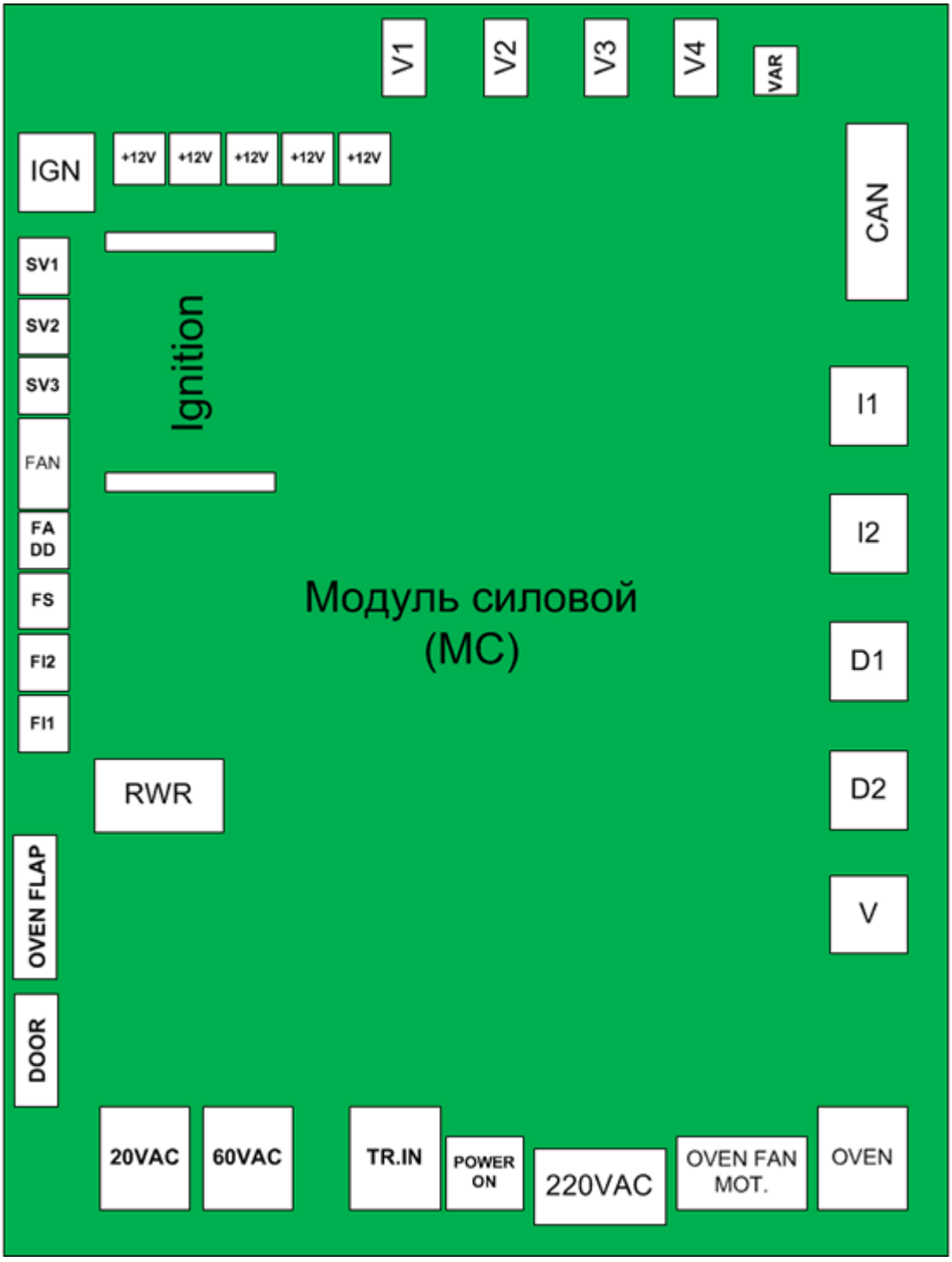


Рисунок 4.29 –Расположение разъемов на силовом модуле хроматографа исполнения 1

Таблица 4.10 – Описание разъемов силового модуля хроматографа исполнения 1

Обозначение	**Расшифровка**
V1..V4	Подключение приводов кранов.
VAR	Подключение вариатора (опционально).
CAN	Подключение процессорного модуля ПМ31.
I1,I2	Подключение нагревателей термостатов испарителей.
D1,D2	Подключение нагревателей термостатов детекторов.
V	Подключение нагревателя термостата крана.
OVEN	Подключение нагревателя термостата колонок.
OVEN FAN MOT.	Подключение мотора вентилятора термостата колонок.
220VAC	Вход напряжения ~220 В для нагрева термостата колонок.
POWER ON	Подключение кнопки включения хроматографа.
TR.IN	Выход ~220 В на понижающий трансформатор.
60VAC	Вход напряжения ~60 В для нагрева термостатов, кроме термостата колонок.
20VAC	Вход напряжения ~20 В для питания электроники.
DOOR	Датчик двери термостата колонок.
OVEN FLAP	Подключение привода заслонов термостата колонок.
RWR	Питание контроллера ПМ31.
FI1, FI2	Подключение вентиляторов охлаждения адаптеров испарителей.
FS	Подключение вентилятора охлаждения термостата колонок (опционально).
FADD	Резервный выход.
FAN	Подключение вентилятора охлаждения.
SV1..SV3	Подключение электромагнитных клапанов.
IGN	Подключение свечей поджига пламенных детекторов.
Ignition	Подключение силовой микроплаты поджига.
+12V	Неуправляемые выходы +12 В.

