ТЕРМОДЕСОРБЕР ТДС-1

МОДЕЛЬ ХРОМАТЭК TDA

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

214.2.393.004-03РЭ

Редакция 06.08.2026

Оглавление

Важные указания 8

1 Меры безопасности 9

1.1 Основные требования 9

1.2 Перемещение прибора 9

1.3 Заземление 9

1.4 Роботизированные механизмы 10

1.5 Высокие температуры 10

1.6 Вытяжная вентиляция 10

1.7 Газы 10

1.8 Обслуживание 11

2 Описание 12

2.1 Назначение 12

2.2 Технические характеристики 13

2.3 Комплектность 13

2.4 Устройство термодесорбера 13

2.5 Установка сорбционных трубок в лоток 18

2.6 Установка сорбционной трубки в ручном термодесорбере 19

2.7 Газовая схема 20

2.8 Работа термодесорбера при высокой температуре 21

3 Режимы работы термодесорбера 22

3.1 Режим "Анализ" 22

3.1.1 Подготовка 22
3.1.2 Готовность 22
3.1.3 Проверка герметичности 23
3.1.4 Продувка 23
3.1.5 Десорбция 23
3.1.6 Анализ 23

3.2 Режим "Кондиционирование" 23

3.3 Режим "Очистка ловушки" 24

3.4 Режим "Тест ловушки" 24

4 Подготовка к работе 25

4.1 Предварительные требования 25

4.1.1 Условия эксплуатации 25
4.1.2 Требования к рабочему месту 25
4.1.3 Требования к электропитанию 26
4.1.4 Требования к газовому питанию 26
4.1.5 Требования к компьютеру 27
4.1.6 Требования к хроматографу 27

4.2 Распаковка термодесорбера 29

4.3 Размещение термодесорбера 29

4.4 Установка манипулятора 30

4.5 Подключение газов 31

4.6 Организация сброса пробы 33

4.7 Электрические подключения 33

4.8 Подключение по Ethernet 33

4.9 Подключение термодесорбера к хроматографу 34

4.10 Установка ловушки 35

4.11 Подготовка хроматографа 35

4.12 Подключение переходной линии к хроматографу 35

4.13 Настройка программного обеспечения 35

4.13.1 Установка программного обеспечения 36
4.13.2 Настройка сетевого адреса компьютера 39
4.13.3 Настройка соединения 43
4.13.4 Задание конфигурации 44

4.14 Настройка манипулятора 46

4.14.1 Настройка координат лотка 46
4.14.2 Настройка координат позиции съема заглушек 47
4.14.3 Настройка механизма съема заглушек 49
4.14.4 Настройка позиции трубки в термостате 49
4.14.5 Настройка механизма нагревателя 51
4.14.6 Настройка механизма зажима трубки 51

5 Работа с термодесорбером 53

5.1 Включение термодесорбера 53

5.2 Работа с дисплеем 53

5.3 Просмотр и настройка системных параметров 54

5.3.1 Настройка системных параметров 54
5.3.2 Настройка времени и даты 55
5.3.3 Просмотр версии программы 56
5.3.4 Настройка подключения Ethernet 56
5.3.5 Режим энергосбережения 57

5.4 Создание метода 58

5.4.1 Параметры режима "Анализ" 60
5.4.2 Параметры режима "Кондиционирование" 62
5.4.3 Параметры режима "Очистка ловушки" 62
5.4.4 Параметры режима "Тест ловушки" 63

5.5 Редактирование метода 63

5.6 Удаление метода 64

5.7 Работа с ручным термодесорбером 64

5.8 Работа с последовательностью 65

5.8.1 Создание последовательности 66
5.8.2 Запуск последовательности 67
5.8.3 Прекращение выполнения последовательности 67
5.8.4 Приостановление последовательности 67

5.9 Управление термодесорбером с помощью программы "Хроматэк Аналитик" 68

5.9.1 Просмотр состояния 68
5.9.2 Планировщик 69
5.9.3 Создание метода 70
5.9.4 Работа с ручным термодесорбером 76
5.9.5 Работа с планировщиком 77

5.10 Проверка готовности к использованию 80

5.10.1 Кондиционирование сорбционной трубки 80
5.10.2 Очистка ловушки 81
5.10.3 Проверка термодесорбера 81

5.11 Выключение термодесорбера 83

6 Разработка методики анализа 84

6.1 Принцип термодесорбции 84

6.2 Применение термодесорбции 85

6.3 Цели разработки методики 85

6.4 Выбор сорбционных трубок 86

6.5 Кондиционирование сорбционных трубок 88

6.6 Выбор ловушки 89

6.7 Очистка ловушки 90
6.8 Тест ловушки 90
6.9 Отбор пробы 91
6.9.1 Активный отбор пробы 91
6.10 Анализ твердых проб 96
6.11 Хранение трубок 97
6.12 Параметры работы термодесорбера 98
6.12.1 Температура десорбции 98
6.12.2 Расход продувочного газа 99
6.12.3 Время десорбции 99
6.12.4 Нижняя температура ловушки 99
6.12.5 Верхняя температура ловушки 100
6.12.6 Скорость нагрева ловушки 100
6.12.7 Время нагрева ловушки 100
6.12.8 Продувка трубки 100
6.12.9 Температура крана 101
6.12.10 Температура переходной линии 101
6.12.11 Расход газа-носителя 101
6.12.12 Деление потока 101
6.12.13 Резервная трубка 102
6.12.14 Герметичность 102
6.13 Градуировка 102
6.13.1 Градуировка по стандартным газовым смесям 102
6.13.2 Градуировка по жидким смесям 103
6.14 Общие рекомендации по проведению анализа 106
7 Техническое обслуживание 107
7.1 Виды технического обслуживания 107
7.2 Текущее техническое обслуживание 107
7.2.1 Очистка поверхностей термодесорбера 107
7.2.2 Очистка узла съема колпачков 108
7.2.3 Проверка чистоты отверстия переходной линии 108
7.3 Периодическое техническое обслуживание 109
7.3.1 Замена мембраны испарителя 109
7.3.2 Проверка герметичности газовых линий 110
7.3.3 Замена сорбционной трубки 111
7.3.4 Замена уплотняющих колец 111
7.3.5 Замена фильтра 114
7.3.6 Замена ловушки и колец уплотнения ловушки 115

7.3.7 Замена иглы переходной линии 119
7.3.8 Замена предохранителей 120
7.3.9 Внешний осмотр корпуса ловушки 121

8 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению 122

8.1 Неудовлетворительная повторяемость результатов параллельных измерений 122

8.2 Уширение пиков или появление "хвостов" 123

8.3 "Треугольные" пики 124

8.4 Раздвоение пиков 124

8.5 Ложные пики 124

8.6 Отсутствие пиков на хроматограмме 126

8.7 Аппаратные неисправности 127

8.8 Сообщения об ошибках 130

9 Транспортирование и хранение 132

10 Гарантии изготовителя 132

11 Сведения о рекламациях 133

12 Приложение 134

Важные указания

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для ознакомления с термодесорбером ТДС-1, модель Хроматэк TDA (далее – термодесорбер или TDA) и обеспечения его правильной эксплуатации.

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

В соответствующих разделах руководства по эксплуатации приведены указания, которые необходимо выполнять при эксплуатации и обслуживании термодесорбера.

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



Данный символ предупреждает об опасности ожога. Он наносится на верхнюю крышку термодесорбера (предупреждает о горячих поверхностях).



Данный символ предупреждает об опасности взрыва при использовании водорода.

1 Меры безопасности

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

Перед установкой, эксплуатацией и обслуживанием термодесорбера прочтите все инструкции к прибору. Следуйте всем предупреждениям, указанным на приборе и в соответствующей документации.

1.1 Основные требования

Термодесорбер предназначен только для лабораторного использования.

Использование термодесорбера не по прямому назначению, указанному в настоящем руководстве, нарушает защитные функции прибора и может привести к его повреждению.

Работа со снятыми кожухами запрещается!

При длительных перерывах в работе термодесорбер следует отключать от электросети и перекрывать газовые магистрали.

1.2 Перемещение прибора

Вес термодесорбера составляет 30 кг. Если он превышает вашу подъемную способность, перемещайте термодесорбер вдвоем. Поднимайте и устанавливайте прибор только за основание.

Перед перемещением термодесорбера убедитесь, что все сорбционные трубки удалены из лотка. Перед перемещением прибора боковые стенки должны быть установлены и надежно закреплены.

1.3 Заземление

Термодесорбер должен быть заземлен. Заземление осуществляется с помощью сетевой вилки и дополнительного заземления. Контакт ⊥ сетевой розетки для подключения термодесорбера и клемма дополнительного заземления должны быть соединены с контуром внешнего заземления с помощью медных проводов сечением не менее 1,5 мм^2. Для дополнительного заземления используют кабель 6.644.056.

1.4 Роботизированные механизмы

Не трогайте движущиеся части термодесорбера!

Избегайте попадания рукавов, элементов одежды и других объектов в движущиеся части прибора!

1.5 Высокие температуры



Термодесорбер содержит нагреваемые зоны, которые могут иметь высокую температуру: термостат сорбционной трубки, кран-переключатель, ловушка.

Во избежание получения ожога, не прикасайтесь к этим узлам во время работы термодесорбера.

Перед техническим обслуживанием нагреваемых зон дождитесь их охлаждения до комнатной температуры.

1.6 Вытяжная вентиляция

При анализе токсичных и опасных соединений во время нормальной работы TDA некоторая часть пробы может быть выброшена наружу через вентиляционные каналы для пробы. Обязательно выводите выхлопные газы в вытяжной шкаф.

1.7 Газы

При работе с водородом, горючими, вредными и агрессивными газами должны соблюдаться меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91, а также меры, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем (в соответствии со спецификой применяемых веществ) на основании ГОСТ 12.1.007-76.

При работе с газами, которые обычно находятся в баллонах под давлением до 15 МПа (150 атм) следует руководствоваться "Правилами устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением" ПБ 03-576-03.

1.8 Обслуживание

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

Печатные платы термодесорбера могут быть повреждены электростатическим разрядом. Не прикасайтесь к печатным платам без необходимости. Если необходимо заменить печатную плату или отключить/подключить разъемы, наденьте заземленный браслет и примите другие антистатические меры предосторожности.

2 Описание

2.1 Назначение

Термодесорбер предназначен для извлечения летучих веществ, предварительно сконцентрированных в сорбционной трубке. Дополнительное концентрирование пробы в ловушке позволяет проводить фокусирование перед ее направлением в хроматографическую колонку.

Термодесорбер поставляется в двух вариантах комплектации:

- 214.2.393.004-03 Термодесорбер с загрузчиком (автоматический)
- 214.2.393.004-04 Термодесорбер без загрузчика (ручной)

Термодесорбер исполнения 214.2.393.004-03 является автоматическим вариантом и имеет лоток вместимостью 50 трубок, а также манипулятор, обеспечивающий режиме перенос и установку трубок из лотка в термостат сорбционной трубки по заданной программе.

Исполнение термодесорбера 214.2.393.004-04 позволяет в ручном режиме работать только с одной сорбционной трубкой. Данное исполнение не имеет лотка и манипулятора. Возможна модернизация ручного термодесорбера до автоматического варианта. При дополнительном приобретении загрузчика 214.6.060.014 термодесорбер становится автоматическим вариантом и имеет лоток вместимостью 50 трубок, а также манипулятор, обеспечивающий режиме перенос и установку трубок из лотка в термостат сорбционной трубки по заданной программе (термодесорбер исполнения 214.2.393.004-03).

Термодесорбер может поставляться с дополнительной опцией "Резервная трубка". Данная опция позволяет осуществлять деление потока во время десорбции пробы с ловушки.

Эксплуатация термодесорбера осуществляется в закрытых взрыво– и пожаробезопасных лабораторных помещениях при температуре окружающего воздуха от 15 до 32 °С, относительной влажности не более 80 %, атмосферном давлении от 84 до 107 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.), содержании примесей в окружающем воздухе в пределах санитарных норм, регламентированных ГОСТ 12.1.005-88.

Электрическое питание термодесорбера осуществляется от сети переменного тока напряжением ($220\ ^{-22}_{+22}$) В, частотой (50/60±1) Гц.

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

По безопасности термодесорбер соответствует требованиям ГОСТ IEC 61010-1-2014, ГОСТ IEC 61010-2-010-2013, ГОСТ IEC 61010-2-081-2013.

2.2 Технические характеристики

Технические характеристики и комплектность термодесорбера приведены в паспорте 214.2.393.004-03(-04)ПС.

2.3 Комплектность

Термодесорбер содержит изделия и документы, приведенные в паспорте.

В комплект поставки термодесорбера не входят сорбционные трубки, ловушки, заглушки и другие материалы, которые могут понадобиться при выполнении анализов. Данные материалы поставляются отдельно и их набор зависит от решаемой аналитической задачи.

2.4 Устройство термодесорбера

Термодесорбер может содержать непринципиально модернизированные части в соответствии с новыми разработками или может быть подвергнут несущественным доработкам, которые не влияют на технические характеристики и требования безопасности.

Основные функциональные узлы термодесорбера:

- манипулятор сорбционных трубок (для комплектации 214.2.393.004-03);
- лоток (для комплектации 214.2.393.004-03);
- термостат сорбционной трубки;
- ловушка;
- кран-переключатель;
- переходная линия;
- регуляторы расхода;
- клапаны;
- источник питания;
- контроллер;
- дисплей.

На лицевой панели термодесорбера расположен дисплей.

В верхней части автоматического термодесорбера (214.2.393.004-03) расположен лоток для размещения сорбционных трубок и манипулятор их перемещения.

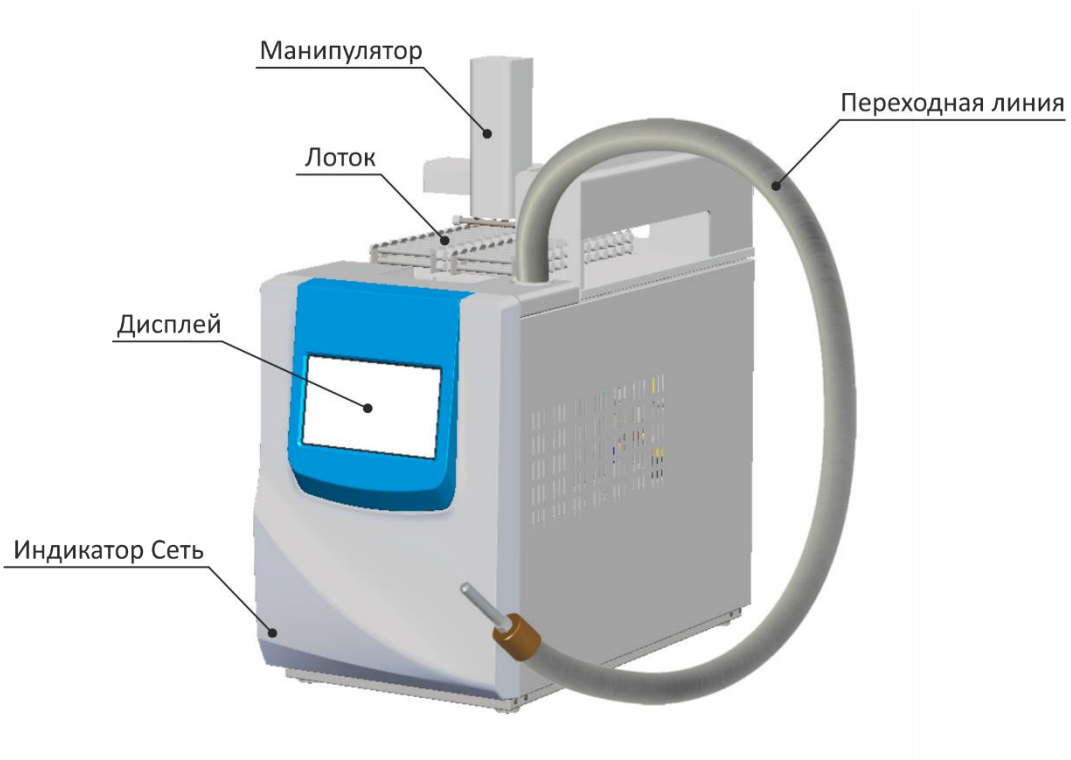


Рисунок 2.1– Автоматический термодесорбер. Общий вид

Ручной вариант термодесорбера (214.2.393.004-04) не имеет лотка и манипулятора. В остальном ручной термодесорбер не отличается от автоматического.

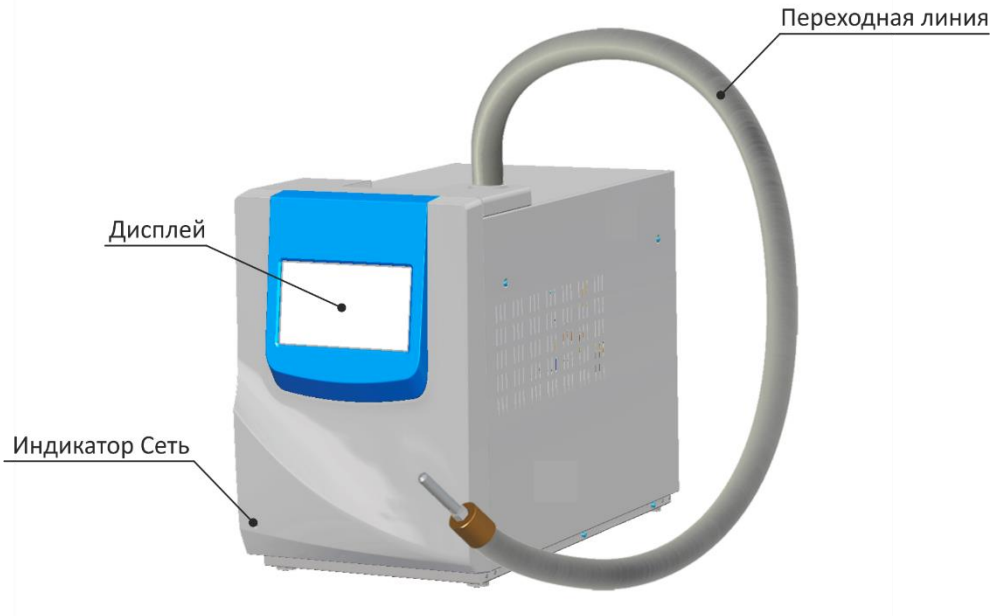


Рисунок 2.2– Ручной термодесорбер. Общий вид

Термодесорбер также имеет следующие механические узлы, расположенные под верхней крышкой (Рисунок 2.3):

- узел съема заглушек;
- узел перемещения сорбционной трубки;
- узел уплотнения сорбционной трубки;
- термостат сорбционной трубки.

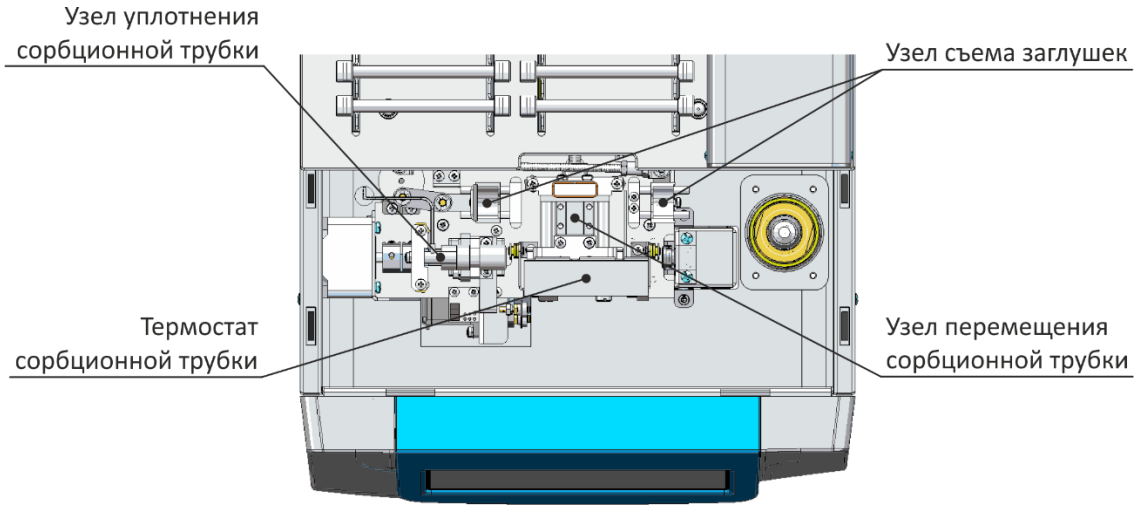


Рисунок 2.3– Механические узлы

Лоток. Используется для размещения сорбционных трубок. Вместимость лотка – 50 трубок. Подробное описание размещения сорбционных трубок в лотке описано в разделе 0.

Манипулятор. Предназначен для перемещения сорбционных трубок из лотка в узел съема заглушек.

Загрузчик объединяет в себе лоток и манипулятор. Он устанавливается в верхней части термодесорбера.

Узел съема заглушек. Используется для съема заглушек с сорбционной трубки перед ее установкой в термостат.

Узел перемещения сорбционной трубки. Обеспечивает перемещение сорбционной трубки из узла съема заглушек в узел уплотнения сорбционной трубки.

Узел уплотнения сорбционной трубки. Предназначен для герметичной установки сорбционной трубки в линию продувочного газа.

Термостат сорбционной трубки. Предназначен для десорбции анализируемых компонентов с трубки, заполненной сорбентом. Термостат представляет собой корпус с нагревателем, в который помещается сорбционная трубка.

Ловушка. Обеспечивает концентрирование анализируемых компонентов. Ловушка представляет собой стеклянную трубку, заполненную сорбентом. Во время десорбции веществ с сорбционной трубки ловушка охлаждается с помощью элементов Пельтье до температуры ниже окружающей среды. Во время ввода пробы с помощью нагревателя

ловушка быстро разогревается, обеспечивая передачу анализируемых соединений в хроматографическую колонку.

Кран-переключатель. Двухпозиционный поворотный 6-ти портовый термостатируемый кран обеспечивает переключение потоков газа-носителя и продувочного газа.

Переключение крана осуществляется с помощью привода. Положение крана ("Десорбция" или "Анализ") контролируется датчиками.