4.9.3 Силовой модуль хроматографа исполнения 2

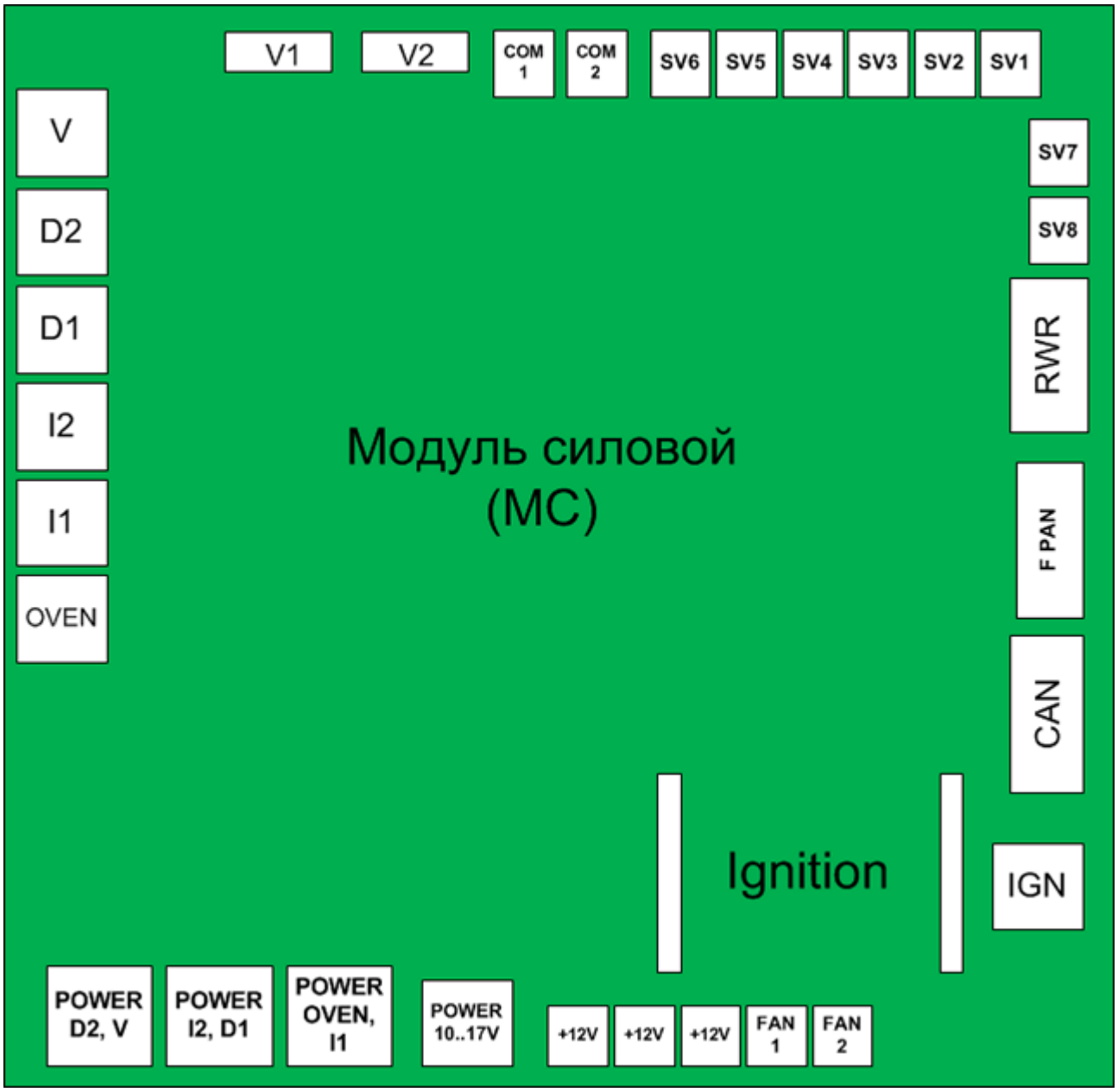


Рисунок 4.30 – Расположение разъемов на силовом модуле хроматографа исполнения 2

Таблица 4.11 – Описание разъемов силового модуля хроматографа исполнения 2

Обозначение	Расшифровка
V1, V2	Подключение приводов кранов.
COM1, COM2	Подключение компрессоров.
SV1..SV8	Подключение электромагнитных клапанов.
RWR	Питание контроллера ПМ31.
F PAN	Подключение панели управления (используется опционально).
CAN	Подключение процессорного модуля ПМ31.
IGN	Подключение свечей поджига пламенных детекторов.
Ignition	Подключение силовой микроплаты поджига.
FAN1, FAN2	Подключение вентиляторов.
+12V	Неуправляемые выходы +12 В.
POWER 10..17V	Питание силовой платы напряжением 10...17 В.
POWER OVEN, I1	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей OVEN и I1
POWER I2, D1	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей I2 и D1.
POWER D2, V	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей D2 и V.
I1, I2	Подключение нагревателей термостатов испарителей.
D1, D2	Подключение нагревателей термостатов детекторов.
V	Подключение нагревателя термостата крана.
OVEN	Подключение нагревателя термостата колонок.

4.9.4 Этапы работы, элементы управления и индикации хроматографа исполнения 1

Световые индикаторы панели индикации отображают информацию о текущем состоянии хроматографа исполнения 1.



Рисунок 4.31 – Хроматограф исполнения 1. Панель индикации

Хроматограф имеет на лицевой панели кнопки **Старт/Стоп**, с помощью которых осуществляется запуск и останов анализов двух независимых каналов, и кнопку **Охлаждение.**

Таблица 4.12 – Индикация этапов работы хроматографа

● горит, ○ не горит, ◉ мигает

Этап	**Подготовка**	**Готовность**	**Анализ**
Нет метода	○	○	○
Подготовка	●	○	○
Ожидание	◉	◉	○
Поджиг	◉ [1]	○	○
Готовность	○	●	○
Продувка	◉ [2]	○	◉ [2]
Охлаждение	●	●	○
Анализ	○	○	●

[1] 3 мигания с 5 секундной паузой.

[2] светодиоды мигают поочередно.

Если какой-либо заданный параметр хроматографа в не допуске светодиоды **Подготовка, Готовность, Анализ** индицирует это состояние миганием.

При фатальной аварии светодиоды **Подготовка**, **Готовность** и **Анализ** начинают поочередно мигать. Так же состояние фатальной аварии сопровождается звуковым сигналом.

Светодиод **СЕТЬ** горит всегда, когда хроматограф включен.

4.9.5 Этапы работы, элементы управления и индикации хроматографа исполнения 2

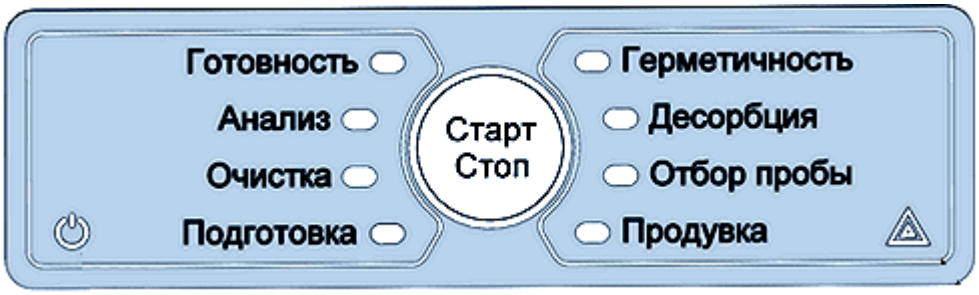


Рисунок 4.28 – Хроматограф исполнения 2. Панель индикации

Хроматограф имеет на лицевой панели кнопку **Старт/Стоп**, с помощью которой осуществляется запуск и останов анализа.

Светодиоды **Готовность**, **Анализ** и **Подготовка** отображают информацию о текущем состоянии хроматографа.

Светодиоды **Очистка**, **Герметичность**, **Десорбция**, **Отбор пробы**, **Продувка** и **Ошибка** отображают информацию о текущем состоянии встроенного ТДС (при его наличии).

Светодиод **Герметичность** информирует о нахождении ТДС на этапе Герметичность ТДС.

Светодиод **Десорбция** информирует о нахождении ТДС на этапе Десорбция ТДС.

Светодиод **Отбор пробы** информирует об отборе пробы аспиратором и косвенно о нахождении ТДС на этапе Отбор пробы ТДС.

Светодиод **Продувка** информирует о нахождении ТДС на этапе Продувка ТДС. При нахождении ТДС на данном этапе хроматограф находиться на этапе П**одготовка**.

Светодиод **Очистка** информирует о нахождении ТДС на этапе Очистка ТДС.

Светодиод **Ошибка** информирует о возникновении ошибок на этапах ТДС.

Светодиод **Сеть** горит всегда, когда хроматограф включен.

4.9.6 Краткое описание этапов работы хроматографа

Нулевой (нет метода). Этап наступает сразу после включения прибора и длится пока прибору не передан метод в автоматическом или ручном режиме.

Подготовка. На этапе Подготовка хроматограф выполняет заданные параметры (устанавливает температуры, потоки, давления).

Ожидание. Этап Ожидание наступает после подготовки перед выходом на этап Готовность, длительность этапа определяется оператором. Этап Ожидание либо принудительно задается оператором, либо определяется последовательностью работы программируемых устройств (клапанов, кранов, термостата колонок). Для перехода из этапа Ожидание на Готовность при ручном вводе пробы необходимо нажать кнопку **Старт/Стоп**.

Экономия газов. На этапе Подготовка и Ожидание выполняется функция экономии газов, происходит автоматическое снижение или отключение потоков газов. Экономия газа-носителя выполняется для канала сброса пробы (split), для канала газа-носителя (при работе с насадочной колонкой), а также при комплектовании испарителей опцией автоматического обдува септы). Настройки параметров экономии газов задаются в режиме хроматографа для устройств ввода.

Поджиг. На этапе Поджиг выполняется поджиг пламенных детекторов (ПИД, ТИД, ПФД) в специальном режиме потоков газов, соответствующем оптимальному режиму поджига пламени.

Готовность. Этап Готовность соответствует готовности прибора к выполнению анализа. Оператор или автоматический дозатор вводит пробу.

Анализ. На этапе Анализ проба введена в хроматограф, производится разделение и детектирование компонентов пробы.

Подготовка к продувке. На данном этапе производится подготовка всех параметров прибора к выполнению следующего этапа Продувка.

Продувка. На этапе Продувка выполняется кондиционирование колонки. Существует несколько условий, при которых выполняется этап продувка:

- Продувка перед началом работы (наступает автоматически после включения прибора сразу после выхода на этап Готовность);
- Продувка после анализа (наступает по завершении каждого анализа).

Охлаждение. Снижаются температуры всех зон, при этом поддерживаются потоки газов, заданные в соответствующем режиме "Охлаждение". Этап выполняется по окончании работы перед выключением прибора. Этап запускается с панели при длительном нажатии кнопки **Охлаждение**.

5 Подготовка к работе

5.1 Операции с насадочными колонками

5.1.1 Общие сведения

Насадочные колонки обычно имеют длину от 0.5 до 6м (стеклянные до 3м), внутренний диаметр от 2 до 3мм. По заказу изготавливаются колонки другой длины и диаметра. Для удобства заполнения металлические колонки длиной более 3 м соединяются из секций по 3м.

Насадочные колонки, изготовленные в СКБ Хроматэк, могут быть наполнены любыми коммерчески доступным сорбентом по заказу. Тестирование колонок осуществляется в соответствии с требованиями методики анализа. При поставке к каждой колонке прилагается паспорт с тестовой хроматограммой.

Материал колонок

Преимущественно используются насадочные колонки двух типов: стеклянные и металлические. Металлические колонки более практичны в эксплуатации. Стеклянные колонки более хрупкие, но более инертны к анализируемым веществам. Обычно в методике анализа указываются рекомендации по использованию материала колонок.

Металлические колонки, в зависимости от состава анализируемой пробы и требований чувствительности, предлагаются из материалов: нержавеющая сталь 12Х18Н10Т (отечественная), SS316 (импортная), деактивированная нерж. сталь SS 316, at (activity tested), никель. Возможна поставка силанизированных колонок из нержавеющей стали, и колонок с внутренним кварцевым покрытием (fused silica или Silcosteel®).

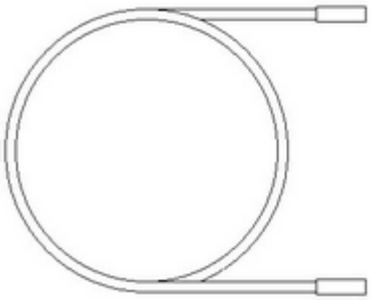
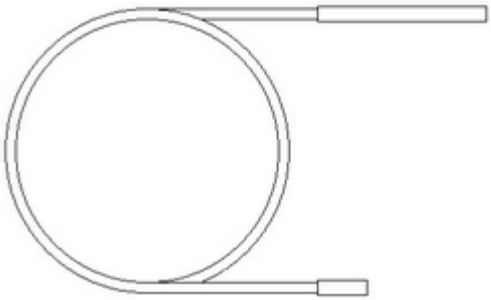
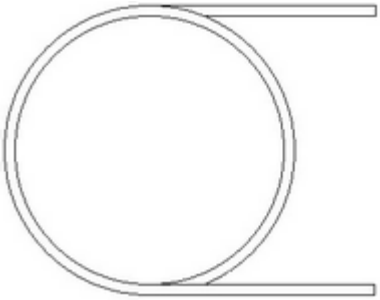
Конфигурация (тип) колонок

Металлические колонки, в зависимости от способа и места установки, имеют различную конфигурацию (тип). Колонки разных типов отличаются длиной и внешним диаметром присоединительных концов.

Все насадочные колонки, предназначенные для установки в термостат колонок, имеют расстояние между концами колонки – 163 мм.

Распространенные типы колонок, используемые в хроматографе, приведены ниже (Таблица 5.1).

Таблица 5.1 – Типы используемых колонок и их описание

Тип	Описание	Внешний вид
1	Симметричные концы диаметром 5.5 мм. Стандартные штуцеры под насадочную колонку. Графитовые или резиновые уплотнения. Гайки и муфты в комплект не входят.	
2	Концы диаметром 5.5 мм. Удлиненный входной конец для установки в испаритель (прямой ввод пробы в колонку). При установке в испаритель используется штуцер 8.652.376-06 (по заказу). Графитовые или резиновые уплотнения. Гайки и муфты в комплект не входят.	
3*	Симметричные концы диаметром 3 мм (для колонок 2 и 3мм ID) или 1/8” для соответствующей трубки. Используются для исключения влияния диффузии компонентов воздуха при анализе следов газов. Гайки и муфты из нерж. стали входят в комплект: Гайка 8.930.285, Муфта 8.658.038-01 (3мм) или Муфта 8.658.038-03 (1/8”).	
7	Внутренний диаметр 2 мм, диаметр навивки 70 мм. Используется в дополнительном термостате колонок. Металлические уплотнения. Гайки и муфты не входят в комплект.	

* Хроматограф для колонок тип 3 имеет специальные штуцеры в термостате колонок, несовместимые с обычными колонками (тип 1).

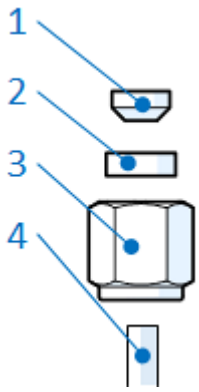
5.1.2 Подготовка уплотнительных элементов колонок

Уплотнения насадочных колонок (тип 1) отличаются по материалу: графитовые и резиновые.

Муфта 8.220.380 (резина ИРП) используется совместно с втулкой 8.223.013 и гайкой 8.930.172.

Рекомендуется использовать резиновые уплотнения при температуре не выше 240 °С.

Эксплуатация резиновых уплотнений при температуре выше 200 °С требует частой замены. Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки".



1 – муфта 8.220.380 (резина), 2 – втулка 8.223.013, 3 – гайка 8.930.172, 4 – колонка насадочная

Рисунок 5.1 – Резиновое уплотнение

Перед использованием втулки 8.220.380 рекомендуется прогреть при температуре (280-290) °С в течение 20 мин. При этой температуре поверхность резинового уплотнения "старится", в результате резиновые уплотнения "не прилипают" при высокой температуре к металлическим поверхностям.

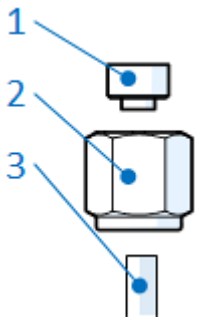
Не рекомендуется смазывать поверхности резиновых уплотнений графитом. В этом случае наряду с уменьшением "прилипания" при высоких давлениях газа-носителя возможно выдавливание колонок из резиновых уплотнений и разгерметизация газовой линии.

Состояние резиновых уплотнений рекомендуется периодически проверять. При наличии видимых следов загрязнений, деформаций или трещин уплотняющую муфту необходимо заменить.

Муфта 6.453.038 (с графитом) используется совместно с гайкой 8.930.172. Графитовые уплотнения более надежны и особенно предпочтительны при работе на высоких температурах (выше 200 °С).

Усилие затяжки гайки 8.930.172 "от руки" с последующим доворотом ключом на (30-60) градусов.

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.



1 – муфта 6.453.038 (с графитом), 2 – гайка 8.930.172, 3 – колонка насадочная

Рисунок 5.2 – Графитовое уплотнение

Перед использованием графитовые муфты 6.453.038 рекомендуется прогреть в термостате при температуре (250-300) °С в течение 30 минут для удаления органических компонентов, поглощенных графитом.

5.1.3 Подготовка устройств для установки колонки

Установка переходных штуцеров на детекторы, испарители (если необходимо) описана в соответствующих разделах части 2 РЭ.

Детектор ДТП и штуцеры линий от газовых кранов не требуют специальных адаптеров для подключения насадочных колонок.

5.1.4 Установка насадочной колонки

Перед установкой колонки, подготовить необходимые уплотнительные элементы, подсоединить соответствующие адаптеры к устройствам в соответствии с указаниями предыдущих разделов и разделов части 2 РЭ.

Расстояние между концами насадочных колонок (163±1) мм. Необходимо избегать установки стеклянной насадочной колонки, если расстояние отличается от указанного. При установке концы стеклянной насадочной колонки устанавливаются одновременно в испаритель и в детектор, колонка должна располагаться параллельно дверце термостата колонок.

При уплотнении стеклянной колонки с помощью графитовых муфт следует соблюдать осторожность во избежание ее поломки.

- На концы колонки надеть необходимые уплотнения.
- Установить колонку в штуцеры до упора. Обратить внимание на правильность установки относительно потока газа (начало колонки обычно помечено биркой).
- Плотно затянуть гайки с усилием "от руки".
- При использовании графитовых уплотнений довернуть ключом на (30-60) градусов (при использовании графитовых уплотнений в первый раз угол доворота должен быть несколько больше: до (90-120) градусов).

- При использовании металлических уплотнений колонок угол доворота составляет (30-60) градусов.

Монтаж колонки с удлиненным концом в испарителе насадочном описан в разделе 1.3.4 части 2 РЭ.

5.2 Операции с капиллярными колонками

5.2.1 Размещение колонки в термостате

Капиллярную колонку размещают внутри термостата на кронштейне 6.133.078 (Рисунок 5.3), который крепится в верхней части термостата. Для размещения трех и более колонок рекомендуется использовать кронштейн 6.133.089.