Переходная линия. Используется для передачи пробы из ловушки в хроматографическую колонку. Во избежание конденсации определяемых компонентов температура переходной линии поддерживается постоянной в диапазоне от 40 до 350°С.

Регулятор расхода газа-носителя. Формирует расход газа-носителя в переходной линии. Расход газа-носителя задается в диапазоне от 0 до 200 мл/мин и поддерживается постоянным на всех этапах работы термодесорбера.

Регулятор расхода продувочного газа. Формирует расход продувочного газа, проходящего через сорбционную трубку и ловушку. Расход продувочного газа задается в диапазоне от 0 до 200 мл/мин и устанавливается автоматически во время этапов продувки, десорбции, кондиционировании сорбционной трубки и очистки ловушки.

Клапаны. Обеспечивают переключение потоков газов. Нормальное положение клапанов (без подачи напряжения) – закрытое.

Источник питания. Формирует необходимые питающие напряжения составных частей термодесорбера.

Контроллер. Обеспечивает хранение алгоритмов работы, параметров методик, задание и поддержание температур термостата сорбционной трубки, ловушки, крана-переключателя, переходной линии, расхода газов, управление приводом крана, клапанами, а также связь термодесорбера с хроматографом.

Дисплей. Используется для задания и контроля рабочих параметров термодесорбера.

В задней части прибора расположены штуцеры газов и электрические подключения (Рисунок 2.4).

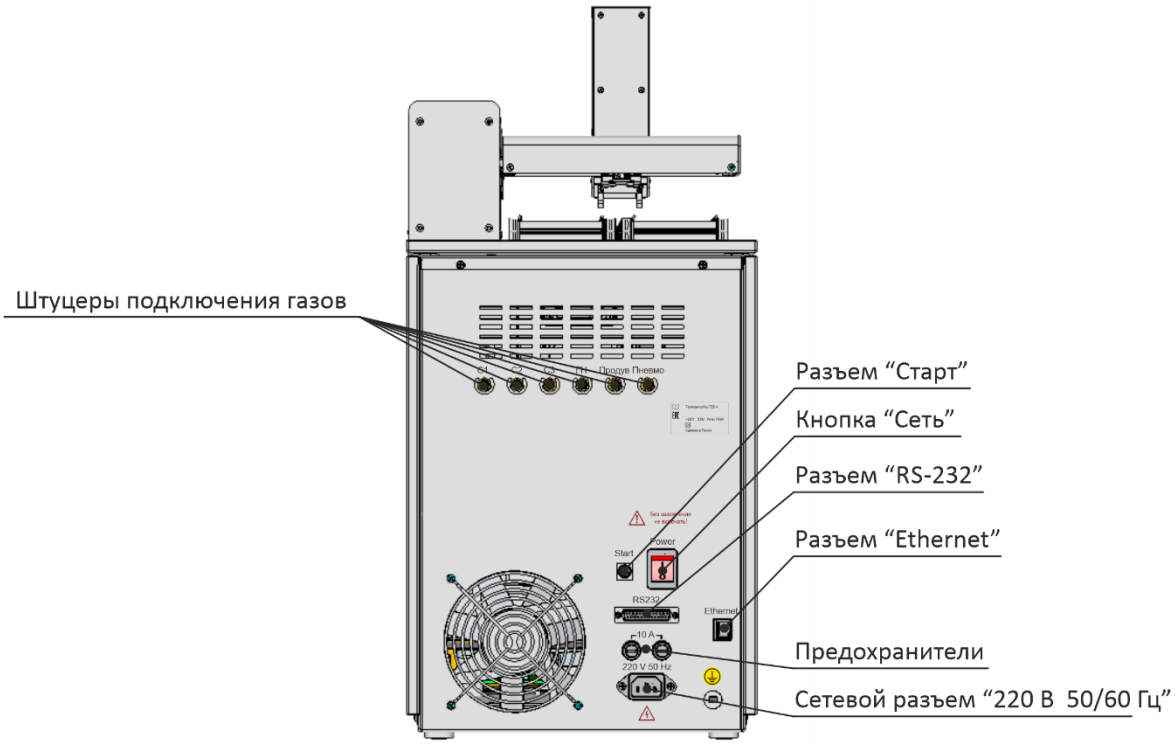


Рисунок 2.4 – Термодесорбер. Вид сзади

Разъем Старт – Разъем Mini DIN 8 pin для подключения термодесорбера к ГХ.

Кнопка Сеть – Включение и выключение термодесорбера.

Разъем RS-232 – Сервисный разъем, не используется для подключения к ГХ или ПК.

Разъем Ethernet – RJ45 разъем для подключения к локальной сети.

Предохранители – Два предохранителя (10 А / 250 V).

Сетевой разъем – Подключение к электрической сети переменного тока ($220\ ^{-22}_{+22}$) В, 50/60 Гц.

2.5 Установка сорбционных трубок в лоток

Настоящий раздел применим при работе с автоматическим термодесорбером.

При работе с термодесорбером используют сорбционные трубки длиной 89 мм и внешним диаметром 6,35 мм. Трубки могут быть изготовлены из стекла или нержавеющей стали.

Для правильной работы манипулятора внешняя поверхность сорбционных трубок должна быть свободной от посторонних материалов. Все материалы, например, наклейки, метки, остатки скотча и т.д. должны быть полностью удалены с поверхности сорбционных трубок перед их установкой в лоток.

Перед установкой сорбционной трубки в лоток ее достают из контейнера или снимают с нее заглушки для хранения (п.6.11). После этого на сорбционную трубку устанавливают заглушки 6.433.075 (Рисунок 2.5).

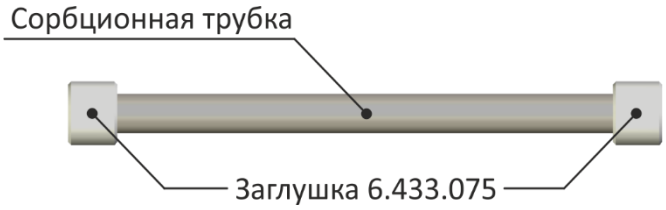


Рисунок 2.5 – Установка заглушек на сорбционную трубку

Установку сорбционных трубок в лоток следует производить до задания последовательности и передачи режима в термодесорбер.

Не устанавливайте и не убирайте трубки из лотка во время работы манипулятора!

Каждая трубка имеет маркировку или стрелку с направлением потока. Сорбционные трубки устанавливают в лоток таким образом, чтобы маркировка находилась в правой части трубки, а стрелка показывала направление справа налево. Сорбционные трубки в лотке располагаются в два ряда, при этом нижняя сорбционная трубка будет иметь меньшую нумерацию, чем верхняя (Рисунок 2.6).

В лотке в позицию "P" сорбционные трубки не устанавливать! Данная позиция предназначена для перекладывания сорбционных трубок при работе манипулятора.

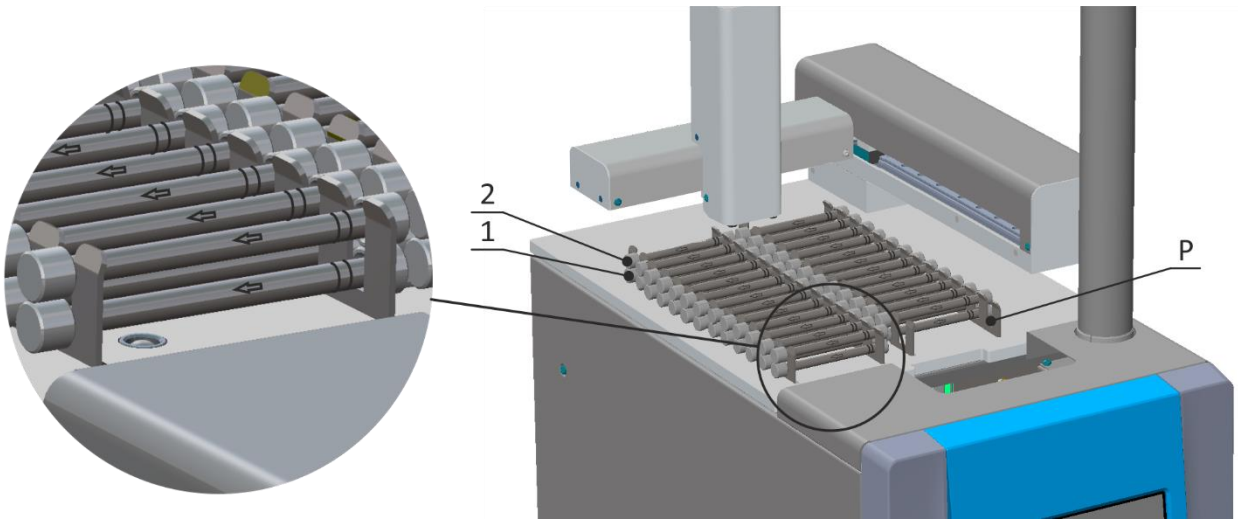


Рисунок 2.6 – Установка сорбционных трубок в лоток

После анализа трубки возвращаются в лоток в нагретом состоянии. Не трогайте трубки пока они не охладятся до комнатной температуры.

2.6 Установка сорбционной трубки в ручном термодесорбере

Используемые при работе с термодесорбером сорбционные трубки не должны содержать на поверхности посторонние материалы, например, наклейки, метки, остатки скотча и т.д.

Порядок установки сорбционной трубки:

- Достать сорбционную трубку из контейнера или снять с нее заглушки для хранения (п. 6.11).
- Установить на сорбционную трубку аналитические заглушки 6.433.075.
- Поместить сорбционную трубку в узел съема заглушек таким образом, чтобы маркировка находилась в правой части трубки, а стрелка показывала направление справа налево (Рисунок 2.7).

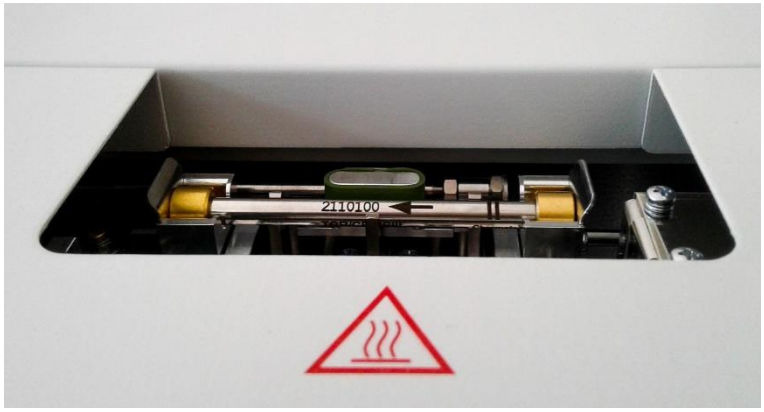
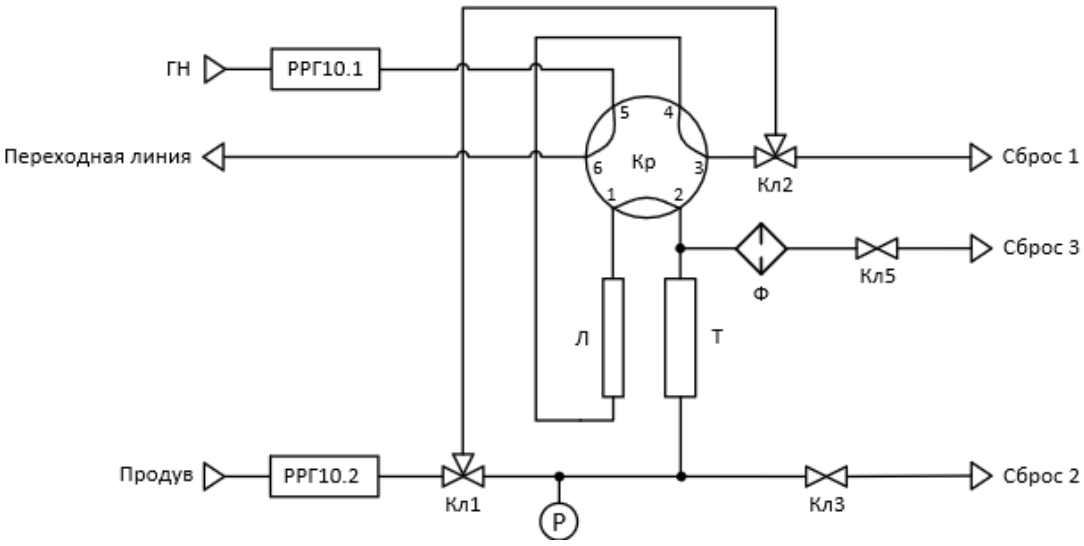


Рисунок 2.7 – Установка сорбционной трубки в узел съема заглушек

После анализа трубки находятся в нагретом состоянии. Не трогайте трубки пока они не охладятся до комнатной температуры. Настоятельно рекомендуется использовать пинцет 8.892.008 из комплекта ЗИП для доставания трубки.

2.7 Газовая схема

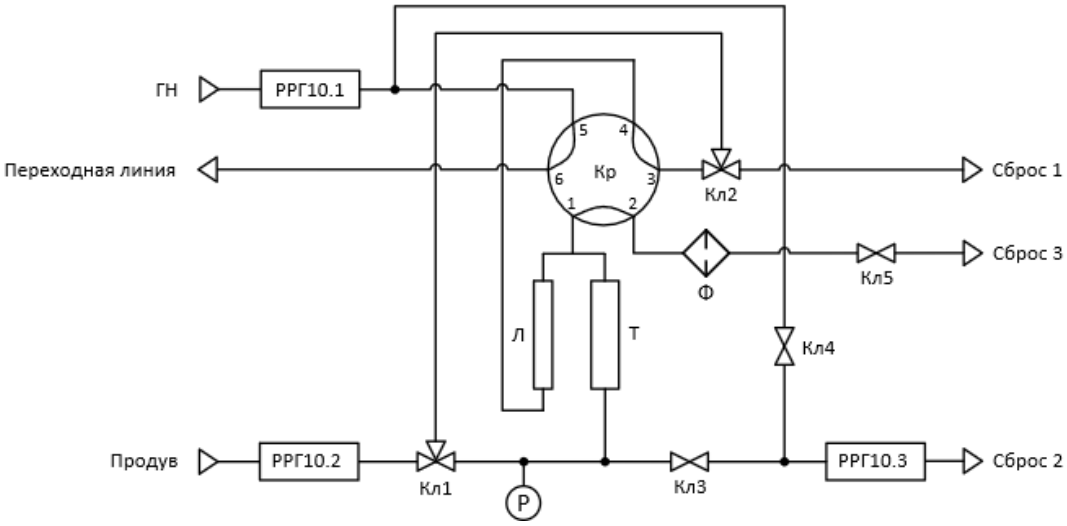
Схема газовая принципиальная термодесорбера без опции "Резервная трубка":



Кл1 – Кл5 – Клапаны; Кр – Кран-переключатель; Л – Ловушка; РРГ10.1 – Регулятор расхода газа-носителя; РРГ10.2 – Регулятор расхода продувочного газа; Т – Трубка сорбционная; Ф – Фильтр.

Рисунок 2.8 – Схема газовая принципиальная

Схема газовая принципиальная термодесорбера с опцией "Резервная трубка":



Кл1 – Кл5 – Клапаны; Кр – Кран-переключатель; Л – Ловушка; РРГ10.1 – Регулятор расхода газа-носителя; РРГ10.2 – Регулятор расхода продувочного газа; РРГ10.3 – Регулятор расхода сбросного газа; Т – Трубка сорбционная; Ф – Фильтр.

Рисунок 2.9 – Схема газовая принципиальная

2.8 Работа термодесорбера при высокой температуре

Герметизация сорбционных трубок в устройстве уплотнения осуществляется с помощью резиновых колец. В комплекте с прибором поставляются кольца 8.685.176 и 8.685.177, которые имеют максимальную рабочую температуру 330 °С. Стоит отметить, что при температуре выше 300 °С срок службы данных колец значительно сокращается. Поэтому, в случае установки температуры термостата сорбционной трубки или температуры крана выше 300 °С рекомендуется использовать высокотемпературные кольца (8.685.176-01 и 8.685.177-01).

3 Режимы работы термодесорбера

В термодесорбере возможно задание нескольких режимов работы: Анализ, Кондиционирование, Очистка ловушки, Тест ловушки.

Режим **Анализ** используется для проведения десорбции анализируемых соединений с сорбционной трубки, фокусировки пробы в охлаждаемой ловушке и последующем вводе компонентов в хроматограф. В режиме "Анализ" работа термодесорбера осуществляется в следующей последовательности:

- подготовка,
- готовность,
- проверка герметичности,
- продувка,
- десорбция,
- анализ.

Режим **Кондиционирование** применяется для очистки сорбционных трубок путем их нагрева в потоке продувочного газа.

Режим **Очистка ловушки** используется для удаления загрязнителей с сорбента фокусирующей ловушки.

Режим **Тест ловушки** применяется для проверки чистоты ловушки. В этом режиме осуществляется нагрев ловушки с направлением потока газа-носителя через ловушку в хроматограф.

3.1 Режим "Анализ"

3.1.1 Подготовка

На этапе "Подготовка" устанавливаются заданные значения расхода газа-носителя, температура крана, температура переходной линии и нижняя температура ловушки. Продувочный газ через сорбционную трубку не идет. Кран находится в положении "Десорбция". Термостат сорбционной трубки охлаждается до температуры окружающей среды после нагрева в предыдущем анализе.

3.1.2 Готовность

Термодесорбер переходит на этап "Готовность" только после охлаждения термостата сорбционной трубки до температуры продувки. Например, если в методе задана температура продувки 20 °C, а температура окружающей среды 25 °C, то термодесорбер не сможет перейти в "Готовность".

На этапе "Готовность" сорбционная трубка устанавливается в термостат термодесорбера.

3.1.3 Проверка герметичности

После установки сорбционная трубка проверяется на герметичность путем измерения падения давления в газовой линии. Если падение давления составляет более установленного значения (по умолчанию 1 кПа или 0,2 psi), то выдается сообщение об ошибке "Тест на герметичность не пройден", текущая сорбционная трубка возвращается в лоток и осуществляется анализ следующей трубки в последовательности.

3.1.4 Продувка

Продувка используется для удаления из сорбционной трубки воздуха и влаги перед проведением десорбции. Поток продувочного газа направляется таким образом, чтобы воздух и влага выдувались на сброс без попадания их в ловушку.

3.1.5 Десорбция

После проверки продувки устанавливается расход продувочного газа и температура термостата сорбционной трубки. Установленные значения выдерживаются в течение заданного времени десорбции.

На этом этапе анализируемые вещества потоком продувочного газа переносятся из сорбционной трубки в охлаждаемую ловушку, в которой происходит их концентрирование.

3.1.6 Анализ

Кран переходит в положение "Анализ", устанавливается верхняя температура ловушки и поддерживается в течение заданного времени.

На этапе "Анализ" анализируемые вещества десорбируются с ловушки и уносятся потоком газа-носителя через переходную линию в хроматографическую колонку.

При работе с делением потока на выходе ловушки проба разделяется и часть ее направляется через трубку на сброс.

Деление потока можно использовать для улавливания части пробы на текущую или новую сорбционную трубку для последующего анализа.

3.2 Режим "Кондиционирование"

Кондиционирование сорбционных трубок используется для удаления примесей с сорбента, чтобы трубки были полностью готовы к последующему отбору пробы.

В данном режиме сначала проверяется герметичность сорбционной трубки, затем устанавливается заданный расход продувочного газа и температура термостата сорбционной трубки. Установленные значения поддерживаются в течение времени очистки трубки.

Максимальная длительность кондиционирования каждой сорбционной трубки, задаваемая в программе – 24 ч.

3.3 Режим "Очистка ловушки"

Очистка ловушки позволяет удалять летучие примеси с сорбента. Данный режим рекомендуется проводить, если была установлена новая ловушка или термодесорбер не эксплуатировался в течение длительного времени.

В данном режиме устанавливается заданный расход продувочного газа и температура ловушки. Установленные значения поддерживаются в течение времени очистки ловушки.

Максимальная длительность очистки ловушки – 15 мин.

3.4 Режим "Тест ловушки"

Тест ловушки используется после проведения очистки ловушки для подтверждения ее чистоты. Также рекомендуется проводить тест ловушки перед запуском последовательности анализов, чтобы удостовериться в чистоте аналитической системы.

В режиме "Тест ловушки" устанавливается заданный расход газа-носителя, кран переходит в положение "Анализ", устанавливается заданная температура ловушки и поддерживается в течение определенного времени.

4 Подготовка к работе

Установка и подключение термодесорбера обычно проводится сервисным инженером СКБ Хроматэк или лицом, прошедшем соответствующее обучение. Информация, приведенная в данном разделе, предназначена для опытных пользователей.

Необходимые инструменты

- Отвертка PH 1 (крестовая)
- Отвертка SL 4 (прямая)
- Ключ 8 мм
- Ключ 10 мм
- Ключ 7812-0371 ГОСТ 11737-93 (Г-образный, шестигранный)
- Резак 6.899.004 (для металлических трубок)

4.1 Предварительные требования

4.1.1 Условия эксплуатации

Эксплуатация термодесорбера осуществляется в закрытых лабораторных помещениях при температуре окружающего воздуха от 15 до 32 °С, относительной влажности не более 80 %, атмосферном давлении от 84 до 107 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.).

Термодесорбция является очень чувствительным методом анализа. Устанавливайте термодесорбер в помещении, в воздухе которого отсутствуют фоновые органические загрязнения, а также коррозионно-активные вещества (кислоты, щелочи, оксиды азота, оксиды серы и т.д.).

4.1.2 Требования к рабочему месту

Термодесорбер размещают на лабораторном столе, который должен выдерживать вес термодесорбера, хроматографа и другого оборудования, если оно также располагается на данном столе.

Таблица 4.1 – Габаритные размеры и масса термодесорбера

Ширина, мм	345
Глубина, мм	550
Высота, мм	630
Масса, кг	30

Убедитесь в том, что поверхность стола устойчива. Поскольку в термодесорбере используются автоматически движущиеся узлы, обратите внимание на отсутствие вибраций, создаваемых оборудованием вблизи места размещения термодесорбера.

Расстояние между задней стенкой термодесорбера и стеной помещения должно быть не менее 30 см. Рекомендуется иметь проход с задней стороны термодесорбера для подключения газовых магистралей и технического обслуживания.