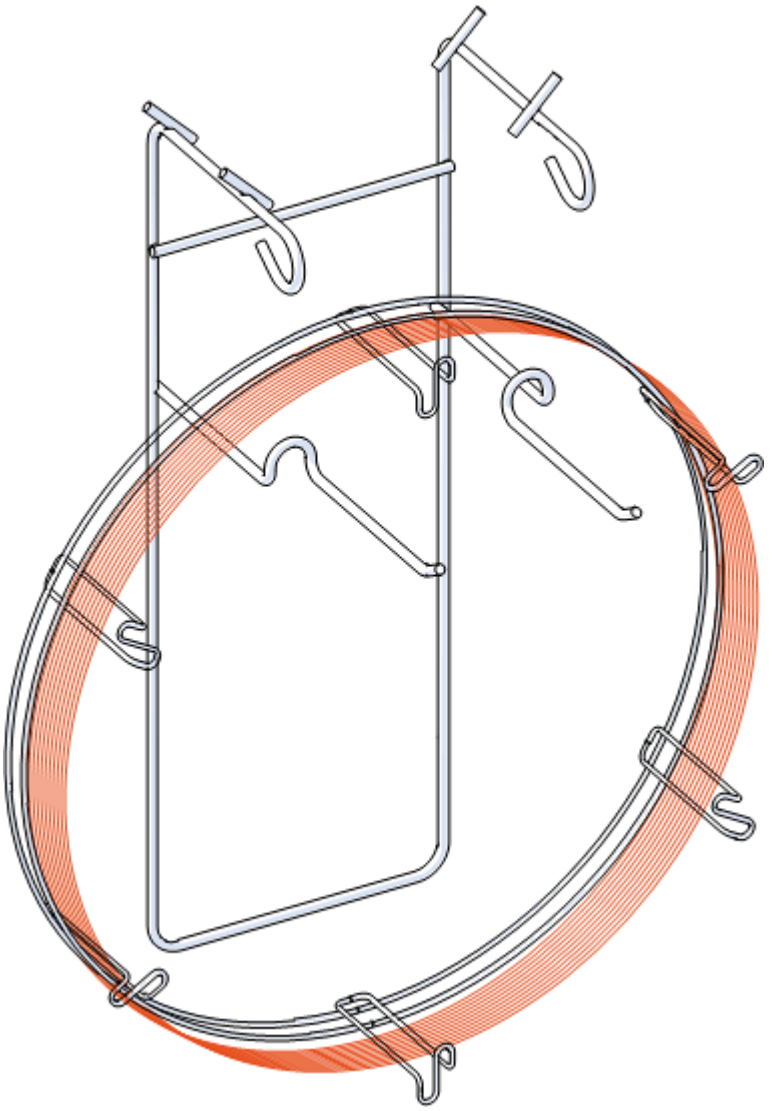


Рисунок 5.3 – Размещение капиллярной колонки на кронштейне

Колонка должна размещаться в центральной части термостата, нельзя допускать контакта секций и витков колонки со стенками термостата. При подсоединении колонки к

устройствам располагать концы таким образом, чтобы образовывались плавные витки (особенно важно для широких колонок).

5.2.2 Подготовка колонки к установке

Необходимые изделия:

- колонка капиллярная;
- гайки 8.930.339
- муфты графитовые (например, Кат. № 072626 SGE) или веспел-графит (например, Кат.№ 072663 SGE)
- гаечные ключи 7 и на 8;
- ключ разводной;
- Шаблон 6.236.249;
- безворсовая ткань;
- изопропиловый (или этиловый) спирт.

Графитовые феррулы перед установкой рекомендуется прокалить при температуре (250–300) °С в течение 30 мин. При этом будут удалены органические вещества, поглощенные графитом.

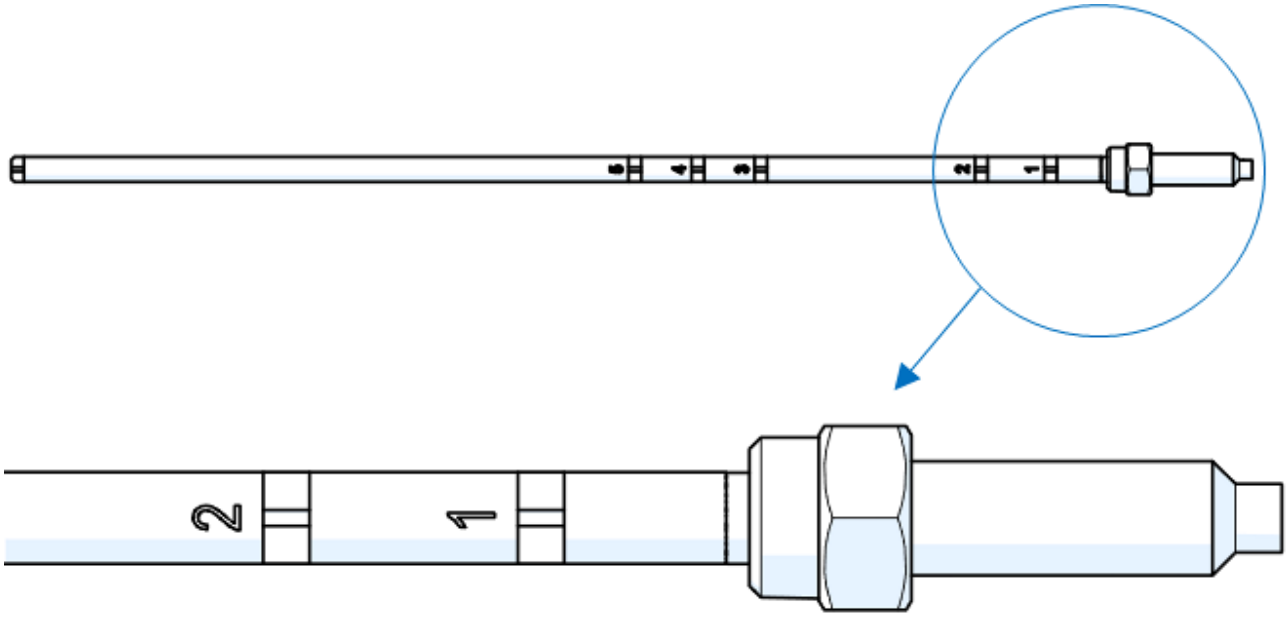


Рисунок 5.4 – Шаблон 6.236.249

Расстояния для устройств:

1. испаритель капиллярный или программируемый (лайнер 113 мм),
2. испаритель капиллярный или программируемый (лайнер 99 мм),
3. ЭЗД,
4. ТИД,
5. ПИД, Крайняя секция для МСД.

5.2.3 Установка капиллярной колонки

Процедура установки колонки с учетом особенностей конструкции устройств (испарителей, детекторов, кранов) описывается в соответствующих разделах части 2 РЭ.

Ниже приводятся общие рекомендации по установке капиллярной колонки.

Перед установкой колонки, подготовить необходимые уплотнительные элементы, подсоединить соответствующие адаптеры к устройствам в соответствии с указаниями предыдущих разделов и разделов части 2 РЭ.

В первую очередь следует присоединить колонку к испарителю (или другому порту ввода).

Порядок установки колонки:

- Надеть гайку 8.930.339 и феррулу (конусом вниз) на конец колонки, устанавливаемой в устройство.
- Отрезать конец колонки (5–20 мм). Это позволит избежать попадания графита в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин;
- Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений;
- Расположить гайку и феррулу на требуемом расстоянии (d) от конца колонки. Для удобства рекомендуется использовать шаблон 6.236.249 из комплекта ЗИП. Установить колонку в шаблон, закрутить гайку усилием "от руки". Выровнять кончик колонки по требуемой маркировке шаблона. Затем удерживая колонку в том же положении, закрутить гайку ключами в штуцере шаблона на 60 – 90 градусов таким образом, чтобы колонка была плотно зафиксирована феррулой. Использовать ключи размером 7 и 8 для уплотнения в калибре.
- Затем ослабить гайку.

№ по шаблону	Устройство	d – расстояние	
1	Испаритель	32 мм	с лайнером 113 мм
2	Испаритель	43 мм	с лайнером 99 мм
	Прямой ввод в колонку	124-0.5 мм	
3	ЭЗД	78 мм	
4	ТИД	88 мм	
5	ПИД	98 мм	
	ПФД	По упору, см. раздел 3.5.4 часть 2 РЭ	
	μ-ДТП	0.8 мм	только феррулы веспел-графит
	ФИД	20-25 мм	

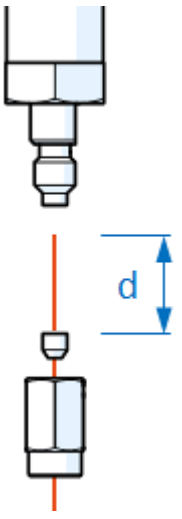


Рисунок 5.5 – Расстояние от феррулы до конца колонки

- Вставить колонку в штуцер испарителя или детектора, затянуть гайку "от руки".