Для исключения риска пожара на расстоянии 30 см от термодесорбера не допускается размещение горючих и легковоспламеняющихся веществ и материалов.

Убедитесь, что место установки позволяет легко отключить термодесорбер и отсоединить шнур питания в случае чрезвычайной ситуации.

4.1.3 Требования к электропитанию

Электрическое питание термодесорбера осуществляется от сети переменного тока напряжением (220^{-22}_{+22}) В, частотой (50/60±1) Гц. Максимальная потребляемая мощность термодесорбера 700 Вт.

Термодесорбер должен быть заземлен. Заземление осуществляется с помощью сетевой вилки и дополнительного заземления. Контакты "⊥" сетевых розеток должны быть заземлены (соединены с контуром внешнего заземления) с помощью медных проводов сечением не менее 1,5 мм^2.

Не подключайте термодесорбер к электрической сети, к которой подключен холодильник, электродвигатели и прочее оборудование, способное генерировать электрические помехи.

4.1.4 Требования к газовому питанию

Термодесорбер имеет два независимых газовых канала – газ-носитель и продувочный газ. В качестве газа-носителя должен быть использован инертный газ (гелий, азот, водород, аргон), который подключен к газовому хроматографу. Продувочный газ может отличаться от газа-носителя. Обратите внимание, что в качестве продувочного газа не допускается использование водорода.

Подключаемые газы должны соответствовать следующим требованиям:

- Чистота не менее 99,999 %, содержание углеводородов не более 0,00005 %.
- Входное давление от 0,40 до 0,62 МПа.
- При работе с газами в баллонах под давлением используйте двухступенчатый редуктор с металлической диафрагмой, например, РДБ-2-0.6 (214.5.882.003).
- Подключение газов к термодесорберу обеспечивают медными или стальными трубками наружным диаметром 3,2 мм (1/8'').
- Расстояние от источника газа до термодесорбера, по возможности, должно быть минимальным. Избегайте использования большого количества переходников для соединения трубопроводов.
- Если источник газа расположен на значительном расстоянии от термодесорбера, а также в случае питания нескольких приборов используйте стальной трубопровод диаметром 6,35 мм (1/4'') для подвода газа к лабораторному столу, на котором будет размещен термодесорбер.

Для исключения попадания в ловушку примесей, содержащихся в инертном газе, на входе в термодесорбер по линии продувочного газа рекомендуется установить фильтры для улавливания влаги, углеводородов и кислорода.

4.1.5 Требования к компьютеру

Программное обеспечение работает на компьютерах под управлением операционной системы Windows. Ниже приведены минимальные требования к компьютеру.

Таблица 4.2 – Минимальные требования к компьютеру

Параметр	**Значение**
Версия Windows	7, 8.x, 10
Оперативная память, Гб, не менее	4
Процессор Intel или AMD, год выпуска не ранее	2013
Разрешение монитора, не менее	1024 x 768
Свободное место на жестком диске, Гб, не менее	100
Свободный порт	Ethernet
Дополнительное оборудование	Клавиатура и мышь

4.1.6 Требования к хроматографу

В случае подключения термодесорбера к хроматографу "Хроматэк-Кристалл", версия прошивки должна быть 03.21.17.754 и выше.

Переходная линия термодесорбера подключается к испарителю газового хроматографа. Соответственно, хроматограф должен иметь свободный SSL (Split/Splitless) испаритель. Гайка для подключения переходной линии к хроматографу "Хроматэк-Кристалл" входит в состав комплекта ЗИП. Для подключения переходной линии к сторонним хроматографам необходимы гайки, поставляемые отдельно по заказу (Таблица 4.3).

Таблица 4.3 – Гайки фиксации переходной линии на испарителе

Модель хроматографа	**Описание**	**Каталожный номер**
Хроматэк-Кристалл 2000М, 5000, 9000	Гайка	8.936.107 (Хроматэк)
Agilent 6890, 7820, 7890, 8860, 8890	Гайка	8.936.121 (Хроматэк)
Thermo Trace 1300, 1310, 1600, 1610	Гайка	8.936.114 (Хроматэк)
Shimadzu GC-2030	Гайка	8.936.123 (Хроматэк)
PerkinElmer 590, 690, 2400	Гайка	8.936.125 (Хроматэк)

С целью оптимального ввода пробы в испаритель устанавливают лайнер с узким внутренним диаметром. Каталожные номера лайнеров приведены в таблице ниже**Ошибка! Закладка не определена.**.

Таблица 4.4 – Рекомендуемые лайнеры

Модель хроматографа	**Описание**	**Каталожный номер**
Хроматэк-Кристалл 2000М, 5000, 9000	Лайнер, внутренний диаметр 1.2 мм	7.352.066 (Хроматэк)
Agilent 6890, 7820, 7890, 8860, 8890	Inlet liner, direct, 1.5 mm ID	18740-80200 (Agilent)
Thermo Trace 1300, 1310, 1600, 1610	Direct straight liner, 1.2 mm ID	453A1335 (Thermo)
Shimadzu GC-2030	Liner, 1.3 mm ID	227-35327-03 (Shimadzu)
PerkinElmer 590, 690, 2400	Straight Inlet Liner, 1 mm ID	N6502037 (PerkinElmer)

Для синхронизации ввода пробы и начала анализа хроматограф должен иметь свободный разъем внешнего старта. При отсутствии свободных портов используют разветвители или Y-кабели (Таблица 4.5).

Таблица 4.5 – Разветвители и Y-кабели внешнего старта

Модель хроматографа	**Описание**	**Каталожный номер**
Хроматэк-Кристалл 2000М, 5000, 9000	Адаптер (подключение TDA и МСД к разъему DETECTOR)	5.104.036 (Хроматэк)
Agilent 6890, 7820, 7890, 8860, 8890	Y remote start cable (подключение двух устройств к разъему REMOTE)	G1530-61200 (Agilent)
Thermo Trace 1300, 1310, 1600, 1610	Y shape cable (подключение двух устройств к разъему AUTOSAMPLER HANDSHAKE)	23043623 (Thermo)

Кабель внешнего старта к хроматографу "Хроматэк-Кристалл" входит в комплект ЗИП. В случае подключения термодесорбера к сторонним хроматографам требуются кабели, поставляемые по заказу (Таблица 4.6).

Таблица 4.6 – Кабели внешнего старта

Модель хроматографа	**Описание**	**Каталожный номер**
Хроматэк-Кристалл 2000М, 5000, 9000	Кабель	6.644.146 (Хроматэк)
Agilent 6890, 7820, 7890, 8860, 8890	Кабель	6.644.777-04 (Хроматэк)
Thermo Trace 1300, 1310, 1600, 1610	Кабель	6.644.777-05 (Хроматэк)
Shimadzu GC-2030	Кабель	6.644.777-10 (Хроматэк)

Модель хроматографа	Описание	Каталожный номер
PerkinElmer 590, 690, 2400	Кабель	6.644.777-10 (Хроматэк)

4.2 Распаковка термодесорбера

Распакуйте термодесорбер, а также дополнительные аксессуары и проверьте соответствие упаковочному листу.

В случае каких-либо повреждений свяжитесь с сервисной службой Хроматэк. Претензии по поводу повреждения при транспортировке должны быть незамедлительно поданы перевозчику.

4.3 Размещение термодесорбера

Термодесорбер устанавливают на лабораторном столе слева от хроматографа, чтобы переходная линия не мешала движению манипулятора.



Для эффективного охлаждения электронных узлов минимальное расстояние между термодесорбером и хроматографом должно быть не менее 5 см. При этом необходимо учитывать длину переходной линии, которая составляет 1 м.

Расстояние между задней стенкой термодесорбера и стеной помещения должно быть не менее 30 см.

4.4 Установка манипулятора

Настоящий раздел применим при установке автоматического термодесорбера.

- Установить манипулятор на верхнюю часть термодесорбера.

При правильной установке стойки на корпусе термодесорбера совпадают с отверстиями в подставке манипулятора, а разъем в нижней части манипулятора соответствует разъему на корпусе термодесорбера.

- Зафиксировать манипулятор с помощью двух винтов М4х14 DIN 965 (Рисунок 4.1).

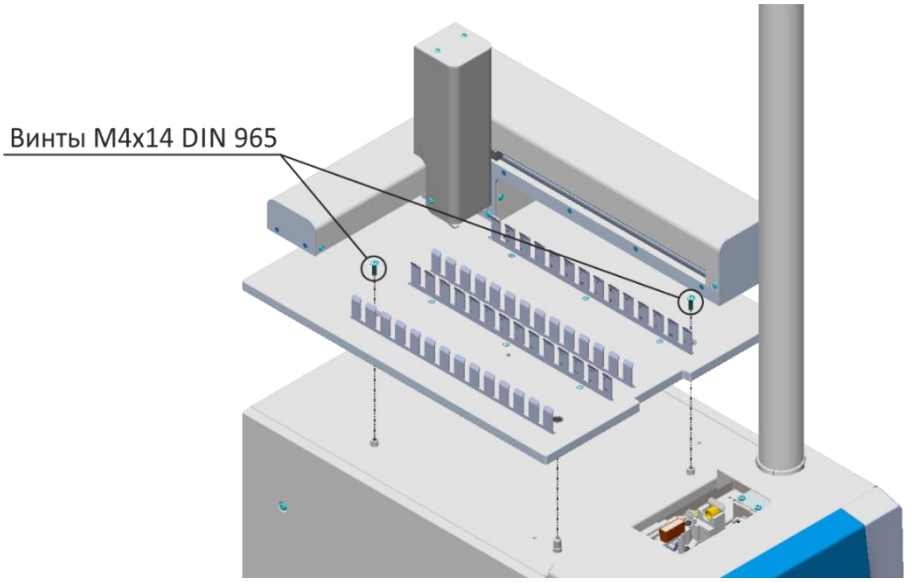


Рисунок 4.1 – Установка манипулятора

- На манипуляторе установить скобу 8.668.406 и зафиксировать ее винтами М3х10 DIN 912 (Рисунок 4.2).



Рисунок 4.2 – Установка скобы

4.5 Подключение газов

Максимально допустимое давление газа на входе в термодесорбер – 0,62 МПа.

Для подключения газов к термодесорберу используйте чистые медные или стальные трубки. С целью удаления загрязнений с металлических трубок прогрейте их в термостате и пропустите через них чистый инертный газ.

На наружной поверхности трубок не должно быть царапин, вмятин или трещин. Торцы подключаемых трубок должны быть ровными.



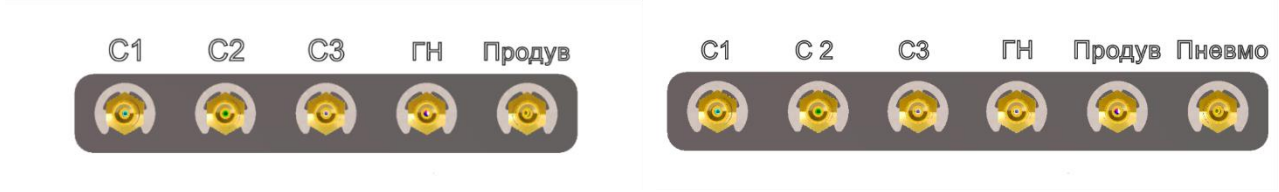
Не используйте водород в качестве продувочного газа!

При использовании в качестве газа-носителя баллона с водородом по газовой линии между редуктором и термодесорбером устанавливают огнепреградитель.

При использовании водорода в качестве газа-носителя при высокой температуре может происходить гидрирование реакционноспособных и непредельных компонентов.

Термодесорбер имеет отдельные штуцеры для подключения газа-носителя и продувочного газа. Таким образом, вы можете использовать различные газы для десорбции с сорбционной трубки и ловушки. Однако, в случае отличия продувочного газа от газа-носителя, на хроматограмме будет регистрироваться пик продувочного газа.

Подключить газовые линии к входным штуцерам термодесорбера, расположенным в задней части прибора (Рисунок 4.3).



Термодесорбер с электрическим краном Термодесорбер с пневматическим краном

Рисунок 4.3 – Газовые штуцеры

- К штуцеру "ГН" подключить газ-носитель, который используется в газовом хроматографе.

Тип газа-носителя в термодесорбере и хроматографе должен быть одинаковым.

- К штуцеру "Продув" подключить продувочный газ, который будет применяться при проведении десорбции с сорбционной трубки. Тип продувочного газа может отличаться от газа-носителя.

- Со штуцеров "С1", "С2" и "С3" открутить заглушки и оставить их свободными.
- В случае установки в термодесорбере пневматического крана, к штуцеру "Пневмо" подключить источник сухого и чистого воздуха (например, безмасляный компрессор Fini Siltek S/6). Для подключения воздуха используется трубопровод 6.457.338, на штуцер "Пневмо" устанавливается трубка 8.236.064 с втулкой 8.220.272-01. Давление воздуха в пневматической линии должно составлять 0,25–0,30 МПа.

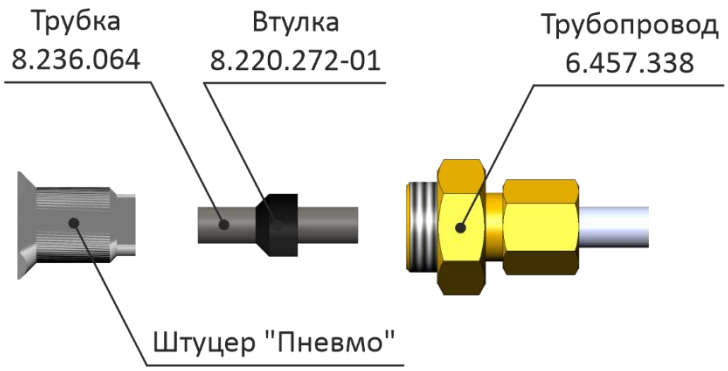
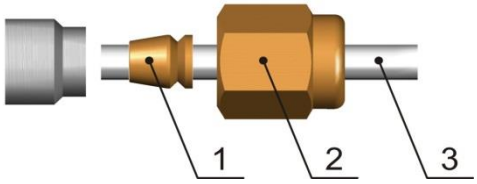


Рисунок 4.4 – Подключение пневматической линии

Соединение трубопроводов выполняется с помощью муфт из латуни или нержавеющей стали (Рисунок 4.5). После закручивания гайки вручную до упора она затягивается гаечным ключом на ¾ оборота (270 °). При повторном уплотнении гайка закручивается вручную до упора и подтягивается ключом на 60 °.

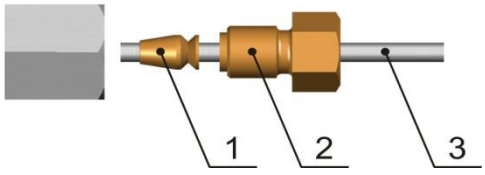


а)

1 – Муфта 8.658.038-02 (латунь) или 8.658.038-03 (нерж. сталь)

2 – Гайка 8.930.167 (латунь, резьба М8)

3 – Трубка диаметром 3,2 мм



б)

1 – Муфта 8.658.039 (латунь) или 8.658.039-01 (нерж. сталь)

2 – Гайка 8.930.161 (латунь, резьба М6) или 8.930.286 (нерж. сталь, резьба М6)

3 – Трубка диаметром 1,6 мм

Рисунок 4.5 – Соединение трубопроводов

После подключения газовых линий к термодесорберу следует проверить их герметичность (п. 7.3).

4.6 Организация сброса пробы

При работе с токсичными и вредными веществами при десорбции, очистке трубок или ловушки данные соединения могут выделяться по каналам сброса пробы. В этом случае к штуцерам сброса пробы (С1 – С3) в задней части термодесорбера подключают трубопроводы, которые выводят в вытяжной зонт или шкаф.

4.7 Электрические подключения

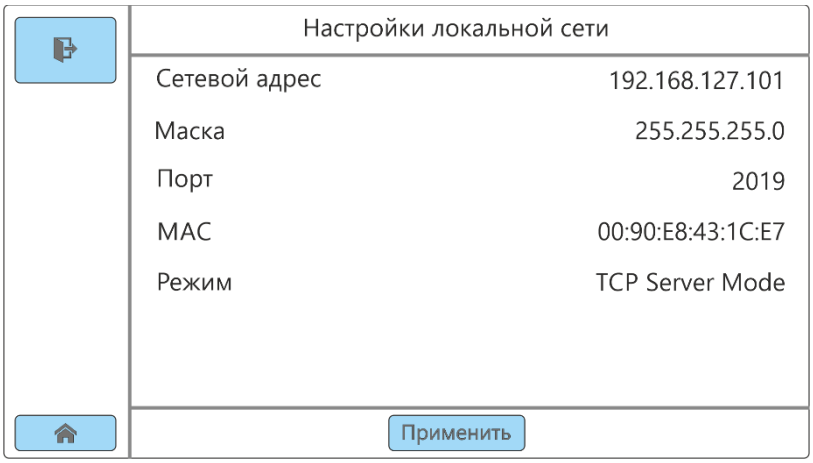
Электрическое питание термодесорбера осуществляется от сети переменного тока напряжением ($220\ ^{-22}_{+22}$) В, частотой (50/60±1) Гц.

Для подключения термодесорбера к сети электропитания используют сетевой шнур SCZ-1.

4.8 Подключение по Ethernet

С целью управления работой термодесорбера с ПК необходимо обеспечить подключение термодесорбера и ПК в одну локальную сеть. Для подключения применяется патч-корд кабель UTP кат.5e.

- Подключить патч-корд кабель к разъему "Ethernet" термодесорбера.



- Нажмите иконку **Система** в основном меню.
- Нажмите иконку **Сеть**.

Задайте следующие параметры:

- **Сетевой адрес** – IP адрес. Термодесорбер поставляется с установленным по умолчанию IP-адресом вида 192.168.127.XXX. При подключении термодесорбера к компьютеру через свитч последний номер XXX должен быть индивидуален для каждого компьютера и не совпадать с сетевыми адресами хроматографа, термодесорбера и других сетевых устройств. В случае использования маршрутизатора IP-адрес назначается сетевым администратором.
- **Маска** – Маска подсети, указывают 255.255.255.0.

- **Порт** – Номер порта. При подключении через свитч указывают порт 2019. В случае использования маршрутизатора номер порта назначается сетевым администратором.
- **MAC** – Идентификатор сетевого интерфейса (MAC-адрес). Установлен производителем и его изменение невозможно.
- **Режим** – Для подключения термодесорбера к локальной сети выберите **TCP Server Mode**.

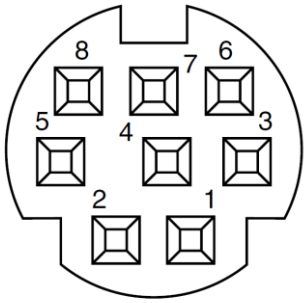
- Нажмите кнопку **Применить**.

4.9 Подключение термодесорбера к хроматографу

Подключение термодесорбера к хроматографу серии "Хроматэк-Кристалл" осуществляют через разъем "START", расположенный на задней панели прибора.

- Кабелем 6.644.146 соедините разъем "START" термодесорбера с разъемом "SAMPLER" хроматографа.

Соединение термодесорбера с хроматографами других производителей производят с помощью кабеля 6.644.777 (в комплект поставки не входит), который с одной стороны имеет разъем MDN-8M. Данный разъем подключают к разъему "START" на задней панели термодесорбера. Провода с другой стороны кабеля соединяют с соответствующими проводами кабеля внешнего старта хроматографа.



Контакт	Цвет провода	Описание
1	(Красный)	Старт ГХ (выход)
2	(Зеленый)	Готовность TDA (выход)
3	(Черный)	Общий
4	(Оранжевый)	Не используется
5	(Синий)	Готовность ГХ (вход)
6	(Коричневый)	Не используется
7		Не используется
8		Не используется

Старт ГХ – сигнал от термодесорбера в хроматограф для старта анализа (обязательно).

Готовность TDA – сигнал от термодесорбера в хроматограф о готовности термодесорбера (не обязательно).

Готовность ГХ – сигнал от хроматографа в термодесорбер о готовности хроматографа (обязательно). Если хроматограф не выдает сигнал готовность, то контакты 3 и 5 должны быть замкнуты.

4.10 Установка ловушки

Термодесорбер поставляется с установленной ловушкой Tenax TA. Если необходимо использовать ловушку с другим сорбентом, замените ее согласно п. 7.3.6.

4.11 Подготовка хроматографа

В данном разделе описана процедура подготовки хроматографа "Хроматэк – Кристалл". При подключении термодесорбера к хроматографам сторонних производителей используется другой тип лайнера и гайки (п. 4.1.6).



Для предотвращения получения ожога охладите испаритель хроматографа.

- Установить в испаритель хроматографа лайнер 7.352.066.
- Заменить гайку мембраны испарителя 6.482.013 на гайку 8.936.107.

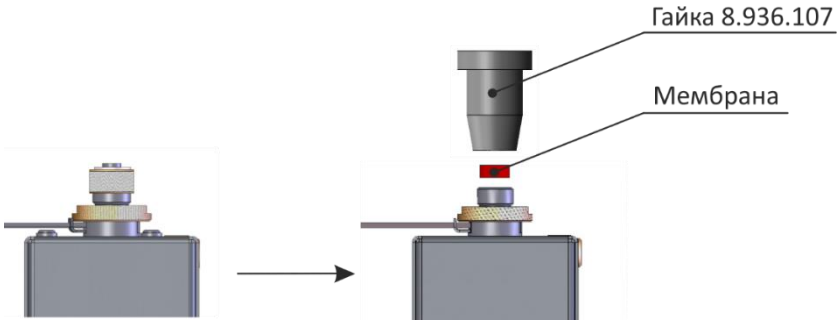


Рисунок 4.6 – Подготовка к работе испарителя хроматографа

4.12 Подключение переходной линии к хроматографу

Перед подключением переходной линии к хроматографу необходимо проверить чистоту отверстия иглы (п. 7.2.3).

Порядок подключения переходной линии к хроматографу:

- Ослабить гайку 8.936.107 испарителя хроматографа.
- Вставить иглу переходной линии в гайку 8.936.107.
- Закрутить гайку 8.936.107 "от руки".

4.13 Настройка программного обеспечения

Для управления термодесорбером с помощью персонального компьютера используется программа **Панель управления**.

Версия Панели управления должна быть 2.0.2407.2300 и выше.