- Затем подтянуть гайку ключом на 45-60 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).

После того как колонка подсоединена к испарителю и детектору, подать поток газа через капиллярную колонку, продуть колонку газом в течение 10-15 минут при комнатной температуре, затем задать рабочую температуру в термостате.

Новую колонку рекомендуется кондиционировать, как описано в разделе 5.3.

Подсоединить колонку к детектору аналогичным образом.

5.3 Кондиционирование колонок

5.3.1 Подготовка колонки к кондиционированию

Кондиционированию подвергают новые колонки и колонки, находящиеся в эксплуатации. Цель кондиционирования колонок – удаление имеющихся в колонке летучих примесей. Примеси вызывают повышение фона детектора, нестабильность базовой линии, в особенности при повышении температуры. Тяжелолетучие примеси, попадающие в колонку с загрязненной пробой, могут вызывать ухудшение разделения компонентов, затягивание заднего фронта пиков и даже необратимую сорбцию некоторых компонентов.

Перед кондиционированием важно убедиться в том, что используемый газ-носитель имеет необходимую степень чистоты. Для многих колонок крайне важным является низкое содержание кислорода. Длительное воздействие нежелательных примесей в газе-носителе при повышенной температуре может вывести колонку из строя.

Подготовка к кондиционированию выполняется следующим образом:

- колонка отключается от детектора. На входной штуцер детектора устанавливают заглушку;

При работе с детектором ПФД, колонку от детектора не отключают.

- для детектора ТИД рекомендуется задать расход водорода 0 мл/мин в режиме и отключить контроль пламени в Конфигурации;
- если колонка еще не установлена, её подключают к испарителю (или штуцеру подвода газа-носителя). Инструкции по подготовке колонок к монтажу и их установке (в частности, в испаритель) были приведены ранее.

Если колонка сильно загрязнена и необходимо тщательное кондиционирование в течение длительного времени при высокой температуре, целесообразно кондиционировать колонку с обратным потоком. Для этого конец колонки подключается к и испарителю, а начало колонки остается свободным.

При работе с детектором ДТП спирали детектора необходимо отключить.

Задание параметров температуры колонки и потоков газов при кондиционировании колонки производится аналогично заданию режима хроматографа.

В программе управления хроматографа предусмотрена возможность задания автоматического кондиционирования при включении прибора (см. раздел 3.2.1 руководства пользователя "Хроматэк Аналитик").

5.3.2 Кондиционирование насадочных колонок

Перед началом кондиционирования убедитесь в том, что через колонку установлен устойчивый поток газа-носителя.

Действия при кондиционировании насадочных колонок и условия кондиционирования:

- задать необходимый расход газа-носителя через колонку (оптимальным для кондиционирования считается расход 30 мл/мин);
- газ носитель в течение (10–15) мин продувается через колонку при комнатной температуре для удаления воздуха;
- кондиционирование колонки ведется с программированием температуры со скоростью (1–5) град./мин;
- температура кондиционирования не может быть больше максимальной температуры колонки. Обычно является достаточной температура на (20–30) градусов ниже максимальной;
- время кондиционирования колонки составляет от нескольких часов до нескольких суток (в зависимости от наполнения колонки);
- если колонка не будет использована немедленно, она удаляется из термостата. Оба конца её закрываются заглушками во избежание попадания влаги воздуха и других загрязняющих примесей.

5.3.3 Кондиционирование капиллярных колонок

Перед началом кондиционирования убедитесь в том, что через колонку установлен устойчивый поток газа-носителя.

Этапы кондиционирования капиллярных колонок:

- задать необходимый поток газа-носителя через колонку (обычно (1–2) мл/мин; для колонок диаметром 0,53 мм – до (6–8) мл/мин);
- газ–носитель в течение (10–15) мин продувается через колонку при комнатной температуре для удаления воздуха;
- кондиционирование ведется с программированием температуры. Увеличение температуры идет со скоростью (5–10) град./мин. По достижении максимальной температуры кондиционирования колонка находится в изотерме около 1 часа;
- максимальная температура кондиционирования должна быть ниже максимальной температуры колонки на (20–30) градусов;
- время кондиционирования в среднем не более 4 часов;

- если после кондиционирования колонка не будет использоваться немедленно, её вынимают из термостата, а концы закрывают заглушками во избежание попадания загрязняющих примесей.

Для некоторых колонок режим кондиционирования может отличаться от указанного. Следуйте рекомендациям производителя колонок.

5.3.4 Другие способы регенерации колонок

Если кондиционирование колонки не помогает добиться желаемых характеристик колонки можно попробовать некоторые другие операции:

Для насадочной колонки перенабить начальный участок.

Для капиллярной колонки отрезать начальный участок 20 – 30 см.

Капиллярные колонки со сшитой фазой можно промыть подходящим растворителем или их смесью.

При невозможности восстановления с помощью указанных процедур, колонку рекомендуется заменить.

5.4 Подготовка жидких и газообразных проб

5.4.1 Пробоподготовка

Пробоподготовка в хроматографическом анализе – многостадийный процесс. Она включает в себя все операции, которым подвергается проба, начиная с, собственно, пробоотбора и заканчивая вводом анализируемого вещества в хроматограф.

Процедура пробоподготовки перед анализом включается в следующих случаях:

- концентрация анализируемых веществ в пробе мала;
- проба содержит компоненты, нежелательные для попадания в хроматографическую систему;
- анализируемые вещества по своим физико-химическим свойствам являются не удобными для газовой хроматографии.

Пробоподготовка подразумевает проведение мероприятий, связанных с использованием следующих физико-химических процессов: адсорбция, абсорбция, экстракция, перегонка, хемосорбция и т.д. В случае, когда определение первоначальных веществ затруднительно, из них получают производные, пригодные для анализа.

Более подробно операции, связанные с пробоподготовкой, излагаются в методической документации на проведение анализа (МВИ, ГОСТ, РД и т.д.).

Хроматограф проходит на предприятии–изготовителе предпродажную подготовку и проверку режимов и характеристик в соответствии с методикой поверки.

Предприятие-изготовитель гарантирует точность характеристик результатов хроматографических анализов для проб, указанных в соответствующих разделах методики поверки.

Не менее важной частью подготовительных операций, которые выполняются у пользователя, являются отбор и ввод пробы. Необходимо придерживаться некоторых общих рекомендаций по отбору и вводу пробы, от которых в большой степени зависит точность получаемых результатов.

5.4.2 Подготовка жидких проб

Пробы жидкостей перед вводом в испаритель хроматографа необходимо выдержать при комнатной температуре. Исключение составляют пробы легколетучих жидкостей, с температурой кипения (15-45) °С. Такие жидкости отбирают в холодном состоянии с помощью охлажденного микрошприца. Температура отбора должна обеспечивать устойчивое жидкое агрегатное состояние отбираемой пробы без разгазирования.

Пробы высоковязких жидкостей (например, нефть) допускается разбавлять менее вязкими растворителями, не мешающими определению.

Дополнительно, при работе с микрошприцами для ввода жидких проб, рекомендуется ознакомиться с подразделом 5.5.

5.4.3 Общие рекомендации по подготовке проб газа

Температура пробоотборника с газом должна быть выше температуры его заполнения на 10 °С. Время выдержки пробоотборника при этой температуре не менее 3 часов.

При наличии в линии отбора пробы газа не продуваемых объёмов рекомендуется операция промывки: подъем давления в непродуваемом объёме до (3-4) кг/см^2 и сброс давления в не продуваемом объёме до атмосферного. Эта операция рекомендуется для удаления остатков кислорода и азота из не продуваемых объёмов при анализе их концентраций на уровне 0,01 об. %.

Однако следует иметь в виду, что для компонентов с температурой кипения выше 60 °С, а также для компонентов, склонных к сорбции на внутренних поверхностях газовых каналов, при резком сбросе давления может наблюдаться искажение концентрации в потоке. Для таких проб вслед за операцией промывки рекомендуется операция продувки умеренным постоянным расходом в течение (2-5) мин.

При наличии средств контроля расхода анализируемого газа (например, Индикатор расхода газа 5.183.004) рекомендуется кран-дозатор переводить из положения "Отбор" в положение "Анализ" не прерывая потока. Время продувки петли (дозы) крана–дозатора от 1 до 2 мин при расходе анализируемой пробы газа (30-40) мл/мин. Режимы продувки петли крана–дозатора при проведении серии анализов должны воспроизводится по времени продувки петли не хуже 10 %, по расходу анализируемой пробы газа – не хуже 20 %.

Следует иметь в виду, что при прерывании потока анализируемого газа при неисправностях крана–дозатора, выше вероятность получения заниженного результата концентраций компонентов.

При продувке петли крана-дозатора с использованием запирающей жидкости на выходе петли следует иметь в виду, что запирающая жидкость не исключает погрешности определения кислорода и азота в газе (особенно малых концентраций). Запирающая жидкость находится в контакте с воздухом помещения при равновесном распределении растворенного кислорода и азота в жидкости. При продувке петли равновесие в линии отбора пробы нарушается в сторону уменьшения концентрации над жидкостью. При прекращении продувки линии отбора пробы анализируемого газа возможна диффузия растворенного в жидкости кислорода и азота в линию отбора пробы.

При длительном перерыве в работе возможна диффузия жидкости в линию отбора пробы. Необходимо вынимать трубопровод из запирающей жидкости.

Рекомендуется использовать следующие запирающие жидкости: 22 % раствор хлорида натрия по ГОСТ13830 в дистиллированной воде по ГОСТ 6709 или смесь равных объёмов глицерина по ГОСТ6259 и дистиллированной воды.

Для ограничения потока анализируемого газа рекомендуется использовать регулируемое пневмосопротивление без не продуваемых объёмов. Манометры в линии отбора пробы рекомендуется устанавливать с продуваемой измерительной камерой.

5.5 Операции с микрошприцами

Операции с микрошприцами в соответствии с руководством по эксплуатации «Микрошприц для газовой хроматографии серии SGE-Chromatec 214.2.835.001».

5.6 Настройка конфигурации хроматографа

Хроматограф поставляется в комплектности, соответствующей газовой схеме. Газовая схема приводится в приложении Б части 3 РЭ. Первичная настройка конфигурации в соответствии с газовой схемой производится изготовителем. При настройке конфигурации устанавливаются параметры детекторов, испарителей, кранов, клапанов. Настройка производится с клавиатуры хроматографа, или из окна Панели управления программы "Хроматэк Аналитик".

Изменение некоторых параметров конфигурации хроматографа необходимо в случаях:

- замены или кондиционирования хроматографических колонок;
- установки или замены устройств (детекторов, испарителей, кранов, метанатора);
- смене рабочих детекторов;
- одновременной и независимой работе двух каналов хроматографа и в сочетании с этим, использовании двух автоматических периферийных устройств;
- замене РРГ;
- перекоммутации газовой схемы хроматографа.

Настройка конфигурации более подробно описана в разделе 3.2.1 руководства пользователя "Хроматэк Аналитик" при выполнении настройки с персонального компьютера (рекомендуется).

6 Работа с хроматографом

6.1 Управление хроматографом

Управление режимами работы хроматографа производится в форме диалога при помощи персонального компьютера (ПК) или посредством панели управления (опция) в программе "Хроматэк Аналитик". При работе в программном обеспечении "Хроматэк Аналитик" необходимо воспользоваться руководством пользователя 214.00045–51И.

Режим хроматографа формируется пользователем в соответствии с требованиями нормативной документации по проведению анализа.

При задании параметров методики следует учитывать:

- особенности построения газовой схемы хроматографа (газовая схема приводится в приложении Б части 1 данного руководства;
- конфигурационные настройки параметров хроматографа должны соответствовать газовой схеме и методике анализа (например, расположение детекторов, настройка режимов работы регуляторов расходов и т.д.).

Наблюдение рабочих и диагностических параметров хроматографа, внешних и внутренних периферийных устройств производится панели управления программы "Хроматэк Аналитик".

6.2 Проверка работоспособности

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

Рекомендуемая ежедневная практика проверки состоит в следующем:

- хроматограф включают и визуально проверяют на **отсутствие посторонних шумов** (от работающих механизмов, утечек газов);
- до задания режимов работы контролируют (по показаниям дисплея ПУ или монитора ПК) **температуры термостатов** (показания должны соответствовать температуре в помещении) и **расходы газов** (должны быть "нулевые" показания, допустимое значение – 0,3 мл/мин);
- задают методику анализа и контролируют **стабильность поддержания заданных режимов работы** (температур термостатов, расходов или давлений газов).
- В ходе проведения градуировки, выполнения анализов контролируют **стабильность базовой линии детектора** (фон детектора, амплитуду шума, дрейф базовой линии, амплитуду подъема базовой линии при программировании температуры термостата колонок), **эффективность разделения компонентов**, **сходимость** (повторяемость) результатов анализа.

При необходимости (при подозрениях на загрязненность детекторов, испарителей; при снижении чувствительности и т.д.), а также при длительных перерывах в работе рекомендуется проводить оценку как можно большего числа параметров. В этих случаях

проверку выполняют в соответствии с подразделом 6.2 "Опробование" методики поверки 214.2.840.030-03Д.

В зависимости от конфигурации хроматографа, режима работы и характера пробы показатели нормальной работы хроматографа могут существенно отличаться. Основное внимание при контроле следует уделять стабильности вышеуказанных характеристик при выполнении измерений изо дня в день.

При необходимости рекомендуется обратиться за консультацией на завод-изготовитель или к его региональному представителю.

6.3 Порядок работы

Сведения по размещению и установке хроматографа на рабочем месте, подключению газовых линий и электрических соединений приведены в Руководстве по эксплуатации, Часть "Инструкция по установке".

При работе с программным обеспечением "Хроматэк Аналитик" к началу работы должны быть проведены все предварительные настройки (установка ПО, соединение с прибором, создание рабочего проекта и т.д.). По тексту приводятся ссылки на Руководство пользователя "Хроматэк Аналитик" версия 3.0.

Перед началом работы следует выполнить необходимые процедуры раздела 5.

Ниже приводится общее описание последовательности процедур пользователя при ежедневной работе с хроматографом и сопряженными устройствами. В конкретной ситуации в зависимости от конфигурации хроматографа, метода анализа и настроек ПО, последовательность работы может отличаться.

6.3.1 Включение хроматографа

- Включают компьютер, затем включают хроматограф и сопряженные с ним устройства (при наличии). Для включения хроматографа включают тумблер блока питания на задней панели, затем нажимают кнопку включения на правой стенке хроматографа в его нижней части. При включении хроматограф проходит этап инициализации и загрузку внутреннего программного обеспечения.
- Подают питание газа-носителя в хроматограф. Для этого открывают вентиль баллона с газом носителем (против часовой стрелки). Поворотом вентиля редуктора по часовой стрелке устанавливают давление газа-носителя в диапазоне 0,4 – 0,64 Мпа (или выше до 1,00 МПа при необходимости задания более высокого давления на входе в колонку).
- При наличии пламенных детекторов включают генератор водорода и компрессор или иные источники водорода и воздуха.
- Задают режим анализа хроматографа. Задание режима хроматографа описано в разделе 4.3 руководства пользователя "Хроматэк-Аналитик". Если режим хроматографа создан ранее, передают готовый метод. После передачи режима хроматограф переходит на этап "Подготовка", выполняются расходы газов, начинают нагреваться термостаты детекторов, испарителей, других термостатируемых устройств.

- При наличии пламенных детекторов через 20-25 минут после передачи режима начинается этап "Поджиг", происходит автоматический поджиг пламени детекторов ПИД, ТИД, ПФД.

Переход на этап "Поджиг" происходит с этапа "Подготовка" при выполнении следующих условий:

- В канале присутствует хотя бы один из пламенных детекторов (ПИД, ТИД, ПФД).
- Фон хотя бы одного из пламенных детекторов ниже заданного порога в течение 10 секунд.
- В канале есть ТИД, и температура всех детекторов канала достигла заданной в режиме.
- В канале нет ТИД, и температура всех детекторов канала достигла 150 °С (включительно).
- В момент передачи режима самая низкая из температур детекторов данного канала была выше 80 °С (включительно).

Через 10 минут с момента передачи режима самая низкая из температур детекторов данного канала достигла 80 °С (включительно).

- После выхода на этап "Готовность" (все заданные параметры в норме) полезно выждать некоторое время для стабилизации дрейфа базовой линии детекторов, а при работе с программирование термостата колонок провести "холостой" анализ (без ввода пробы).
- Далее переходят к выполнению измерений.

6.3.2 Выполнение измерений

Выполнение измерений в зависимости от метода анализа и этапа работы может иметь цель:

- Выполнение градуировки;
- Выполнение анализа неизвестной пробы.

Выполнение указанных процедур детально описано в разделе 5 руководства пользователя "Хроматэк Аналитик".