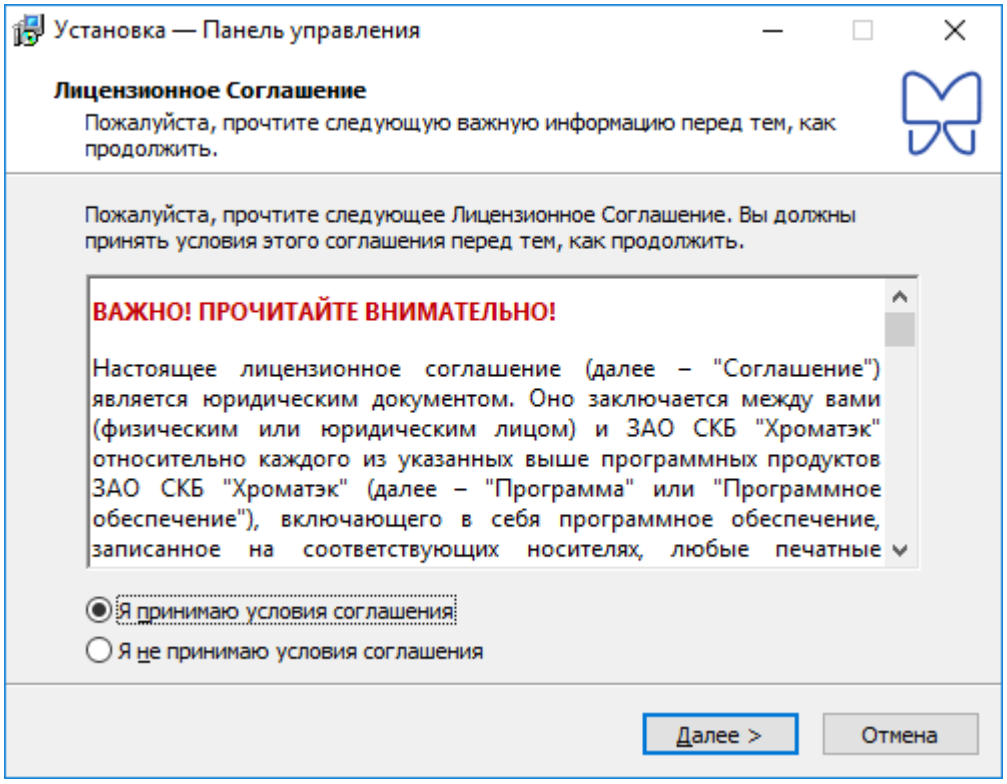
4.13.1 Установка программного обеспечения

Подключить к компьютеру USB-накопитель с дистрибутивом программного обеспечения.

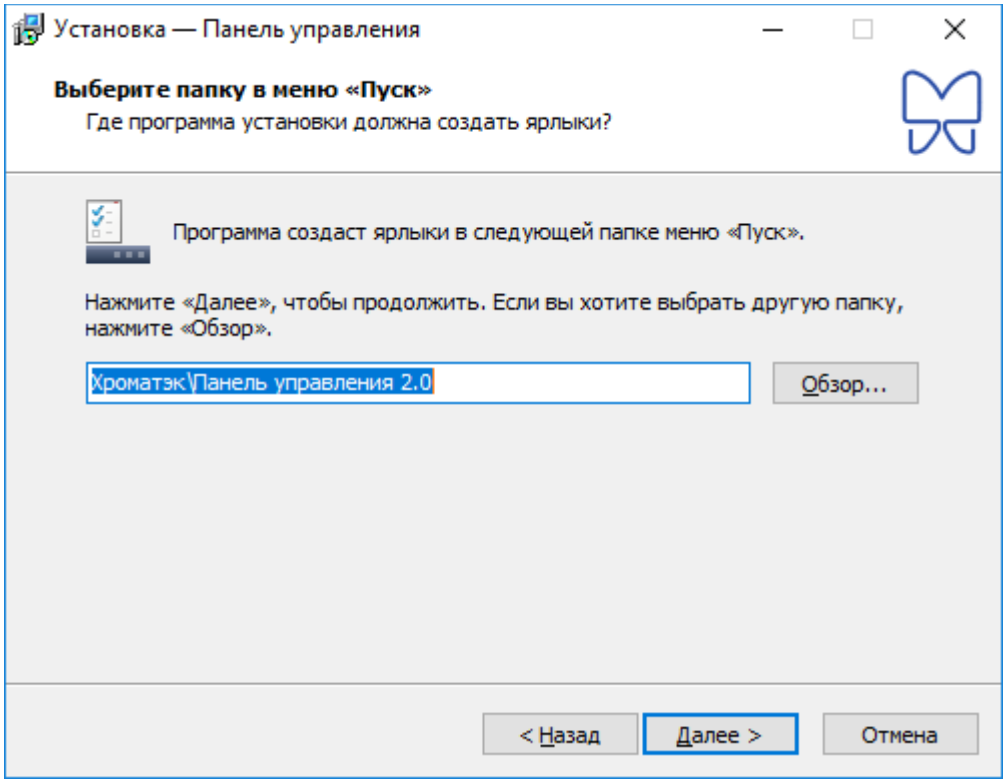
В проводнике выбрать USB-накопитель и запустить на исполнение файл **setup.exe**.

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

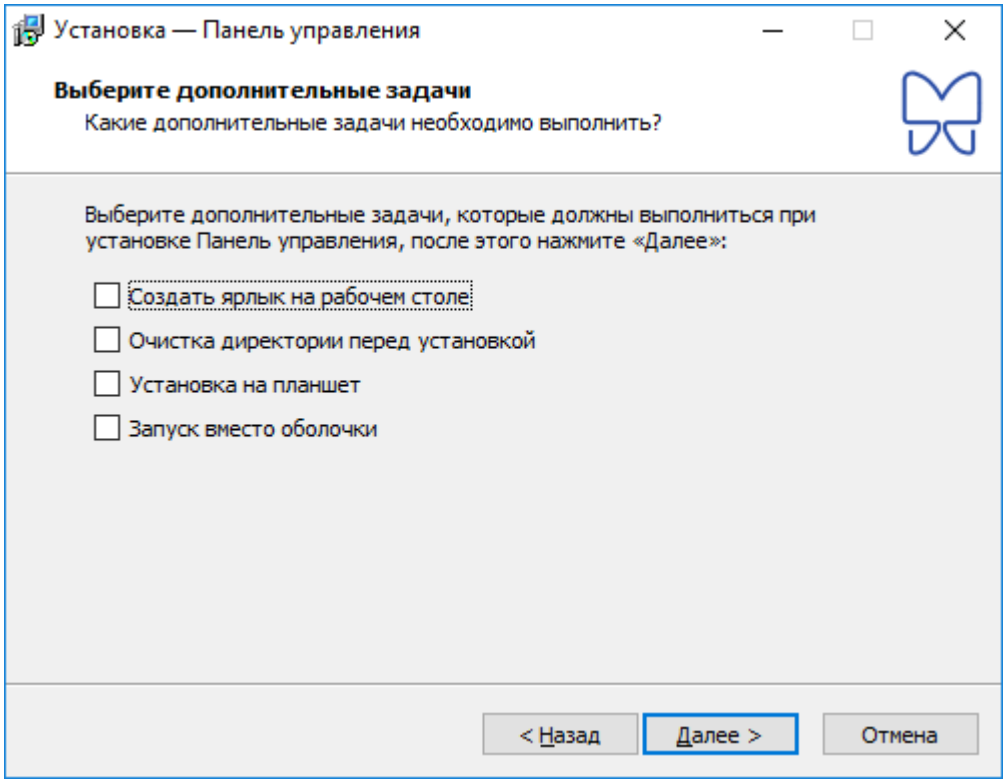
Прочитайте лицензионное соглашение. Нажмите **Далее**.



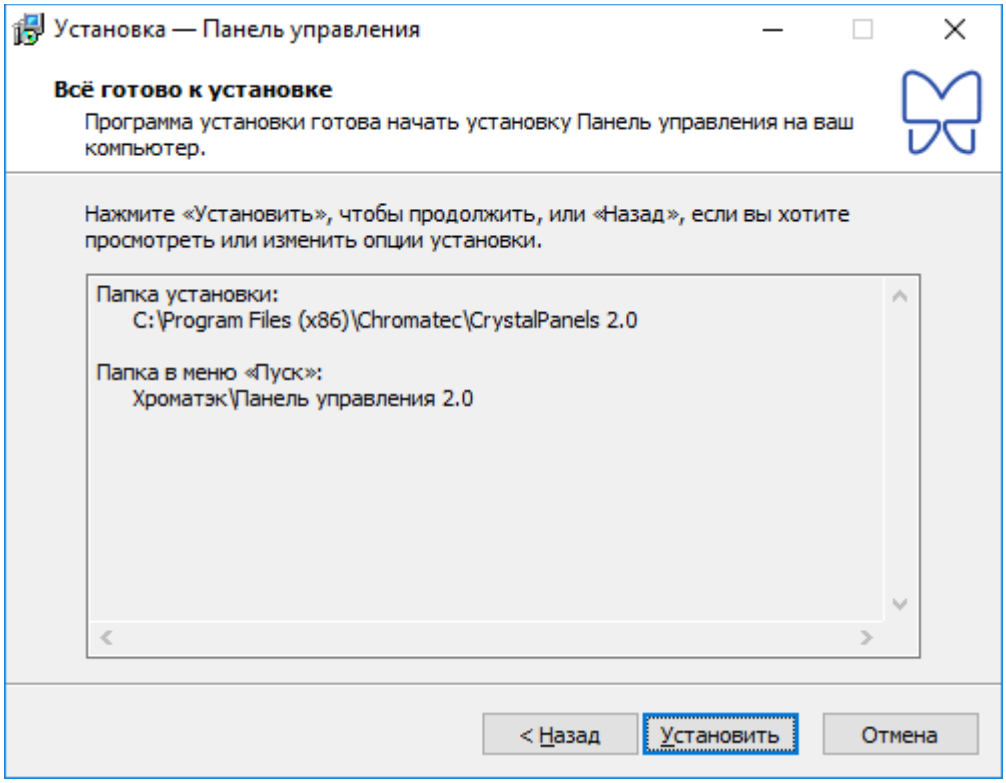
Выберите папку в меню "Пуск". Нажмите **Далее**.



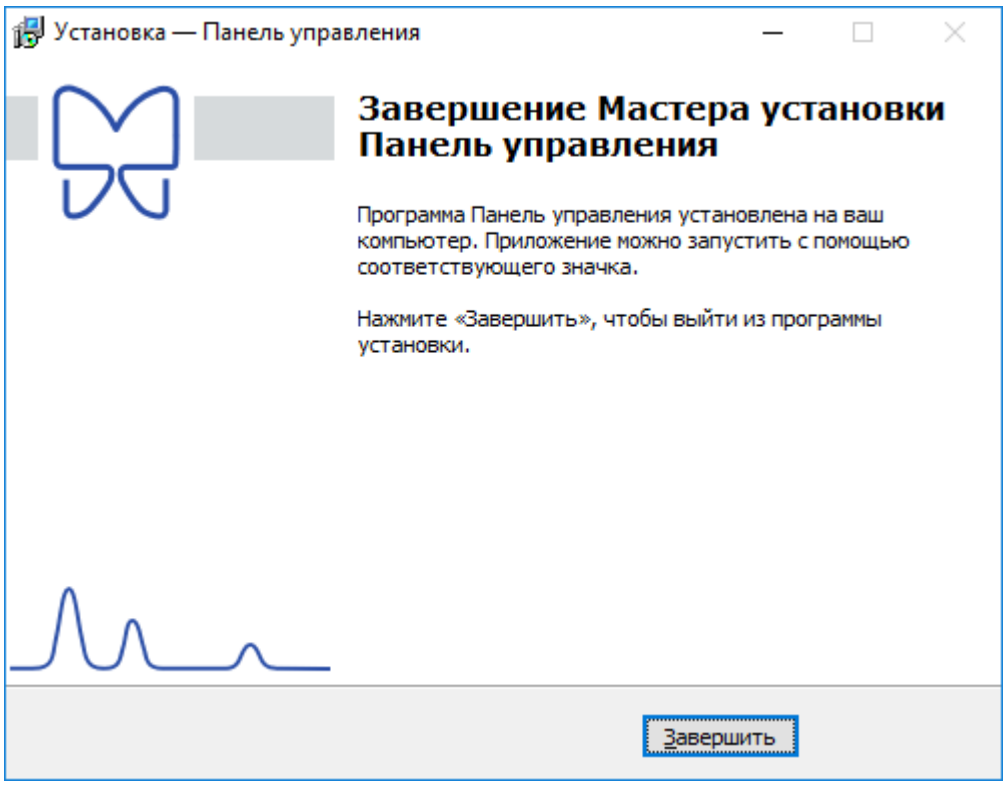
Выберите дополнительные задачи, которые необходимо установить. Нажмите **Далее**.



Нажмите **Установить** для продолжения.



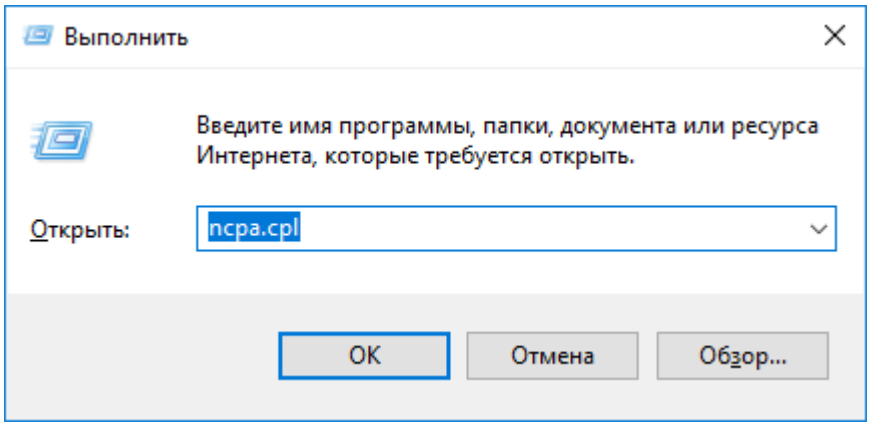
Дождитесь окончания установки и нажмите **Завершить**.



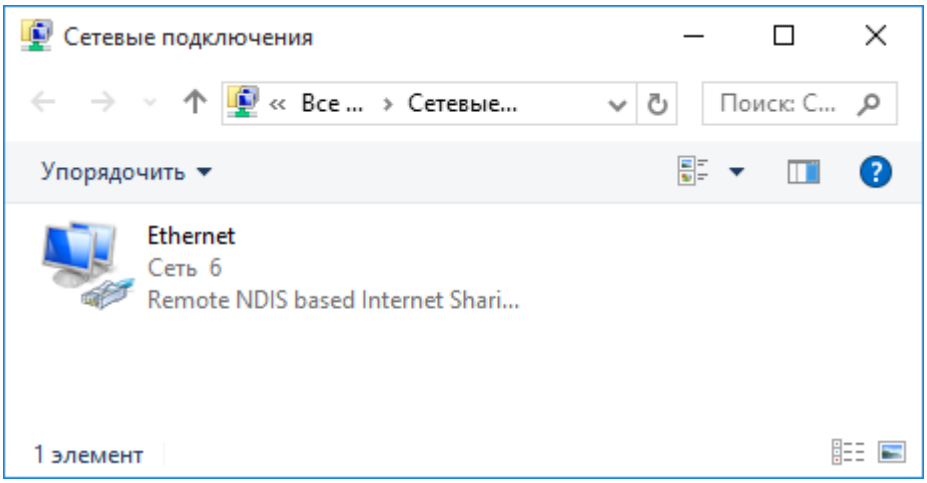
4.13.2 Настройка сетевого адреса компьютера

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

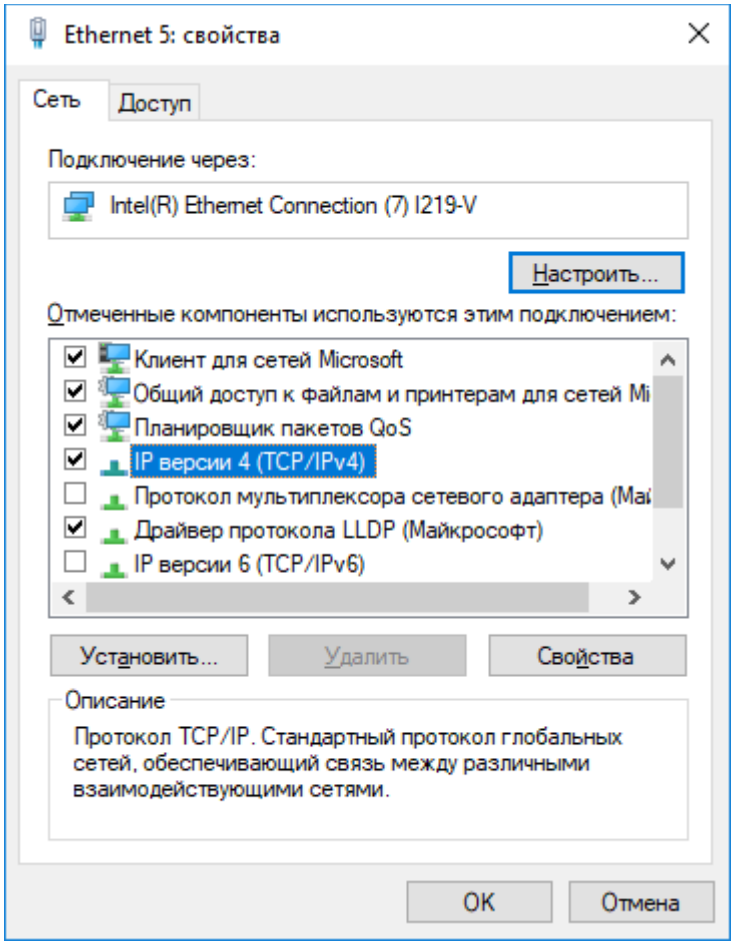
В открывшемся окне введите команду **ncpa.cpl** и нажмите кнопку **OK**.



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



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

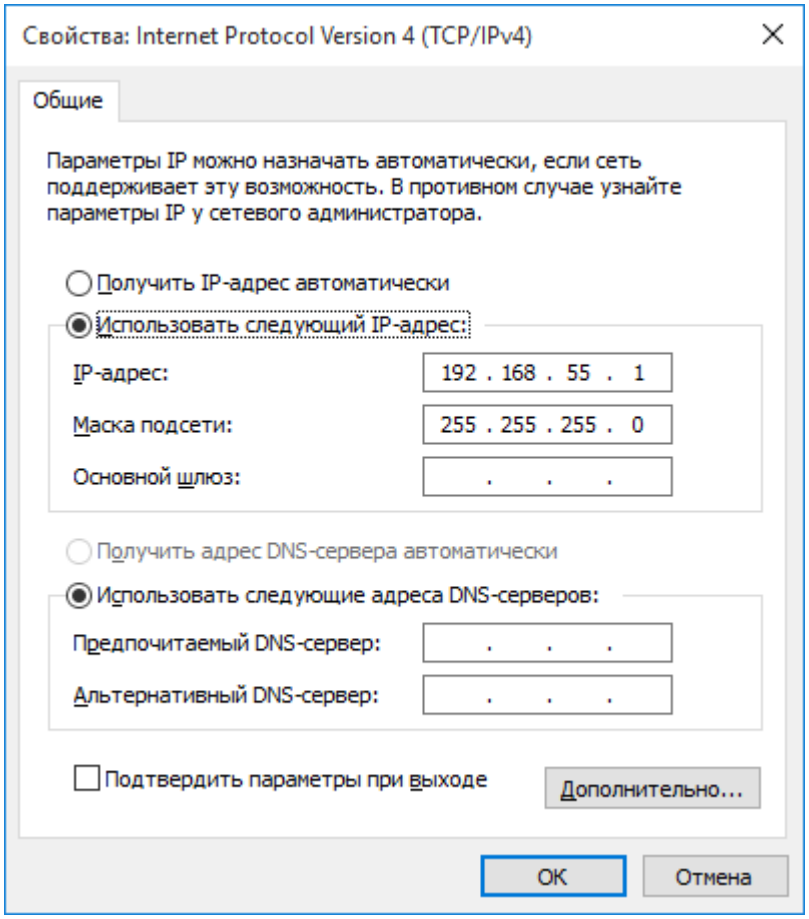


Введите IP-адрес и маску подсети.

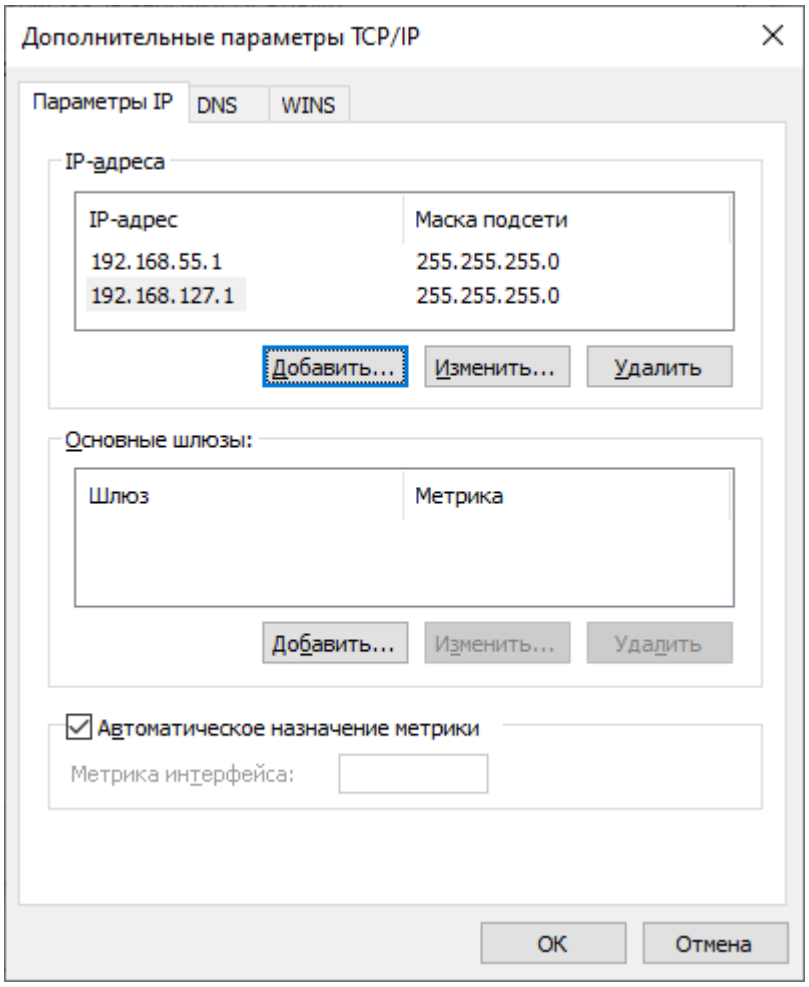
Подключенные через свитч хроматограф "Хроматэк-Кристалл" и компьютер должны иметь IP-адрес вида 192.168.55.XXX. Последний номер XXX должен быть индивидуален для каждого компьютера и не совпадать с сетевыми адресами хроматографа и других сетевых устройств.