Процедуры работы с хроматографом, на данном этапе следующие:

- Перед началом измерения выполняют подготовку анализируемых образцов.
- После выхода хроматографа на этап "Готовность" вводят пробу с помощью микрошприца, газового крана или иного устройства, для начала анализа одновременно нажимают кнопку Старт на панели индикации.
- По окончании этапа "Анализ" хроматограф переходит на этап "Продувка после анализа" (если задан) или "Подготовка".
- Выполняют обработку хроматограммы, при необходимости печать отчета.
- После выхода на этап "Готовность" хроматограф готов к началу следующего анализа.

В некоторых конфигурациях также выполняются этапы:

- При использовании "Предстарта", программирования расходов и давлений газов, после этапа "Подготовка" хроматограф переходит на этап "Ожидание готовности"

(попеременно мигают световые индикаторы Подготовка и Готовность). Для перехода на этап "Готовность" нажимают кнопку Старт.

- Если задан режим экономии газов или используется предстарт по какому-либо устройству, при этом следующий анализ не был своевременно начат, хроматограф переходит на этап "Ожидание". Для возврата на этап "Готовность" следует нажать кнопку "Старт" на хроматографе.

6.3.3 Завершение работы

- По окончании работы с хроматографом, перед выключением, необходимо охладить температурные зоны прибора. Для этого передают режим "Охлаждение" (см. раздел 3.6 руководства пользователя "Хроматэк-Аналитик") или нажимают кнопку Охлаждение на передней панели хроматографа (длительное нажатие в течение 5 секунд).
- После охлаждения выключают хроматограф переключив тумблер питания на правой стенке.
- Закрывают вентиль баллона с газом носителем (по часовой стрелке).
- Освобождают пружину редуктора (против часовой стрелки).
- Выключают питание всех внешних устройств.

7 Техническое обслуживание

Техническое обслуживание производится с целью обеспечения соответствия параметров и характеристик хроматографа в процессе эксплуатации.

При техническом обслуживании необходимо соблюдать меры безопасности в соответствии с разделом 2.1.

Операции технического обслуживания хроматографа и узлов приведены в соответствующих им разделах настоящего руководства.

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

Ремонт и техническое обслуживание, кроме особо оговоренных случаев, следует выполнять при отключенном электрическом питании хроматографа и перекрытых газовых магистралях.

7.1 Виды технического обслуживания

Для хроматографа предусматривается два вида технического обслуживания:

- Текущее техническое обслуживание. Выполняется оператором хроматографа.
- Периодическое техническое обслуживание. Выполняется сервис-инженером, квалификация которого подтверждена удостоверением, заверенным руководством ЗАО СКБ "Хроматэк".

Требование по проведению периодического технического обслуживания квалифицированным сервис-инженером относится исключительно к работам, проводимым в период гарантийного срока.

Работы, по техническому обслуживанию, проводимые после истечения гарантийного срока, полностью переходят в зону ответственности потребителя, если иное не оговорено договором на техническое обслуживание.

Рекомендуемая периодичность обоих видов технического обслуживания приводится из расчёта 20–30 анализов за рабочую смену продолжительностью восемь часов.

Периодичность технического обслуживания может изменяться:

- от интенсивности работы хроматографа;
- температурных режимов работы испарителей, термостата колонок и детекторов;
- характера анализируемых проб;
- факторов окружающей среды (загрязненность, температура, наличие пыли).

7.2 Текущее техническое обслуживание

Таблица 7.1 – Параметры текущего технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Общие оценки: • оценка уровня акустических шумов; • визуальная проверка состояния уплотнений; • стабильность поддержания заданных расходов газов, температур термостатов	Ежедневно
Состояние мембраны испарителя	Ежедневно
Состояние уплотняющего кольца и стеклянного лайнера испарителя	Еженедельно
Замена мембраны испарителя	По мере износа (см. раздел 1.6 части 2 настоящего РЭ)
Замена уплотнительного кольца и лайнера испарителя	По мере износа или загрязнения (см. раздел 1.6 части 2 настоящего РЭ)

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 хроматографа данные оценки могут учитываться в последующих действиях по устранению дефектов.

Узлы, которые могут являться источниками шума, имеют конструктивный запас по прочности.

Таблица 7.2 – Источники акустических шумов

Устройство	**Параметры оценки**
Электродвигатель вентилятора термостата колонок	Увеличение вибрации
Шаговый двигатель привода заслонок	При охлаждении термостата колонок вентиляционное отверстие должно быть открыто.
	При нагреве термостата колонок вентиляционное отверстие должно быть закрыто.
	Несоответствие скорости нагрева или охлаждения значениям, указанным в технических характеристиках.
Электропривод автоматических поворотных кранов	Переключения кранов должны совпадать по времени с заданными значениями.
	Отсутствие или несоответствие пиков на хроматограмме в случае, если переключения крана не произошло.

По результатам оценки провести периодическое техническое обслуживание, ремонт или замену.

7.3 Периодическое техническое обслуживание

Параметры периодического технического обслуживания (Таблица 7.3):

Таблица 7.3 – Параметры периодического технического обслуживания

Операции	**Периодичность**	**Раздел руководства, где описано**
Регенерация или замена адсорбента в газовых фильтрах	См. раздел 4.3.7	4.3.7
Проверка герметичности соединений газовых линий	Раз в полгода	4.6.4
Обслуживание испарителей (кроме замены мембраны (септы))	После снятия уплотняющего кольца и лайнера, и регенерации фильтров	Раздел 1.6 части 2 настоящего РЭ
Проверка расходов газов	Ежегодно*	4.2.3
Проверка давлений газов	Ежегодно*	4.2.4
Обслуживание детекторов	Раз в полгода	Раздел 3 части 2 настоящего РЭ
Ежегодное техническое обслуживание	Раз в год	Регламент технического обслуживания

* При подтверждении стабильности времен удерживания, степени разделения компонентов в соответствии с МВИ, данный пункт допускается не выполнять.

Замена хроматографических колонок не является операцией технического обслуживания.

Замена хроматографических колонок производится потребителем при выполнении указаний руководства по эксплуатации.

7.4 Расходные материалы для хроматографа

Срок службы расходных материалов хроматографа существенно зависит от условий эксплуатации (чистота газа-носителя, температура, характер анализируемой пробы и другие). В таблице ниже приведены распространенные расходные материалы, признаки их износа, факторы, влияющие на длительность использования материалов, и номинальный срок службы.

Таблица 7.4 – Расходные материалы для хроматографа

Наименование	**Признаки износа**	**Факторы, влияющие на срок службы**	**Номинальный срок службы. Рекомендации**
Фильтры хроматографа	Повышение фона, дрейфа, шума нулевой линии детектора, появление отрицательных пиков	Чистота очищаемого газа	6 – 12 месяцев. Регенерация сорбента, если предусмотрено конструкцией, или замена.
Уплотнительные элементы трубопроводов	Разные внешние признаки в зависимости от материалов, невозможность достичь герметичности	Правильность уплотнения (недопустимы чрезмерные усилия), частота сборки/разборки	Резиновые: до 1 года. Металл: 3 года и более, но не более 5 сборок/разборок Только замена.
Испаритель			
Мембрана испарителя	Негерметичность испарителя	Температура испарителя, диаметр иглы и тип кончика иглы	50 – 300 анализов. Только замена.
Лайнер испарителя	Ложные пики, размывание или снижение амплитуды пиков вследствие сорбции	Чистота пробы (наличие нелетучих или труднолетучих компонентов)	5 – 500 анализов. Промывка или замена.
Наполнитель лайнера (необработанная, силанизированная или кварц. вата)	Ложные пики, размывание или снижение амплитуды пиков вследствие сорбции	Чистота пробы (наличие нелетучих или труднолетучих компонентов)	5 – 500 анализов. Только замена.
Кольцо лайнера	Потеря формы, появление трещин	Высокая температура испарителя	5 – 500 анализов. Только замена.
Детекторы			
Горелка ПИД	Поломка горелки,	Аккуратность	6 – 12 месяцев.

Наименование	Признаки износа	Факторы, влияющие на срок службы	Номинальный срок службы. Рекомендации
	нестабильный поджиг или отсутствие	обращения при обслуживании. Наличие высококипящих компонентов, способных закоксовывать сопло горелки	Чистка горелки, при поломке – только замена.
Спираль поджига пламенных детекторов ПИД, ТИД, ПФД	Отсутствие или слабое свечение спирали, вследствие этого проблемы с автоматическим поджигом детектора.	Агрессивные компоненты в продуктах сгорания детектора (пары кислот и др.)	6 – 12 месяцев. Только замена.
Терморезистор ДТП	Дисбаланс сигнала ДТП, повышенная разность сопротивлений между спиралями.	Чистота газа-носителя. Наличие окислителей в пробе.	До 1 года. Только замена.
Солевой источник ТИД	Недостаточный фон ТИД при высоком расходе водорода	Расход водорода, температура детектора	3 – 6месяцев. Только замена.
Лампа ФИД	Снижение чувствительности, чистка лампы не помогает	Высокая температура, близкая к максимальной для используемой лампы. Длительность работы лампы во включенном режиме.	В соответствии с инструкцией производителя. Обычно до 500 часов для Kr-лампы, до 200 часов для Ar-лампы. Только замена.
Метанатор			
Реактив для метанатора	Слабая конверсия или отсутствие пиков CO и CO2 на ПИД после метанатора	Наличие тяжелых углеводородов, кислых газов в потоке газов, проходящих через катализатор	3 – 12 месяцев. Провести регенерацию катализатора. Если не помогает, заменить реактив.
Хроматографические колонки			
Колонка капиллярная,	Ухудшение разделения критических пар	Наличие тяжелых компонентов в	От 3месяцев до 3 лет. Провести

Наименование	Признаки износа	Факторы, влияющие на срок службы	Номинальный срок службы. Рекомендации
насадочная	компонентов, общее снижение эффективности, уменьшение времен удерживания	пробе, чистота газа-носителя, работа при температуре близкой к максимальной	кондиционирование или другие способы регенерации (см. раздел 5.3.4). При невозможности регенерации заменить колонку.
Уплотнительные элементы колонок	Разные внешние признаки в зависимости от материалов (резина – трещины и потеря упругости, графит – проседание, металл – трещины и несимметричность при обжиме), невозможность достичь герметичности	Правильность уплотнения (недопустимы чрезмерные усилия). Частота сборки/разборки. Для резиновых муфт недопустима высокая температура.	Резиновые:1-3месяца. Графитовые: до 1 года Метал: 3 года и более. Графит. и металл. уплотнения имеют ограничение по числу циклов установки сборки / разборки Только замена.
Материалы для приготовления, дозирования и ввода проб в хроматограф			
Микрошприцы для ручного ввода	Засорение иглы. Поврежденная или изогнутая игла (плунжер). Затирание плунжера Негерметичный плунжер (для газоплотных шприцев). Неудовлетворительная сходимость.	Аккуратность обращения. Регулярная промывка шприца после работы Характер пробы (вязкость, наличие солей, механических частиц и др.)	3 – 6 месяцев. Промывка плунжера и корпуса шприца. Чистка иглы и правильная подготовка кончика иглы.
Микрошприцы для автосамплера	Все указанное выше для ручного шприца.	Все указанное выше для ручного шприца. Правильная установка шприца в дозатор, настройка дозатора и установка на ГХ.	3 – 12 месяцев. Промывка плунжера и корпуса шприца. Чистка иглы и правильная подготовка кончика иглы.
Виалы	-		Разовое использование. Промывка или замена.
Септы для виал, алюминиевые колпачки для виал	-		Разовое использование. Только замена.

Каталожные номера расходных материалов для заказа зависят от конфигурации используемого оборудования и реализуемой аналитической задачи.

В настоящем разделе не описаны расходные материалы для МСД, ПРД, ГИД.

Вспомогательные материалы, реактивы

Безворсовые салфетки, хлопковые аппликаторы для чистки деталей.

Этиловый спирт для промывки деталей хроматографа в объёме до 100 мл/год. В ряде случаев этиловый спирт может быть эффективно заменен на другие органические растворители (метилацетат, ацетон).

Сильные минеральные кислоты (серная, соляная кислоты) или "Царская водка" могут быть успешно использованы для промывки лайнеров.

8 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению

Хроматограф является сложным аналитическим прибором с микропроцессорными средствами вычислительной техники, текущий ремонт которого должен выполняться предприятием–изготовителем или его региональным представителем за исключением:

- замены предохранителей;
- устранения негерметичности в газовых соединениях заменой уплотняющих прокладок;
- промывки испарителей, детекторов;
- замены изнашиваемых частей в испарителях (лайнер, уплотнительное кольцо, мембрана);
- замены регуляторов расхода газа;
- замены или регенерации сорбента газовых фильтров;
- замены или регенерации хроматографических колонок.

Контроль значений параметров, влияющих на качество хроматографического анализа, осуществляется, в основном, автоматически, и при наличии недопустимых отклонений появляются соответствующие сообщения на мониторе ПК и дисплее панели управления (включается также индикатор ДОПУСК).

Узлы и устройства входящие в состав хроматографа требуют периодического технического обслуживания. Операции технического обслуживания хроматографа и узлов приведены в соответствующих им разделах настоящего руководства.

Ниже Таблица 8.1 приведены некоторые возможные неисправности хроматографа, их причины и рекомендации по устранению.

Таблица 8.1 – Неисправности и рекомендации по их устранению

Вид неисправности	**Возможная причина**	**Рекомендация**
Отсутствуют хроматографические пики	Засорилась игла дозирующего шприца (тоже для автоматических дозаторов)	Отремонтировать (прочистить) иглу или заменить шприц
	Утечка газа в испарителе, в местах подключения колонок, нарушена герметичность мембраны испарителя	Заменить уплотняющие прокладки. Заменить мембрану
	Сломана колонка	Заменить колонку или срастить
	Низкая температура термостата колонок	Повысить температуру термостата колонок
	Низкая температура испарителя, проба не испаряется.	Повысить температуру испарителя
	Утечка газа на участке "РРГ – испаритель – колонка –детектор"	Подтянуть штуцерные соединения, заменить прокладки
	Не горит пламя в пламенных детекторах из-за утечки водорода или воздуха	Устранить утечки
	Для детектора ЭЗД, сигнал зашкалил	Тщательно отдуть газовые линии от кислорода, использовать только азот высокой степени чистоты (содержание кислорода не должно превышать 1 ppm)
Уменьшение (ниже нормы) высот пиков при нормальном времени удерживания	Утечка пробы в шприце или утечка газа на участке "колонка-детектор".	Заменить шприц, устранить утечку.
	Низкая чувствительность детектора	Промыть детектор. Проверить чистоту газов и диагностические параметры детектора.
Уменьшение (ниже нормы) высот пиков при увеличении времени удерживания	Уменьшение расхода газа – носителя в колонке из–за утечки газа на участке "РРГ – испаритель – колонка"	Устранить утечку
	Разбит лайнер испарителя	Заменить лайнер
Нестабильный дрейф нулевой линии	Загрязнение детектора, испарителя	Промыть детектор, испаритель
	Негерметичности в газовых линиях	Обнаружить и устранить

		утечки газов
	Загрязнение газа-носителя и вспомогательных газов	Сменить или регенерировать сорбент в газовых фильтрах. Заменить баллон с газом
	Низкое давление газа в баллоне (менее 0,5 МПа)	Заменить баллон с газом
Большой уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала	Хроматограф плохо заземлен	Обеспечить хорошее заземление прибора (в том числе дополнительное)
	Помехи вызваны другими расположенными рядом устройствами	Переместить на более дальнее расстояние потенциально влияющие сторонние устройства
	Причины аналогичные нестабильному дрейфу нулевой линии	
Недопустимое отклонение расхода газа по одному из каналов	Утечка газа на участке "преобразователь расхода – клапан" РРГ-10(РРГ-11). Неисправен РРГ-10 (РРГ-11)	Заменить регулятор расхода
Недопустимое отклонение напряжения на клапане РРГ	Давление на входе вне нормы	Установить требуемое значение давления газа.
	Неисправен РРГ	Заменить регулятор
	Большое пневмосопротивление колонок	Сменить сорбент в колонке
Нет сигнала детектора	Неисправен электрометрический усилитель соответствующего канала. Неисправны микроконтроллеры	Обратиться к изготовителю
	Хроматограф находится в тестовом режиме	Установить режим "Работа"
	Утечка в линиях вспомогательных газов	Устранить утечку
	Не установлены колонки или заглушки на штуцер детектора	Установить колонки или заглушки
	Неисправна свеча поджига	Заменить свечу
	Отсутствует напряжение на свече	Обратиться к изготовителю
Нет нагрева термостата колонок (заданное значение равно 0). Панель управления выдает ошибку –	Один или несколько РРГ не отрабатывает заданный расход.	Обеспечьте подачу газа-носителя в хроматограф.

"Нагрев запрещен.
Проверьте газ-
носитель".