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

Для назначения подсети нажмите кнопку **Дополнительно**…



Нажмите кнопку **Добавить**… и введите IP-адрес вида 192.168.127.XXX. Номер XXX должен отличаться от сетевого адреса термодесорбера и других устройств. Нажмите **ОК**.



4.13.3 Настройка соединения

Откройте **Панель управления**.



Откройте окно **Соединения**.



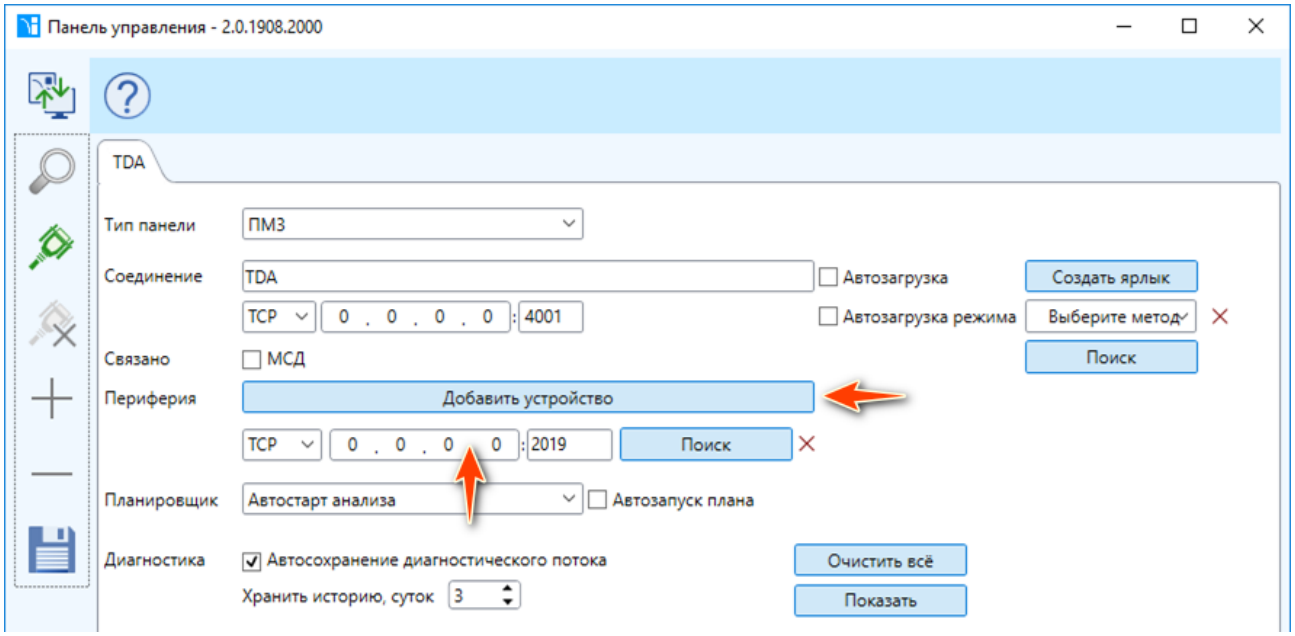
Нажмите **Добавить соединение**.



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

Введите IP адрес. Если IP адрес неизвестен, то нажмите кнопку **Поиск** и выберите подключенный термодесорбер из выпадающего списка. Кроме этого, IP адрес можно посмотреть и при необходимости изменить в меню термодесорбера в разделе **Система / Ethernet**.

Введите номер порта. Номер порта, назначенный термодесорберу по умолчанию – 2019.



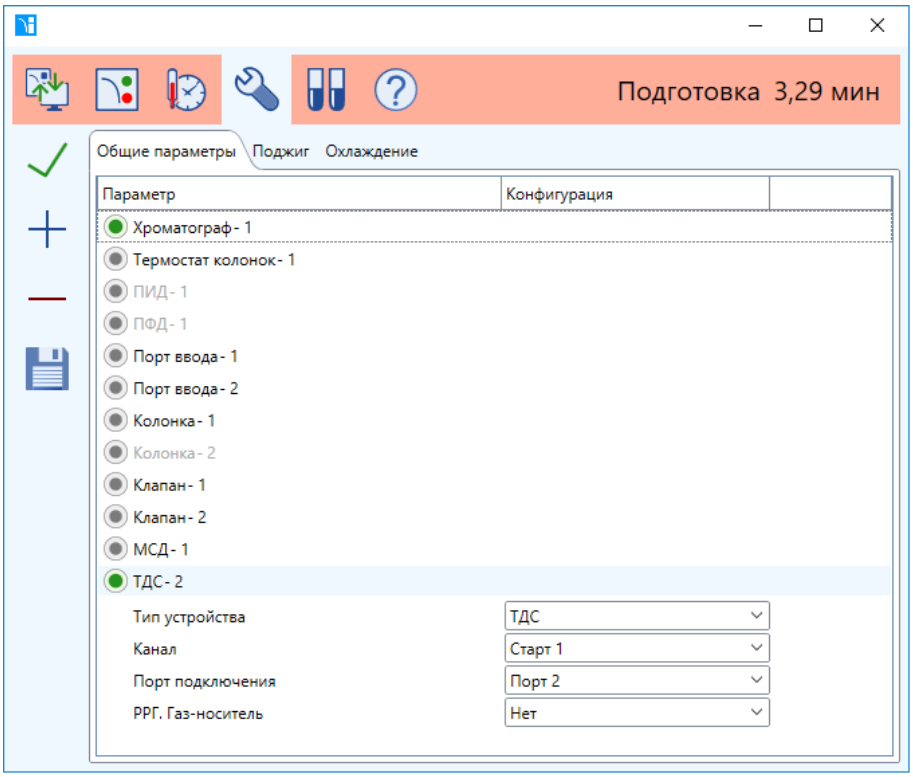
Нажмите **Подключиться к прибору**.



4.13.4 Задание конфигурации

При подключении термодесорбера к хроматографу "Хроматэк-Кристалл" в конфигурации добавляют внешнее устройство.

Перейдите на страницу **Конфигурация**.



Добавьте **Внешнее устройство**.

Выберите следующие параметры:

Тип устройства – ТДС.

Канал – Старт 1.

Порт подключения – Порт 2 (Соответствует разъему SAMPLER).

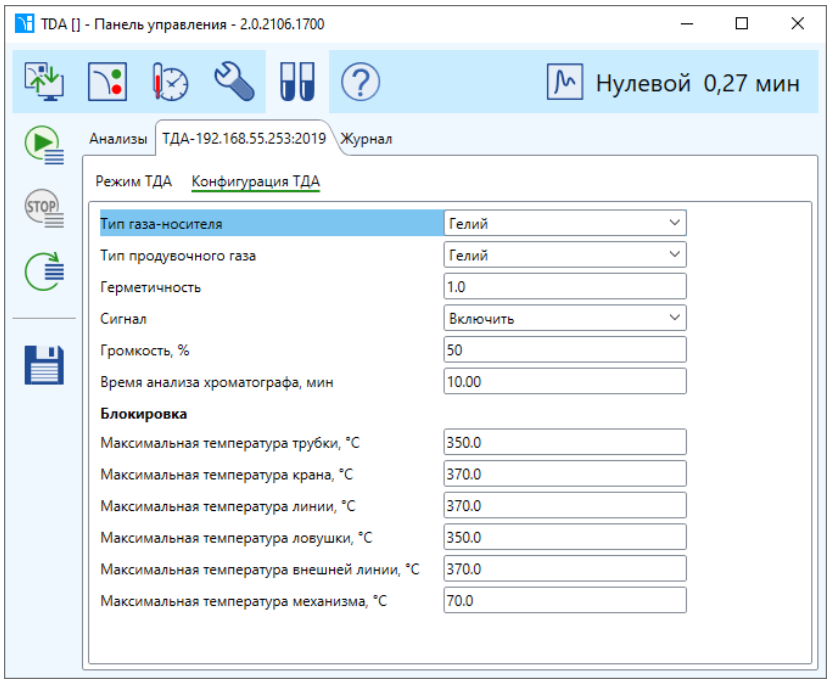
Нажмите **Применить**.

Нажмите **Сохранить**.

Перейдите на страницу **Планировщик**.



Перейдите в закладку **ТДА**, раздел **Конфигурация ТДА**.



Тип газа-носителя – Выбирается тип используемого газа-носителя: гелий, азот, аргон, водород.

Тип продувочного газа – Выбирается тип продувочного газа, который будет использоваться для десорбции компонентов с сорбционной трубки: гелий, азот, аргон.

Герметичность – Устанавливается допустимое значение падения давления в линии продувочного газа. Используется при проверке герметичности установки сорбционной трубки. Рекомендуемое значение 1 кПа (0,2 psi). Диапазон значений от 0 до 10 кПа (от 0 до 2 psi).

Сигнал – Включение звукового оповещения.

Громкость, % – Уровень громкости звукового оповещения.

В группе параметров **Блокировка** задают максимальные значения температуры для каждого нагревателя. Для защиты сорбента в трубке и ловушке от перегрева, установите соответствующие максимальные рабочие температуры для параметров "Максимальная температура трубки" и "Максимальная температура ловушки". Данные значения зависят от типа используемого сорбента (п. 6.4). Для остальных узлов рекомендуется использовать значения по умолчанию.

Нажмите **Сохранить**.



4.14 Настройка манипулятора

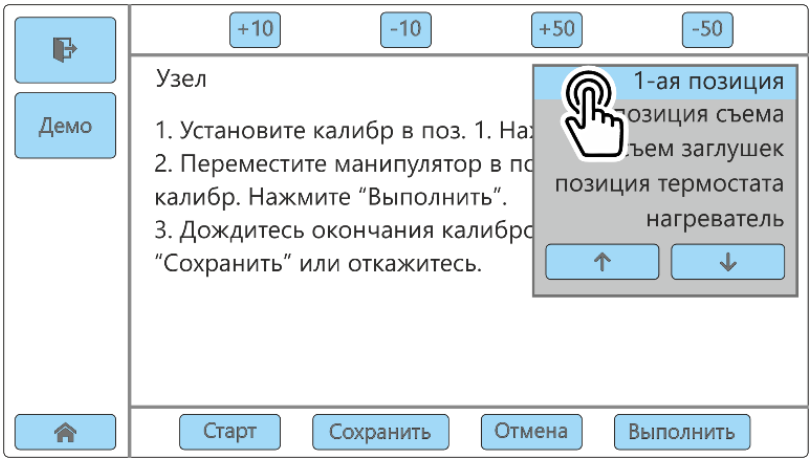
В основном меню войдите в раздел **Сервис**.

Перейдите в раздел **Манипулятор**.

4.14.1 Настройка координат лотка

Настоящий раздел применим при работе с автоматическим термодесорбером.

- В выпадающем меню выберите – **1-ая позиция**.



- Установите на калибр 8.236.753-01 заглушки 6.433.075 и поместите его в позицию #1 лотка.

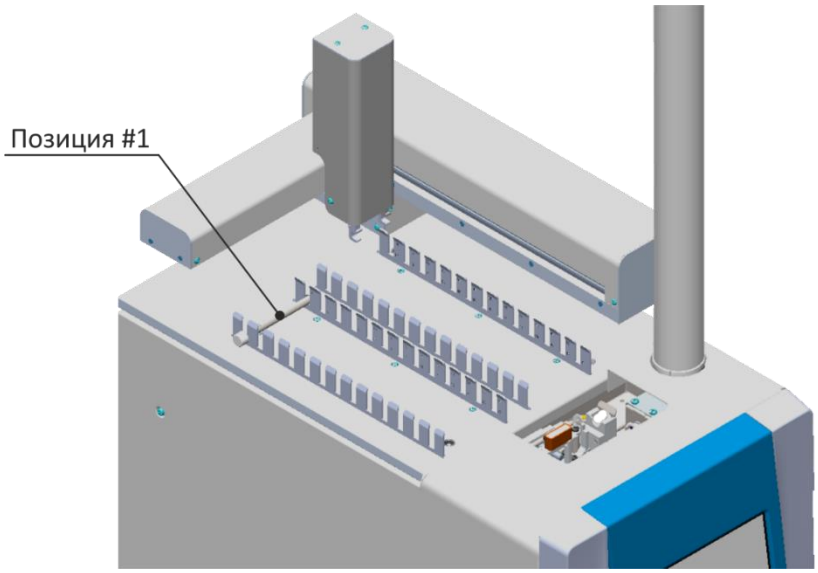


Рисунок 4.7 – Расположение калибра в позиции #1 лотка

- Нажмите кнопку **Старт**.
- Переместите руками манипулятор в позицию #1 лотка.

- Захватите манипулятором калибр таким образом, чтобы позиция захвата соответствовала маркировке на калибре.

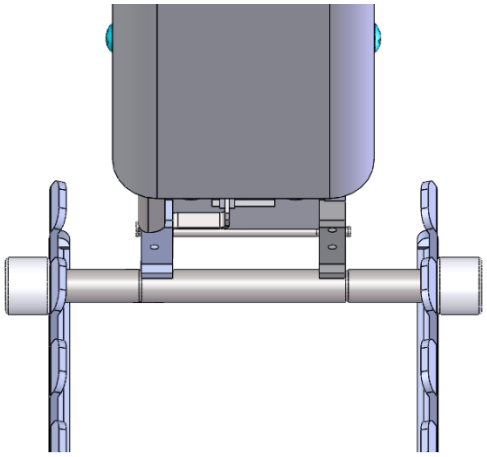


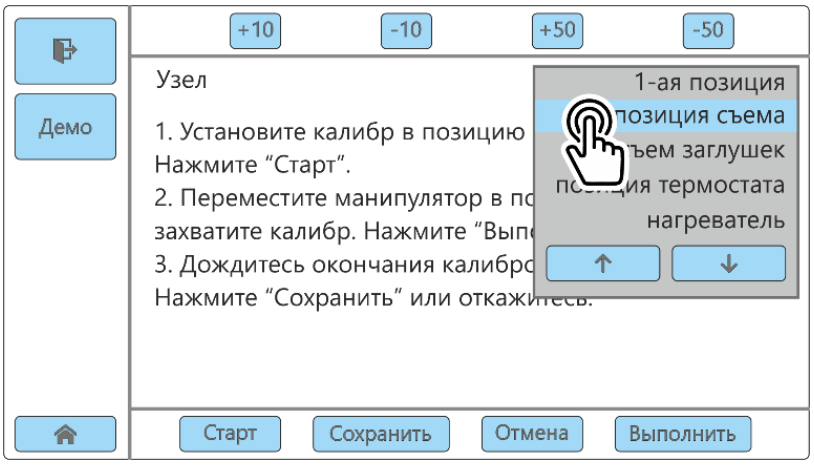
Рисунок 4.8 – Калибровка позиции #1 лотка

- Плотно прижмите захват к калибру.
- Нажмите кнопку **Выполнить**.
- Подождите, пока манипулятор завершит калибровку и установит калибр назад в позицию #1.
- Нажмите кнопку **Сохранить**.

4.14.2 Настройка координат позиции съема заглушек

Настоящий раздел применим при работе с автоматическим термодесорбером.

- В выпадающем меню выберите – **позиция съема**.



- Установите на калибр 8.236.753-01 заглушки 6.433.075 и поместите его в позицию съема заглушек.

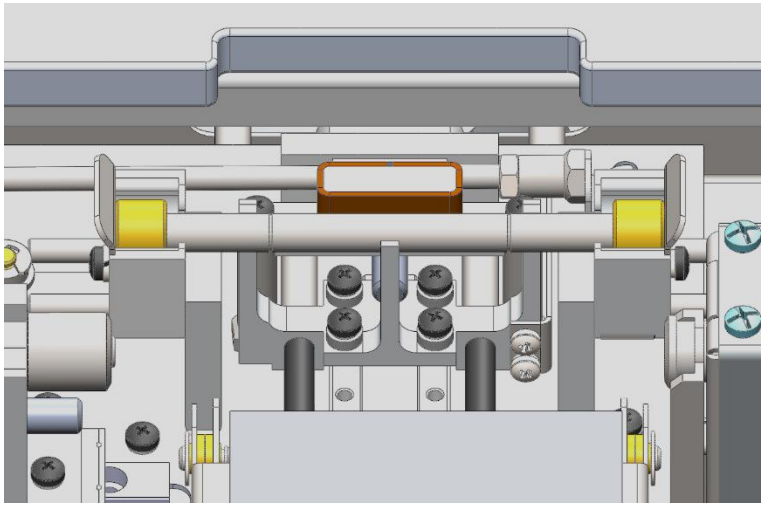


Рисунок 4.9 – Расположение калибра в узле съема заглушек

- Нажмите кнопку **Старт**.
- Переместите руками манипулятор в позицию съема заглушек.
- Захватите манипулятором калибр таким образом, чтобы позиция захвата соответствовала маркировке на калибре.
- Плотно прижмите захват к калибру.

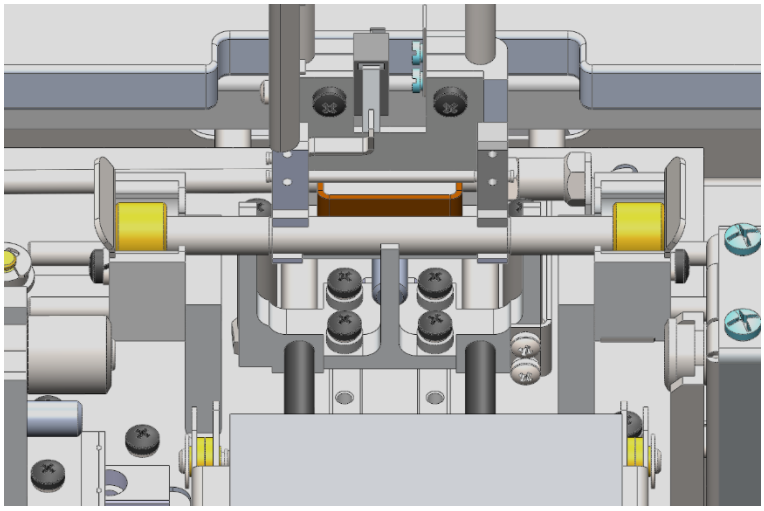


Рисунок 4.10 – Калибровка позиции съема заглушек

- Нажмите кнопку **Выполнить**.
- Подождите, пока манипулятор завершит калибровку и установит калибр в позицию #1 лотка.
- Нажмите кнопку **Сохранить**.

4.14.3 Настройка механизма съема заглушек

- В выпадающем меню выберите – **съем заглушек**.



- Нажмите кнопку **Выполнить**.
- Дождитесь окончания калибровки.
- Нажмите кнопку **Сохранить**.

4.14.4 Настройка позиции трубки в термостате

Перед настройкой позиции трубки в термостате проведите настройку координат лотка (п. 4.14.1), настройку координат позиции съема заглушек (п. 4.14.2), а также настройку механизма съема заглушек (п. 0).

- В выпадающем меню выберите – **позиция термостата**.



- Установите на калибр 8.236.753-01 заглушки 6.433.075 и поместите его в позицию #1 лотка.

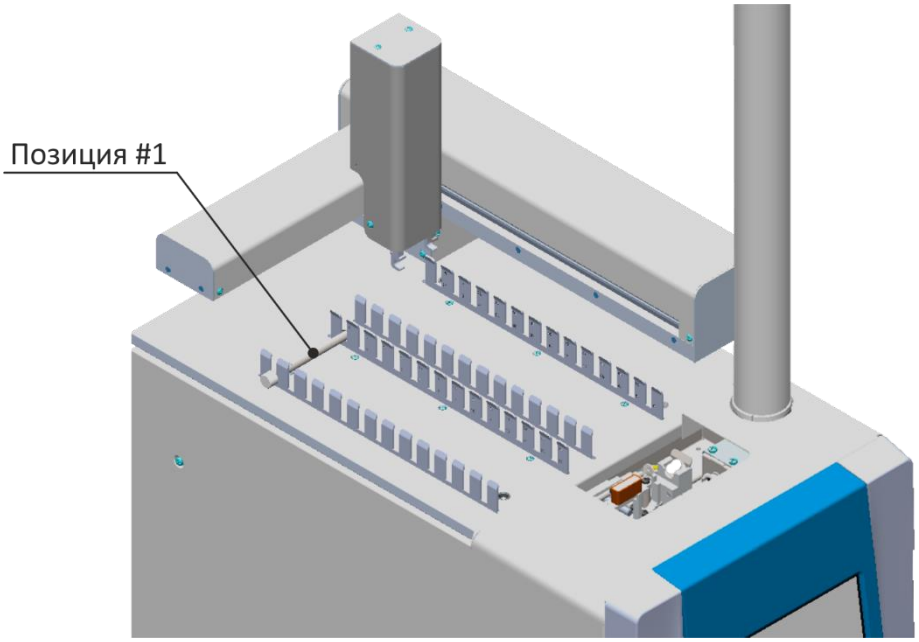


Рисунок 4.11 – Расположение калибра в позиции #1 лотка

- Нажмите кнопку **Выполнить**.
- Подождите, пока манипулятор переместит калибр в позицию съема заглушек, снимет заглушки и установит калибр в позицию термостата.
- Кнопками **+50** и **-50** грубо отрегулируйте положение калибра таким образом, чтобы он располагался на одной оси с муфтой и фланцем.
- Кнопками **+10** и **-10** точно отрегулируйте положение калибра.
- Нажмите кнопку **Сохранить**.

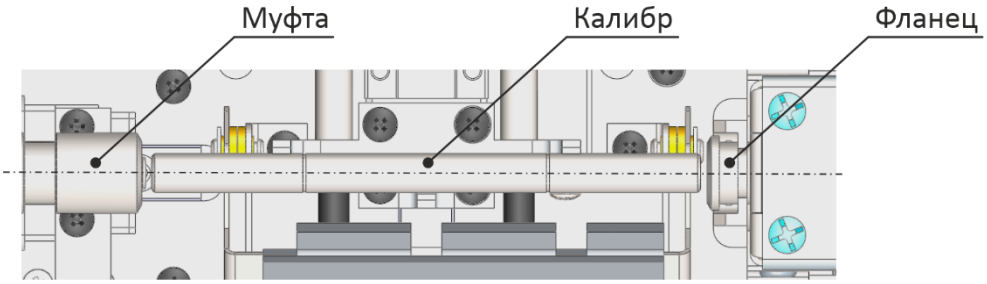


Рисунок 4.12 – Калибровка позиции трубки в термостате

4.14.5 Настройка механизма нагревателя

- В выпадающем меню выберите – **нагреватель**.



- Нажмите кнопку **Выполнить**.
- Дождитесь окончания калибровки.
- Нажмите кнопку **Сохранить**.

4.14.6 Настройка механизма зажима трубки

Перед настройкой механизма зажима трубки проведите настройку координат лотка (п. 4.14.1), настройку координат позиции съема заглушек (п. 4.14.2), настройку механизма съема заглушек (п. 0), а также настройку позиции трубки в термостате (п. 4.14.4).

В термодесорбере TDA имеется два варианта настройки механизма зажима трубки – автоматический и ручной.

При автоматической настройке механизм зажима устанавливает начальное значение 980 шагов, затем проверяется герметичность. В случае утечки механизм дополнительно добавляет 10 шагов и снова проверяется герметичность. Максимальное значение количества шагов – 1150. Если при максимальном значении шагов наблюдается утечка, то калибровка останавливается и требуется устранение негерметичности системы (п. 7.3.2). Автоматическая настройка проводится в течение 3-15 мин и рекомендуется при первоначальной настройке системы.

Если количество шагов механизма зажима трубки известно, то может быть проведена ручная настройка с использованием кнопок "+xx" и "-xx". В этом случае осуществляется визуальный контроль уплотнения трубки по степени деформации кольца во фланце. Ручная настройка экономит время, однако требуется определенный опыт. Рекомендуемое значение количества шагов при ручной настройке – 1050.

После ручной настройки механизма зажима трубки рекомендуется проверить герметичность согласно п. 7.3.2.

- В выпадающем меню выберите – **дожим**.



- Установите на калибр 8.236.753-01 заглушки 6.433.075 и поместите его в позицию #1 лотка.
- Нажмите кнопку **Старт**.
- Нажмите кнопку **Выполнить** для запуска автоматической настройки.
- Для проведения ручной настройки используете кнопки **+xx** и **-xx**. Кнопками **+50** и **-50** примерно настройте зажим калибром уплотняющего кольца. Кнопками **+10** и **-10** проведите точную настройку.
- Нажмите кнопку **Сохранить**.

5 Работа с термодесорбером

5.1 Включение термодесорбера

Порядок включения термодесорбера:

- Включите хроматограф, компьютер и другое используемое оборудование.
- С помощью редуктора установите давление газа-носителя и продувочного газа на входе в термодесорбер в диапазоне от 0,4 до 0,6 МПа.
- Включите кнопку **Сеть** на задней панели термодесорбера.

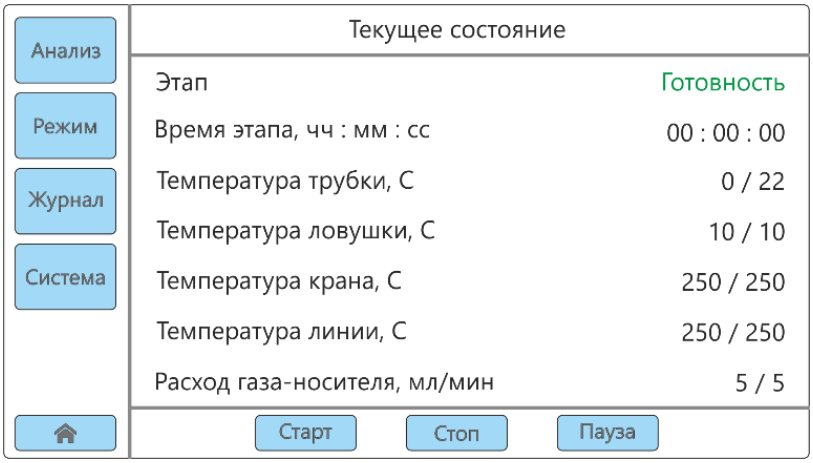
Инициализация термодесорбера происходит в течение 10 секунд. После включения термодесорбер переходит на нулевой этап. На нулевом этапе отсутствует нагрев каких-либо зон, а также не задаются расходы газов.

5.2 Работа с дисплеем

Просмотр и задание параметров термодесорбера осуществляется с помощью дисплея, расположенного на лицевой панели. Выбор команд и ввод значений производится легким прикосновением к экрану пальцем или стилусом, предназначенным для работы с емкостным экраном.

Для ввода данных при работе с дисплеем не используйте острые и металлические предметы, в том числе ручки, карандаши, отвертки и т.д.

Экран с основным меню прибора показан ниже.



В основном меню отображается информация о состоянии термодесорбера, а также заданные и измеренные значения температур и расходов газов.

Раздел **Анализ** используется для создания последовательности выполнения серии анализов.

Раздел **Режим** позволяет создавать и редактировать методы.

Раздел **Журнал** содержит информацию о прошедших анализах. Также в этом разделе записываются сообщения об ошибках.

Раздел **Система** используется для задания и просмотра системных параметров прибора.

Раздел **Сервис** предназначен для диагностики и настройки конфигурации термодесорбера. Изменение каких-либо параметров в данном разделе осуществляется сервисным инженером СКБ Хроматэк или лицом, прошедшем соответствующее обучение.

Возврат в основное меню:

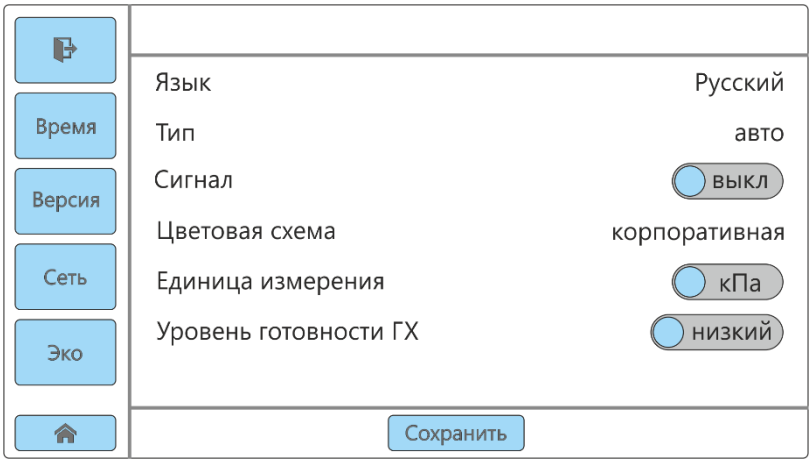


5.3 Просмотр и настройка системных параметров

Системные параметры, как правило, устанавливаются на заводе-изготовителе. Вы можете использовать параметры, которые заданы по умолчанию. В случае необходимости системные параметры могут быть изменены пользователем самостоятельно.

5.3.1 Настройка системных параметров

- Нажмите иконку **Система** в основном меню.



Язык – Выбор языка меню (русский, английский или китайский). После выбора языка, меню и все сообщения будут отображаться на данном языке.

Тип – Выбор модели термодесорбера (автоматический или ручной).

Сигнал – Включение звукового сигнала при нажатии на дисплей для выбора и просмотра параметров, а также звукового оповещения перед началом движения манипулятора и при возникновении ошибки в работе.

Цветовая схема – Выбор цвета фона в меню.

Единица измерения – Выбор единицы измерения давления (кПа или psi).

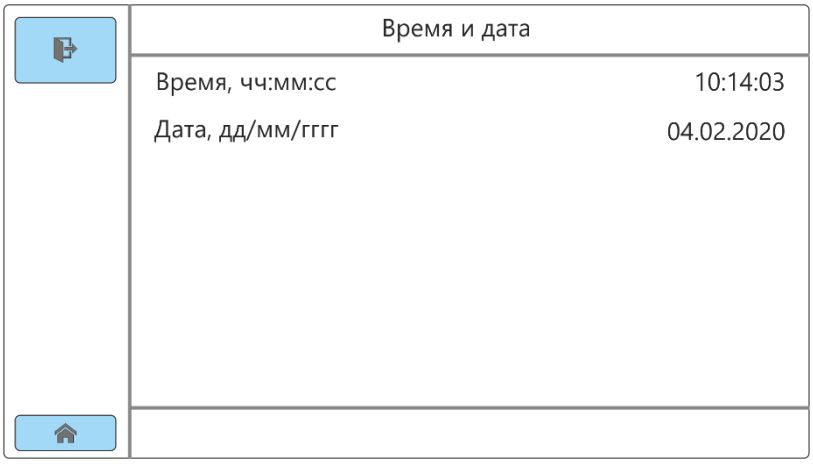
Уровень готовности ГХ – Установка логического уровня готовности хроматографа (низкий или высокий). При подключении термодесорбера к газовому хроматографу "Хроматэк-Кристалл" установите **низкий** уровень.

Синхронизация плана ГХ – Возможны два варианта синхронизации планов термодесорбера и хроматографа. Первый вариант – программа. При использовании термодесорбера совместно с хроматографом "Хроматэк-Кристалл" управление осуществляется через общую панель управления. Если трубка не найдена в лотке или не пройден тест на герметичность, планировщик переходит к следующей трубке в последовательности. Второй вариант – пропуск. Он используется при автономной работе TDA без ПК, а также при подключении к сторонним ГХ. В этом случае TDA и ГХ имеют самостоятельные последовательности, которые между собой не связаны. Если TDA не находит трубку в лотке или не проходит тест на герметичность, то термодесорбер запускает отправляет сигнал старта в ГХ и только после этого переходит к следующей трубке в последовательности. Таким образом, две последовательности будут синхронизированы и номера проанализированных трубок в TDA будут соответствовать названиям проб в последовательности ГХ.

- Нажмите кнопку **Сохранить** для сохранения изменений.

5.3.2 Настройка времени и даты

- Нажмите иконку **Время** для задания времени и даты.



Время – Установка времени (чч:мм:сс) в 24-часовом формате.

Дата – Установка даты (дд.мм.гггг).

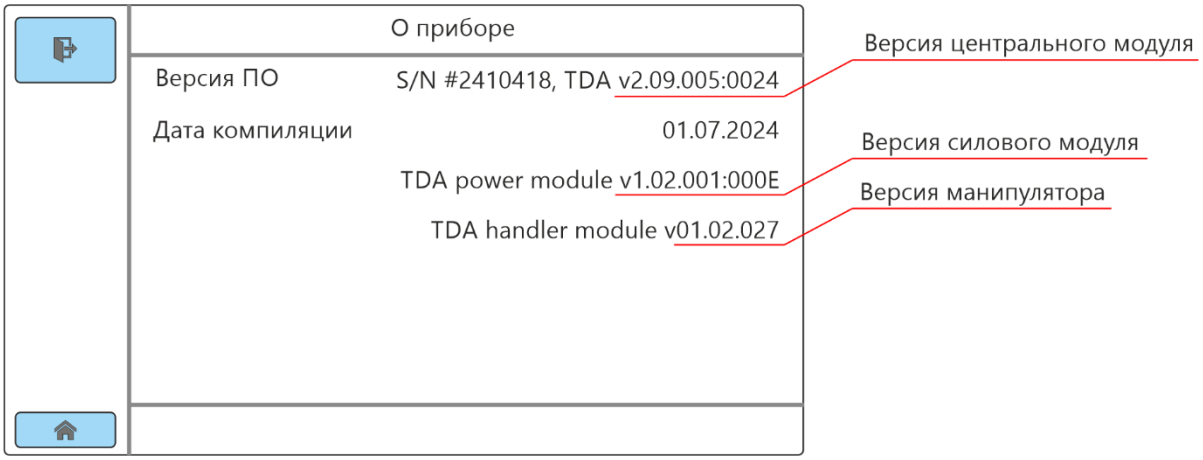
Нажмите иконку для возврата в предыдущее меню.

Нажмите кнопку **Сохранить** для сохранения изменений.

5.3.3 Просмотр версии программы

Просмотр версии программы термодесорбера требуется при обращении в сервисную службу предприятия-изготовителя.

- Нажмите иконку **Версия** в разделе **Система** для просмотра номера версии программы термодесорбера.



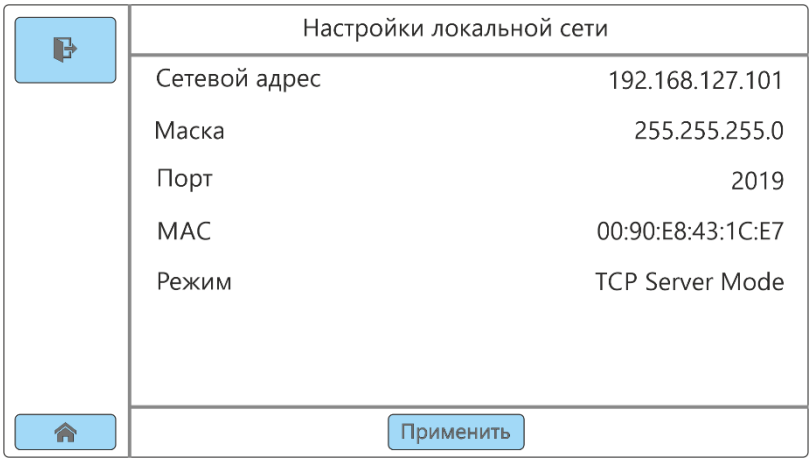
Для возврата в предыдущее меню нажмите иконку .

5.3.4 Настройка подключения Ethernet

Подключение по локальной сети используется при независимом подключении термодесорбера к компьютеру с ПО "Панель управления".

Термодесорбер поставляется с установленным по умолчанию IP-адресом, который может не соответствовать вашей локальной сети. Обратитесь к сетевому администратору для назначения IP-адреса, маски подсети и порта подключения.

- Нажмите иконку **Сеть** в разделе **Система**.



Сетевой адрес – IP адрес, назначенный сетевым администратором.

Маска – Маска подсети, назначенная сетевым администратором.

Порт – Номер порта, назначенный сетевым администратором.

MAC – Идентификатор сетевого интерфейса (MAC-адрес). Установлен производителем и его изменение невозможно.

Режим – Для подключения термодесорбера к локальной сети выберите **TCP Server Mode**.

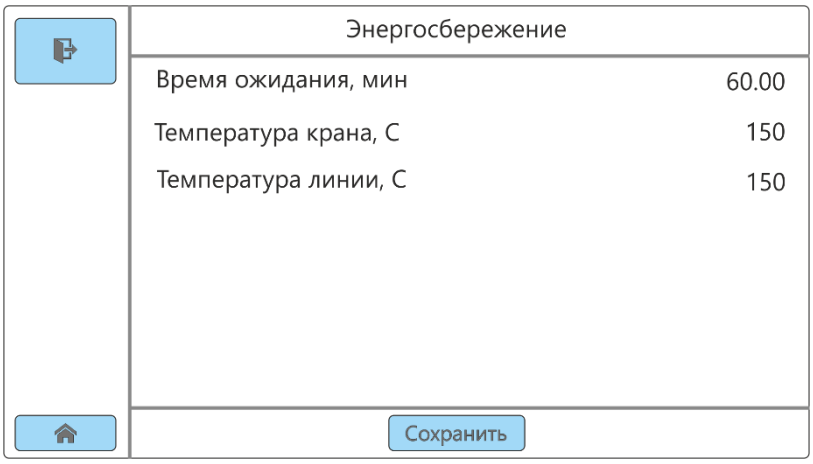
- Нажмите кнопку **Применить**.
- Для возврата в предыдущее меню нажмите иконку .

5.3.5 Режим энергосбережения

Режим энергосбережения используется для уменьшения потребления электроэнергии при простое термодесорбера в течение длительного времени. В данном режиме снижается температура крана, переходной линии, а также отключается охлаждение ловушки.

Выход из режима энергосбережения осуществляется при передаче метода или запуске последовательности.

- Нажмите иконку **Эко** в разделе **Система**.



Время ожидания – Указывают время простоя термодесорбера. По истечению заданного значения времени прибор переходит в режим энергосбережения. Диапазон значений от 0 до 120 мин. При задании 0 режим энергосбережения использоваться не будет. Для исключения перехода в режим энергосбережения при выполнении последовательности анализов, время ожидания должно быть больше, чем длительность хроматографического анализа. Рекомендуемое время ожидания 60 мин.

Температура крана – Температура крана в режиме энергосбережения. Диапазон значений от 150 до 350 °C. Рекомендуемая температура крана 150 °C.

Температура линии – Температура переходной линии в режиме энергосбережения. Диапазон значений от 40 до 350 °C. Рекомендуемая температура переходной линии 150 °C.

- Нажмите кнопку **Сохранить**.
- Для возврата в предыдущее меню нажмите иконку .

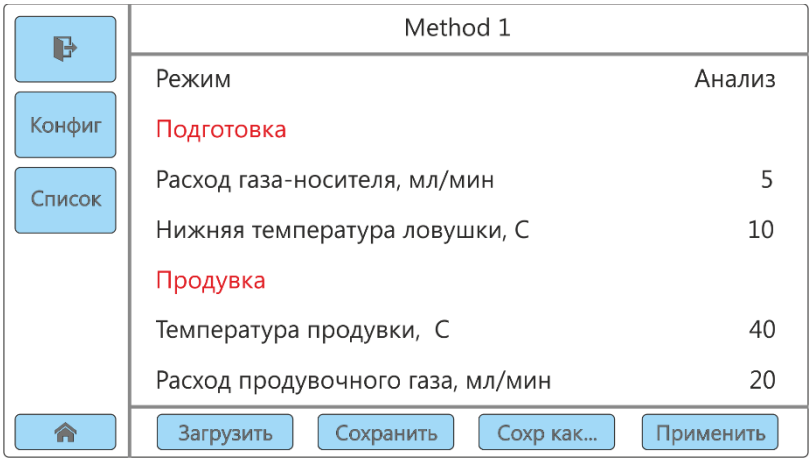
5.4 Создание метода

Метод – это режим работы термодесорбера, содержащий параметры температур и расходов газов, устанавливаемых при проведении анализа.

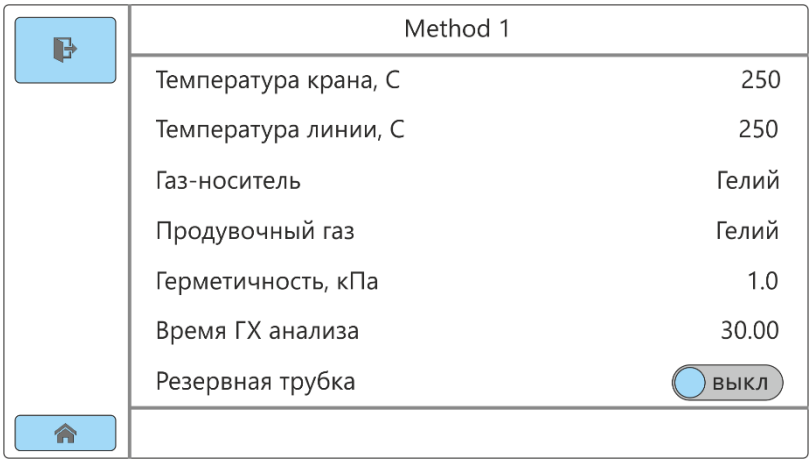
Параметры метода зависят от определяемых компонентов, используемого сорбента в трубке и ловушке. В любом случае для каждого типа анализа создается конкретный метод.

В памяти термодесорбера можно сохранить до 10 различных методов. Если необходимо большее количество методов, то следует использовать программу "Панель управления" на компьютере.

- В основном меню войдите в раздел **Режим**.



- Настройте параметры в разделе **Конфигурация**.



Температура крана – Нагрев крана необходим для предотвращения конденсации анализируемых компонентов. Рекомендуемая температура крана при анализе летучих органических компонентов от 200 до 250 °C. Диапазон рабочих температур от 150 до 350°C.

Температура линии – Обогреваемая переходная линия предназначена для переноса анализируемых компонентов из ловушки в хроматографическую колонку. Обычно температуру переходной линии устанавливают равной температуре крана или на 10 °C выше. Диапазон рабочих температур от 40 до 350°C.

Газ-носитель – Выбирается тип используемого газа-носителя: гелий, азот, аргон, водород.

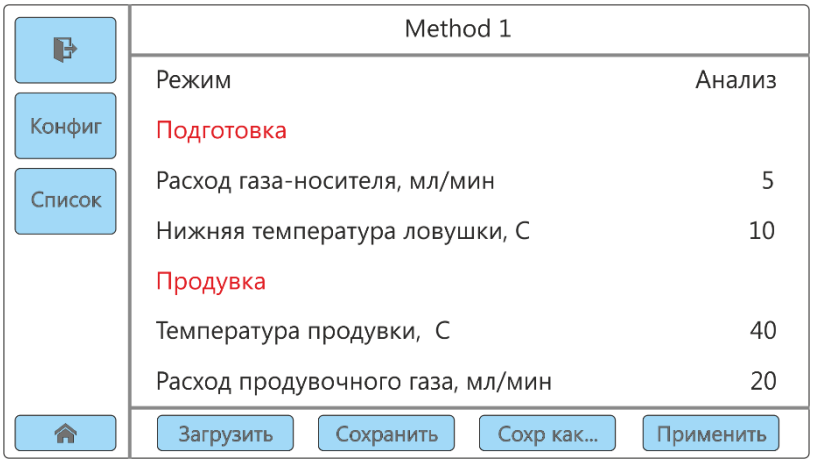
Продувочный газ – Выбирается тип продувочного газа, который будет использоваться для десорбции компонентов с сорбционной трубки: гелий, азот, аргон.

Герметичность – Устанавливается допустимое значение падения давления в линии продувочного газа. Используется при проверке герметичности установки сорбционной трубки. Рекомендуемое значение 1 кПа (0.2 psi). Диапазон значений от 0 до 10 кПа (от 0 до 2 psi).

Время ГХ анализа – Это время цикла анализа в хроматографе, включая время охлаждения и выхода на готовность. Данный параметр позволяет проводить десорбцию следующей трубки во время текущего анализа в хроматографе. Термодесорбер рассчитывает время начала десорбции следующей трубки таким образом, чтобы она завершилась к готовности хроматографа.

Резервная трубка – Используется в случае установки в термодесорбер опции "Резервная трубка". Данная опция позволяет улавливать части пробы на сорбционной трубке во время десорбции компонентов из ловушки.

- Вернитесь в предыдущее меню **Режим** для задания параметров метода.



Выберите режим работы термодесорбера – Анализ, Кондиционирование, Очистка ловушки, Тест ловушки.

Режим **Анализ** используют при десорбции анализируемых веществ с сорбционной трубки с последующей фокусировкой компонентов в ловушке и дальнейшем вводе веществ в хроматограф.

Режим **Кондиционирование** выбирают для удаления загрязнителей с сорбционных трубок, например, перед проведением отбора пробы.

Режим **Очистка ловушки** позволяет удалить с сорбента ловушки летучие загрязнители, например, при установке новой ловушки.

Режим **Тест ловушки** проверяет чистоту ловушки путем ее нагрева и направления потока газа в хроматограф для проведения анализа.

Подробное описание режимов работы приведено в разделе 3.

5.4.1 Параметры режима "Анализ"

Раздел **Подготовка**

Подготовка	
Расход газа-носителя, мл/мин	10
Нижняя температура ловушки, С	-10

Расход газа-носителя – Рекомендуемое значение от 5 до 15 мл/мин. Расход газа-носителя не должен превышать расход сбросного газа в хроматографе. Диапазон значений от 0 до 200 мл/мин.

Нижняя температура ловушки – Устанавливается во время десорбции компонентов с сорбционной трубки и их концентрирования на сорбенте в охлаждаемой ловушке. Рекомендуемое значение составляет минус 10 °С. При десорбции образцов с высокой влажностью устанавливают температуру ловушки 4 °С. Диапазон температур от минус 20 до 35 °С.

Раздел **Продувка**

Продувка	
Температура продувки, С	0
Расход газа, мл/мин	20
Время продувки, мин	2.00

Температура продувки – Рекомендуемое значение для проб с высокой влажностью от 40 до 50 °С. При анализе проб с низкой влажностью рекомендуется устанавливать температуру продувки 0 °С. Для стабильной работы температура продувки должна быть минимум на 5 °С выше температуры окружающей среды. Диапазон значений от 0 до 425 °С. Заданное значение 0 °С подразумевает продувку при комнатной температуре.

Расход газа – Рекомендуемое значение от 20 до 30 мл/мин. Диапазон значений от 0 до 200 мл/мин.

Время продувки – Рекомендуемое значение от 1 до 2 мин. Диапазон значений от 0 до 15 мин. При задании времени 0, продувка трубки осуществляться не будет.

Раздел **Десорбция**

Десорбция	
Температура десорбции, С	280
Расход газа, мл/мин	30
Время десорбции, мин	5.00

Температура десорбции – Задается во время десорбции анализируемых веществ с сорбционной трубки. Температура десорбции зависит от определяемых компонентов и типа

сорбента, приводится в соответствующих методиках выполнения измерений. Диапазон температур от 35 до 425 °С.

Расход газа – Для достижения оптимальной эффективности десорбции рекомендуется установить расход продувочного газа от 20 до 50 мл/мин. Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин.

Время десорбции – Время устанавливают таким образом, чтобы обеспечить максимально полное извлечение анализируемых компонентов с сорбента и их перенос в ловушку. Отсчет времени начинается с момента нагрева. При выборе времени десорбции необходимо учитывать время нагрева термостата до заданной температуры. Например, время нагрева термостата сорбционной трубки до 300 °С составляет около 3 мин. Диапазон значений от 0 до 99 мин.

Раздел **Анализ**

Анализ	
Деление потока	0
Температура ловушки, С	280
Скорость нагрева, С/мин	2000
Время анализа, мин	2.00

Деление потока – Используется в случае установки в термодесорбер опции "Резервная трубка". При работе с данной опцией часть пробы направляется на сброс (п. 6.12.12) или в резервную трубку (п. 6.12.13) во время десорбции компонентов с ловушки. Используется для направления части пробы на сброс или в резервную трубку во время десорбции компонентов с ловушки. При работе с резервной трубкой рекомендуемое значение 1, что означает деление потока 1:1. В случае задания деления потока 0 сброс пробы не производится и анализируемые вещества полностью направляются в колонку. Диапазон значений от 0 до 100.

Температура ловушки – Температура ловушки зависит от используемого сорбента. Диапазон температур от 35 до 425 °С.

Скорость нагрева – Выбор значений: 500; 1000; 1500; 2000; 2500; 3000 °С/мин. При быстром нагреве ловушки летучие компоненты переходят в колонку в течение нескольких секунд. Медленный нагрев используется при анализе термолабильных компонентов.

Время анализа – Задается время, в течение которого ловушка будет нагреваться. Рекомендуемое значение от 1 до 2 мин. Диапазон значений от 0 до 15 мин.

Раздел **Очистка**

Очистка	
Температура трубки, С	300
Расход газа, мл/мин	50
Время очистки, мин	10.00

Температура трубки – Задается температура термостата во время очистки сорбционной трубки. Температура очистки трубки зависит от максимальной рабочей температуры сорбента. Обычно устанавливают температуру очистки трубки выше температуры десорбции на величину от 10 до 20 °С. Диапазон температур от 35 до 425 °С.

Расход газа – Для уменьшения времени очистки трубки рекомендуется задавать расход продувочного газа от 50 до 100 мл/мин. Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин.

Время очистки – Рекомендуемое время очистки трубки после анализа от 10 до 15 мин. Диапазон значений от 0 до 1440 мин. При задании времени 0, очистка трубки осуществляться не будет.

5.4.2 Параметры режима "Кондиционирование"

Температура трубки, С	300
Расход газа, мл/мин	50
Время очистки, мин	20.00

Температура трубки – Температура кондиционирования трубки зависит от максимальной рабочей температуры сорбента. Подробная информация о кондиционировании трубок приведена в п. 6.5. Диапазон температур от 35 до 425 °С.

Расход газа – Рекомендуемый расход продувочного газа от 50 до 100 мл/мин. Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин.

Время очистки – Рекомендуемое время очистки трубки от 15 до 30 мин. Диапазон значений от 0 до 1440 мин.

5.4.3 Параметры режима "Очистка ловушки"

Температура ловушки, С	280
Расход газа, мл/мин	30
Время очистки, мин	5.00

Температура ловушки – Температура очистки ловушки зависит от максимальной рабочей температуры сорбента, которая приведена в паспорте на ловушку. Также о выборе температуры очистки можно ознакомиться в п. 6.5. Диапазон температур от 35 до 425 °С.

Расход газа – Рекомендуемый расход продувочного газа от 20 до 50 мл/мин. Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин.

Время очистки – Рекомендуемое время очистки ловушки от 10 до 15 мин. Диапазон значений от 0 до 15 мин.

5.4.4 Параметры режима "Тест ловушки"

Расход газа-носителя, мл/мин	10
Температура ловушки, С	280
Скорость нагрева, С/мин	2000
Деление потока	0
Время анализа, мин	2.00

Расход газа-носителя – Рекомендуемое значение от 5 до 15 мл/мин. Расход газа-носителя не должен превышать расход сбросного газа в хроматографе. Диапазон значений от 0 до 200 мл/мин.

Температура ловушки – Температура ловушки зависит от используемого сорбента. Диапазон температур от 35 до 425 °С.

Скорость нагрева – Выбор значений: 500; 1000; 1500; 2000; 2500; 3000 °С/мин.

Деление потока – Используется для направления части пробы на сброс во время десорбции компонентов с ловушки. В случае задания деления потока 0 сброс пробы не производится и анализируемые вещества полностью направляются в колонку. Диапазон значений от 0 до 100.

Время анализа – Задается время, в течение которого ловушка будет нагреваться. Рекомендуемое значение от 1 до 2 мин. Диапазон значений от 0 до 15 мин.

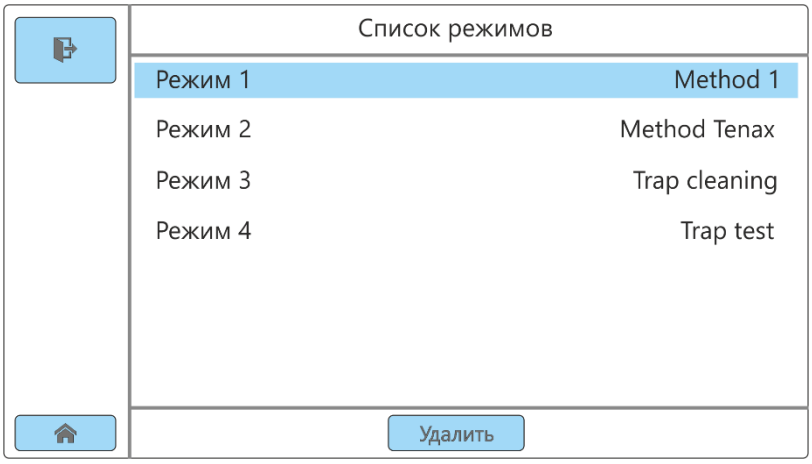
- После создания метода нажмите кнопку **Сохр как…**, введите название метода и нажмите ✔.

5.5 Редактирование метода

- В основном меню войдите в раздел **Режим**.
- Нажмите кнопку **Загрузить** и выберите ранее сохраненный метод.
- Внесите необходимые изменения или отредактируйте требуемые параметры метода согласно п. 5.4.
- Нажмите кнопку **Сохранить** для применения изменений в методе.

5.6 Удаление метода

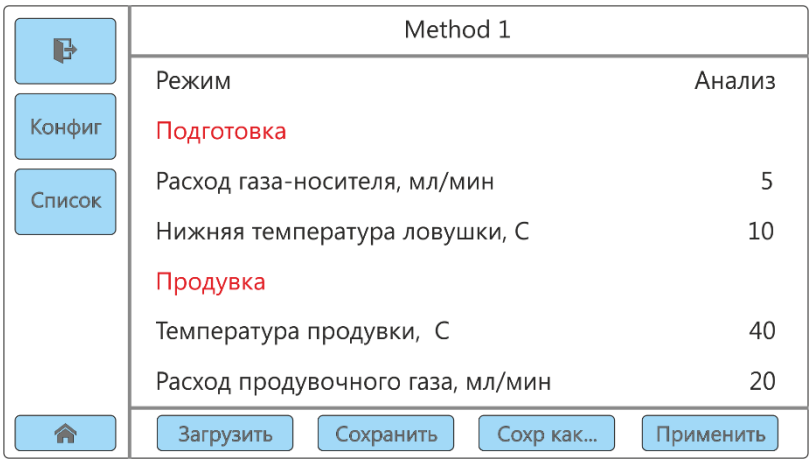
- В основном меню войдите в раздел **Режим**.
- Нажмите кнопку **Список** для перехода к списку методов.



- Выделите строку с методом, который необходимо удалить и нажмите кнопку **Удалить**.

5.7 Работа с ручным термодесорбером

- В основном меню войдите в раздел **Режим**.

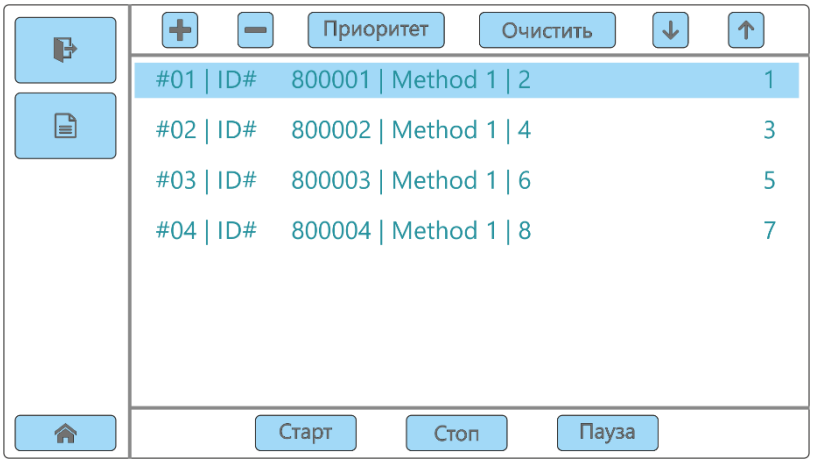


- Нажмите кнопку **Загрузить** и выберите ранее созданный метод.
- Нажмите кнопку **Применить**.
- Для возврата в основное меню нажмите кнопку .
- После выхода на этап "Готовность" установите сорбционную трубку в узел съема заглушек (п. 2.6).
- Нажмите кнопку **Старт**.

5.8 Работа с последовательностью

Последовательность – это серия анализов, выполняемая по заданному плану. Автоматический термодесорбер требует предварительного создания плана (последовательности) работы с сорбционными трубками. При использовании ручного термодесорбера задание последовательности обычно не требуется.

- В основном меню войдите в раздел **Анализ**.



Ниже приводится описание кнопок и иконок при работе с последовательностью.

 Возврат в предыдущее меню.

 Редактирование выделенного анализа.

 Добавление нового анализа.

 Удаление выделенного анализа.

Приоритет Установить для выбранного анализа приоритет при выполнении последовательности. Приоритетный анализ будет проведен непосредственно после окончания текущего анализа.

Очистить Очистить последовательность.

 Переместить выделенный анализ на одну позицию вниз в списке.

 Переместить выделенный анализ на одну позицию вверх в списке.

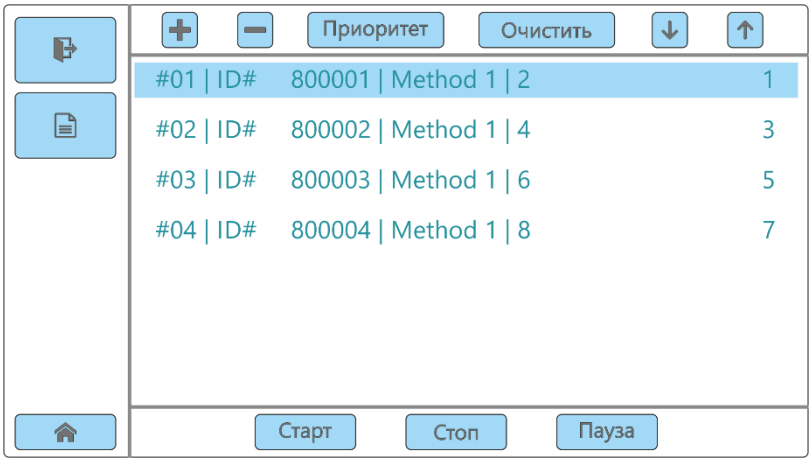
Старт Запуск выполнения последовательности анализов.

Стоп Остановка выполнения последовательности анализов, также прекращается выполнение текущего анализа.

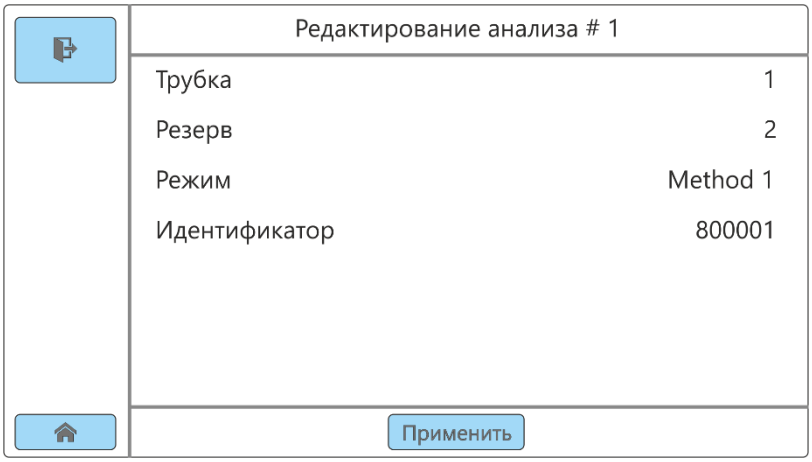
Пауза Временное прекращение выполнения последовательности, текущий анализ будет завершен до конца. Для возобновления выполнения последовательности необходимо повторное нажатие кнопки **Пауза**.

5.8.1 Создание последовательности

- В основном меню войдите в раздел **Анализ**.



- Кнопкой добавьте новую строку в таблицу последовательности.
- Нажмите иконку для редактирования выделенного анализа.



Заполните следующие строки:

Трубка – Номер позиции аналитической трубки в лотке.

Резерв – Номер позиции резервной трубки в лотке, указывается при использовании резервной трубки. В качестве резервной трубки может быть использована новая или текущая (анализируемая) трубка.

Режим – Метод анализа.

Идентификатор – ID сорбционной трубки (штрих-код), указывается при использовании.

- Нажмите кнопку **Применить**.
- Нажмите иконку для возврата в предыдущее меню.

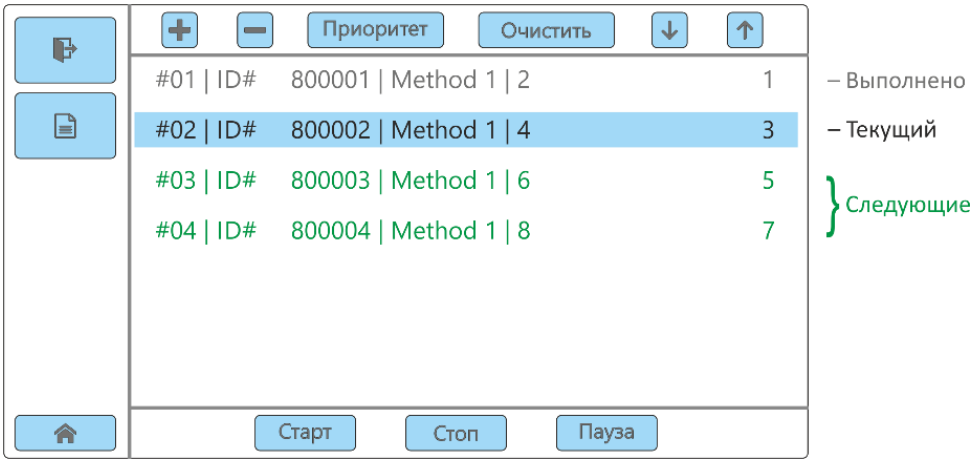
По аналогии добавьте и отредактируйте необходимое количество строк в последовательности.

Максимальное количество строк в последовательности при работе с внутренней программой составляет 90 анализов. Если требуется большее количество анализов в последовательности, то используйте Панель управления, которая позволяет создавать последовательность с неограниченным количеством строк (Раздел 5.8).

5.8.2 Запуск последовательности

- В основном меню войдите в раздел **Анализ**.
- Нажмите кнопку **Старт**.

После запуска последовательности название текущего анализа изменит цвет с сине-зеленого на черный, а ожидающие анализы в последовательности будут окрашены зеленым цветом. Выполненные анализы отображаются серым цветом.



5.8.3 Прекращение выполнения последовательности

При прерывании выполнения последовательности анализов также прекращается выполнение текущего анализа.

- В основном меню войдите в раздел **Анализ**.
- Нажмите кнопку **Стоп**.

Если анализ был остановлен во время этапа "Десорбция" и часть компонентов попала в ловушку, то перед запуском следующего анализа необходимо провести очистку ловушки.

5.8.4 Приостановление последовательности

Временное прекращение выполнения последовательности, при этом текущий анализ будет завершен до конца.

- В основном меню войдите в раздел **Анализ**.
- Нажмите кнопку **Пауза**. Для возобновления выполнения последовательности необходимо повторное нажатие кнопки **Пауза**.

5.9 Управление термодесорбером с помощью программы "Хроматэк Аналитик"

Задание параметров работы термодесорбера производится перед началом выполнения анализов.

- Запустите соединение, кликнув на иконку "Панель управления".

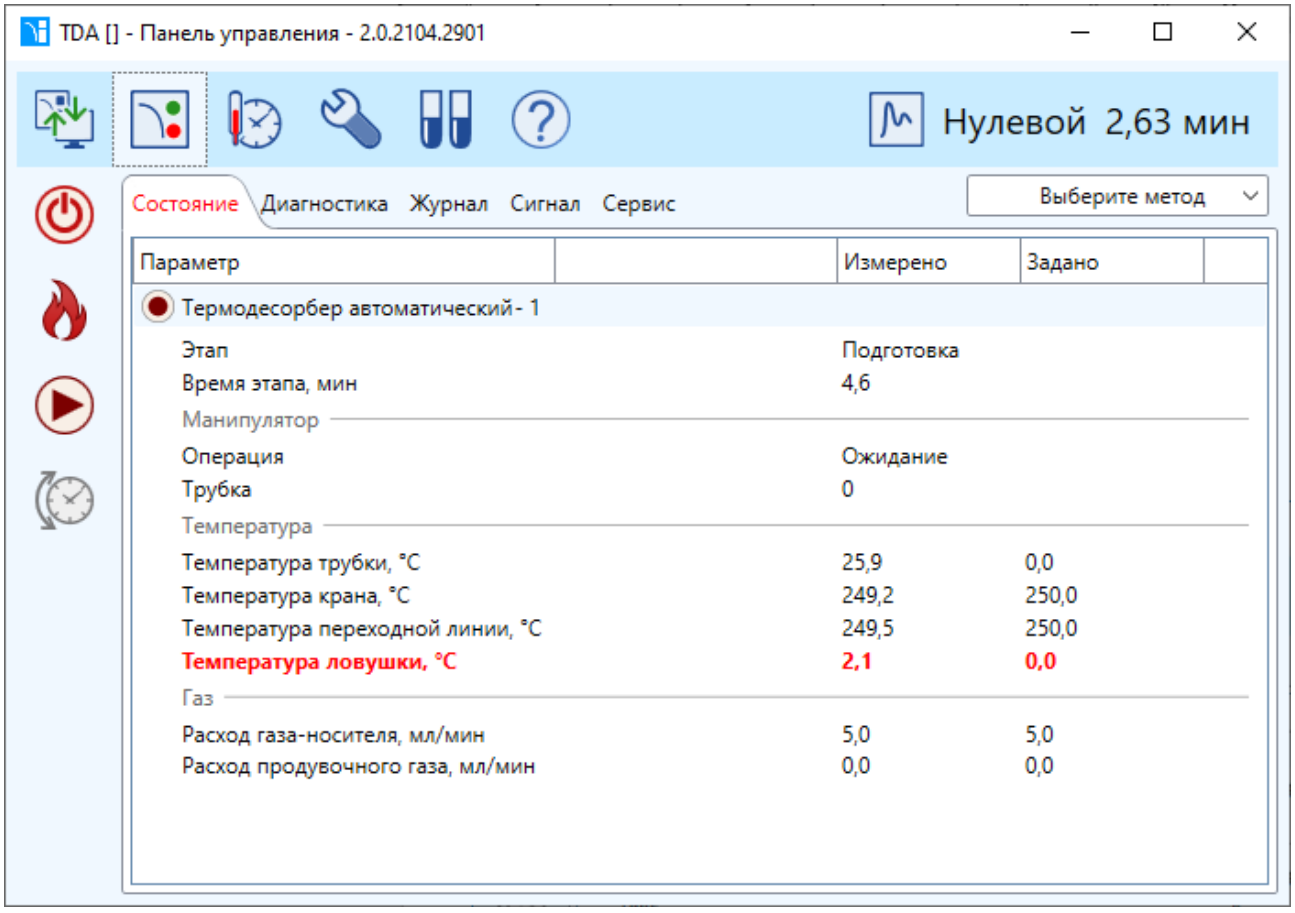
5.9.1 Просмотр состояния

Перейдите на страницу **Состояние**.



На странице **Состояние** отображаются заданные и измеренные параметры, а также этап работы термодесорбера.

Параметры с установившимися значения показаны черным цветом. Если какой-либо параметр вне допуска, то его название отображается красным цветом.



5.9.2 Планировщик

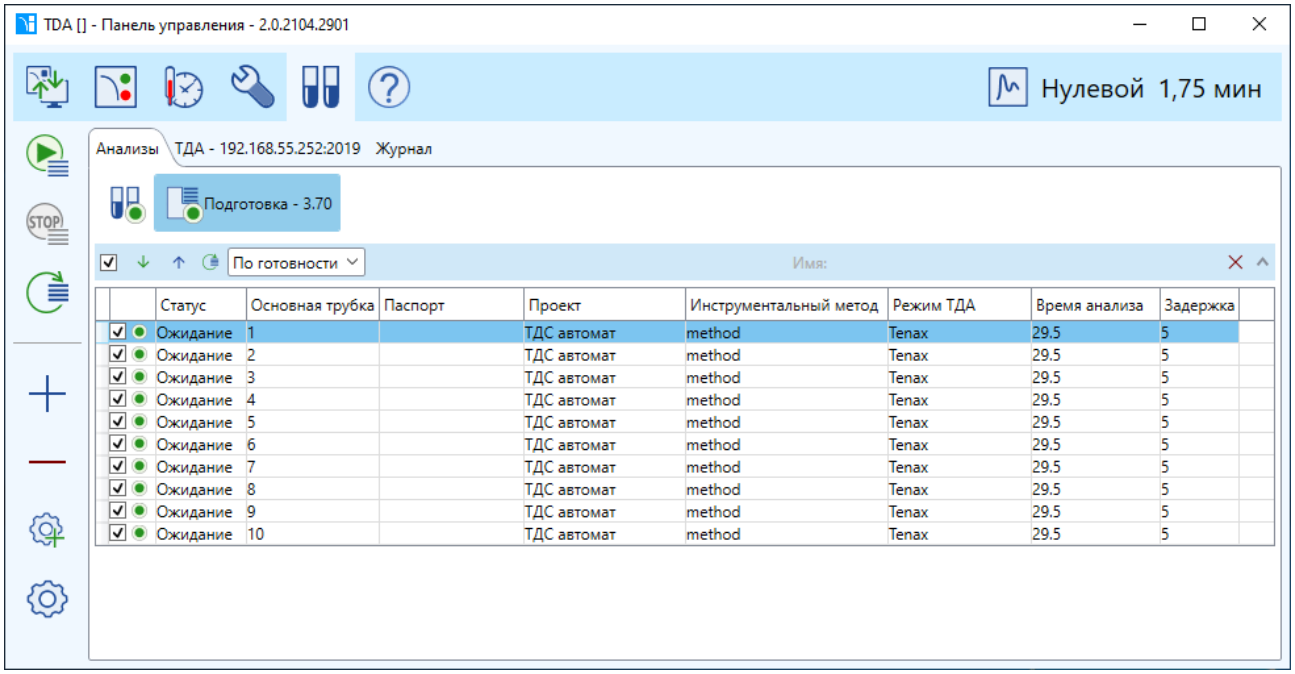
Перейдите на страницу **Планировщик**.

На странице **Планировщик** располагаются следующие закладки:

Анализы. Задается список выполняемых анализов (план работы).

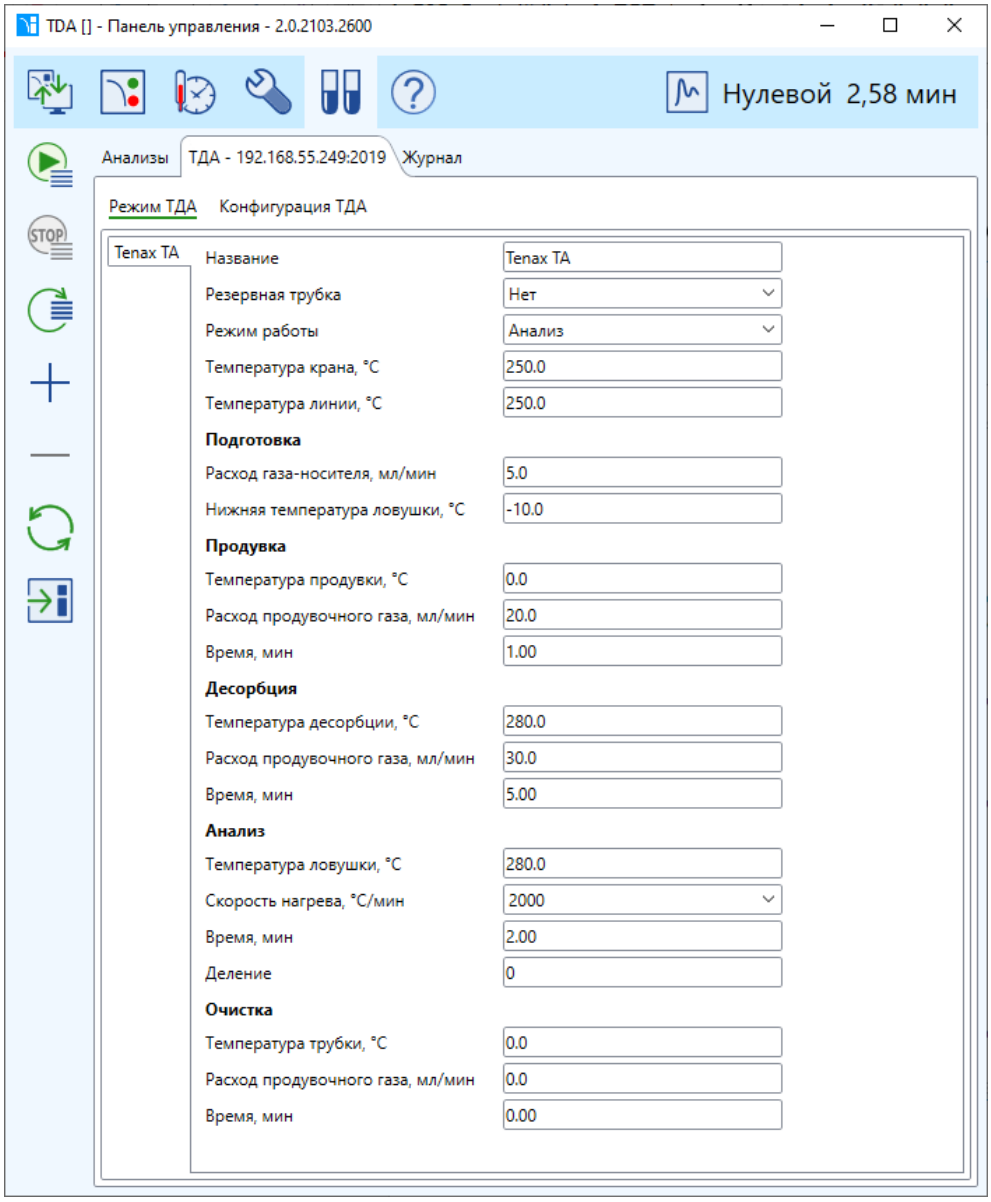
ТДА. Создается метод анализа и устанавливаются основные настройки прибора.

Журнал. Просмотр выполненных операций и ошибок в работе.



5.9.3 Создание метода

Перейдите в закладку **ТДА**, раздел **Режим ТДА**.



Добавьте новый режим.



В ячейке **Название** введите имя режима.

Резервная трубка – Используется в случае установки в термодесорбер опции "Резервная трубка". Данная опция позволяет улавливать части пробы на сорбционной трубке во время десорбции компонентов из ловушки.

Выберите режим работы термодесорбера – Анализ, Кондиционирование, Очистка ловушки, Тест ловушки.

Режим **Анализ** используют при десорбции анализируемых веществ с сорбционной трубки с последующей фокусировкой компонентов в ловушке и дальнейшем вводе веществ в хроматограф.

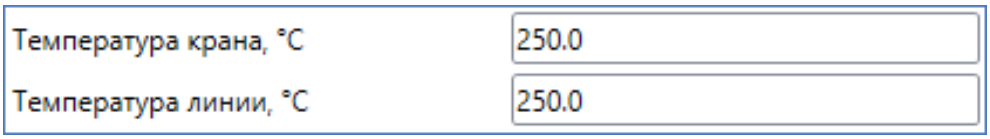
Режим **Кондиционирование** выбирают для удаления загрязнителей с сорбционных трубок, например, перед проведением отбора пробы.

Режим **Очистка ловушки** позволяет удалить с сорбента ловушки летучие загрязнители, например, при установке новой ловушки.

Режим **Тест ловушки** проверяет чистоту ловушки путем ее нагрева и направления потока газа в хроматограф для проведения анализа.

Подробное описание режимов работы приведено в разделе 3.

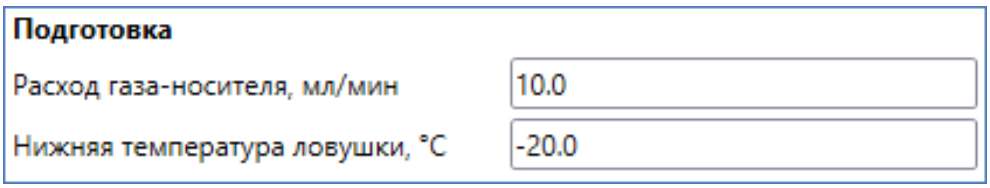
Параметры режима "Анализ"



Температура крана – Нагрев крана необходим для предотвращения конденсации анализируемых компонентов. Рекомендуемая температура крана при анализе летучих органических компонентов от 200 до 250 °C. Диапазон рабочих температур от 150 до 350 °C.

Температура линии – Обогреваемая переходная линия предназначена для переноса анализируемых компонентов из ловушки в хроматографическую колонку. Обычно температуру переходной линии устанавливают равной температуре крана или на 10 °C выше. Диапазон рабочих температур от 40 до 350 °C.

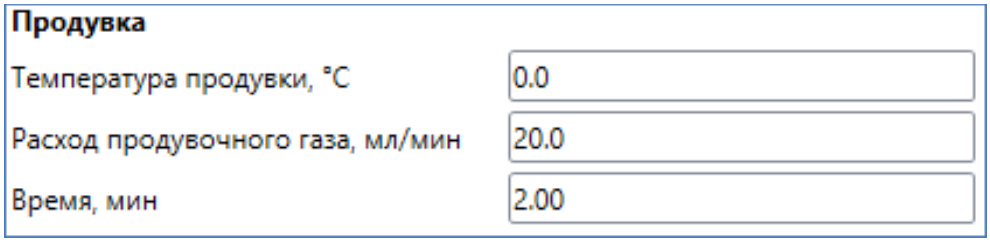
Раздел **Подготовка**



Расход газа-носителя – Рекомендуемое значение от 5 до 15 мл/мин. Расход газа-носителя не должен превышать расход сбросного газа в хроматографе. Диапазон значений от 0 до 200 мл/мин.

Нижняя температура ловушки – Устанавливается во время десорбции компонентов с сорбционной трубки и их концентрирования на сорбенте в охлаждаемой ловушке. Рекомендуемое значение составляет минус 10 °C. При десорбции образцов с высокой влажностью устанавливают температуру ловушки 4 °C. Диапазон температур от минус 20 до 35 °C.

Раздел **Продувка**

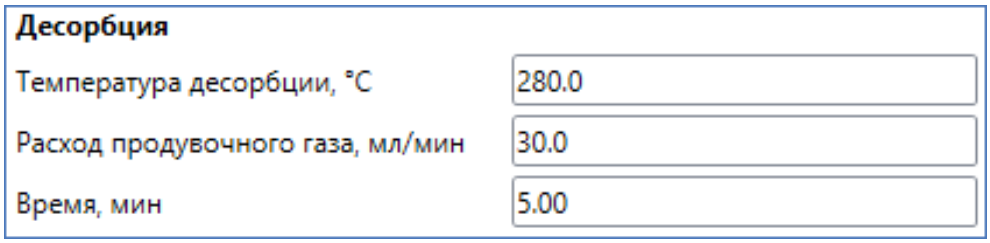


Температура продувки – Рекомендуемое значение для проб с высокой влажностью от 40 до 50 °C. При анализе проб с низкой влажностью рекомендуется устанавливать температуру продувки 0 °C. Для стабильной работы температура продувки должна быть минимум на 5 °C выше температуры окружающей среды. Диапазон значений от 0 до 425 °C. Заданное значение 0 °C подразумевает продувку при комнатной температуре.

Расход продувочного газа – Рекомендуемое значение от 20 до 30 мл/мин. Диапазон значений от 0 до 200 мл/мин.

Время – Рекомендуемое значение от 1 до 2 мин. Диапазон значений от 0 до 15 мин. При задании времени 0, продувка трубки осуществляться не будет.

Раздел **Десорбция**

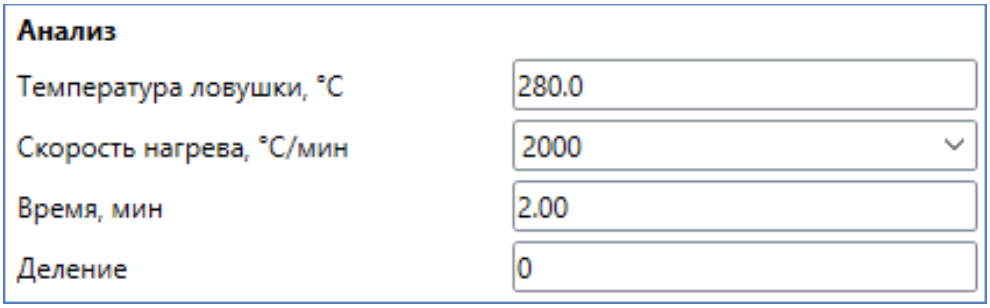


Температура десорбции – Задается во время десорбции анализируемых веществ с сорбционной трубки. Температура десорбции зависит от определяемых компонентов и типа сорбента, приводится в соответствующих методиках выполнения измерений. Диапазон температур от 35 до 425 °C.

Расход продувочного газа – Для достижения оптимальной эффективности десорбции рекомендуется установить расход продувочного газа от 20 до 50 мл/мин. Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин.

Время – Время устанавливают таким образом, чтобы обеспечить максимально полное извлечение анализируемых компонентов с сорбента и их перенос в ловушку. Отсчет времени начинается с момента нагрева. При выборе времени десорбции необходимо учитывать время нагрева термостата до заданной температуры. Например, время нагрева термостата сорбционной трубки до 300 °C составляет около 3 мин. Диапазон значений от 0 до 99 мин.

Раздел **Анализ**



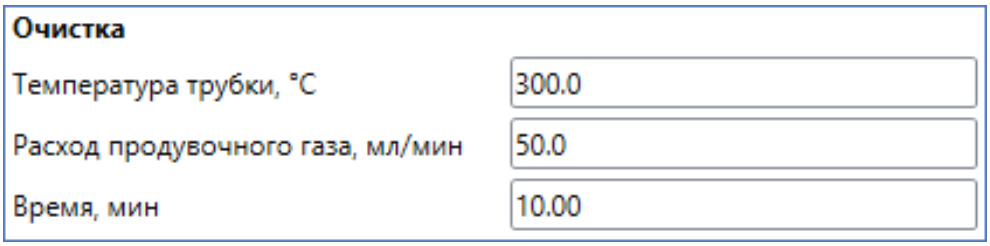
Температура ловушки – Температура ловушки зависит от используемого сорбента. Диапазон температур от 35 до 425 °C.

Скорость нагрева – Выбор значений: 500; 1000; 1500; 2000; 2500; 3000 °C/мин. При быстром нагреве ловушки летучие компоненты переходят в колонку в течение нескольких секунд. Медленный нагрев используется при анализе термолабильных компонентов.

Время – Задается время, в течение которого ловушка будет нагреваться. Рекомендуемое значение от 1 до 2 мин. Диапазон значений от 0 до 15 мин.

Деление – Используется в случае установки в термодесорбер опции "Резервная трубка". При работе с данной опцией часть пробы направляется на сброс или в резервную трубку во время десорбции компонентов с ловушки. При работе с резервной трубкой рекомендуемое значение 1, что означает деление потока 1:1. В случае задания деления потока 0 сброс пробы не производится и анализируемые вещества полностью направляются в колонку. Диапазон значений от 0 до 100.

Раздел **Очистка**

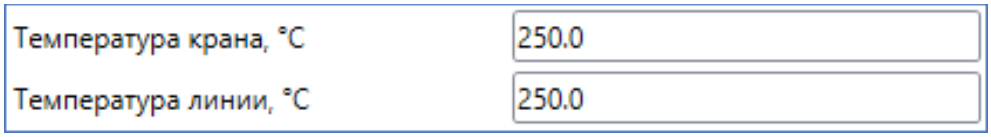


Температура трубки – Задается температура термостата во время очистки сорбционной трубки. Температура очистки трубки зависит от максимальной рабочей температуры сорбента. Обычно устанавливают температуру очистки трубки выше температуры десорбции на величину от 10 до 20 °C. Диапазон температур от 35 до 425 °C.

Расход продувочного газа – Для уменьшения времени очистки трубки рекомендуется задавать расход продувочного газа от 50 до 100 мл/мин. Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин.

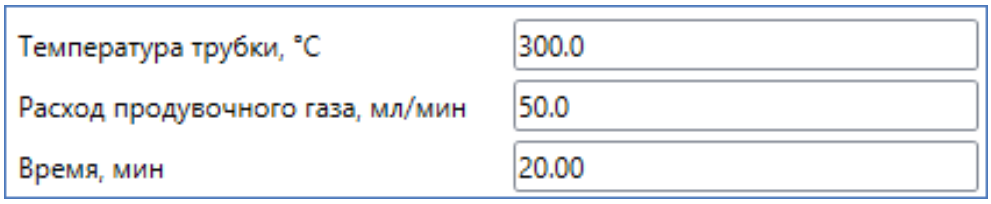
Время – Рекомендуемое время очистки трубки после анализа от 10 до 15 мин. Диапазон значений от 0 до 1440 мин. При задании времени 0, очистка трубки осуществляться не будет.

Параметры режима "Кондиционирование"



Температура крана – Нагрев крана необходим для предотвращения конденсации компонентов. Рекомендуемая температура крана при кондиционировании сорбционных трубок от 250 до 300 °C. Диапазон рабочих температур от 150 до 350 °C.

Температура линии – При кондиционировании сорбционных трубок загрязнения не поступают в переходную линию и хроматограф. Тем не менее, для ускорения выхода прибора на готовность перед и после кондиционирования рекомендуется устанавливать температуру переходной линии по аналогии с анализом. Диапазон рабочих температур от 40 до 350 °C.

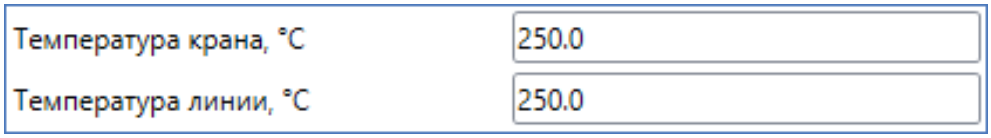


Температура трубки – Температура кондиционирования трубки зависит от максимальной рабочей температуры сорбента. Подробная информация о кондиционировании трубок приведена в п. 6.5. Диапазон температур от 35 до 425 °C.

Расход продувочного газа – Рекомендуемый расход продувочного газа от 50 до 100 мл/мин. Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин.

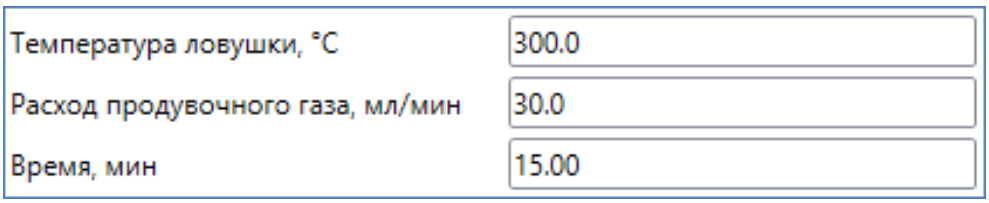
Время – Рекомендуемое время кондиционирования от 15 до 30 мин. Диапазон значений от 0 до 1440 мин.

Параметры режима "Очистка ловушки"



Температура крана – Нагрев крана необходим для предотвращения конденсации компонентов. Рекомендуемая температура крана при очистке ловушки от 250 до 300 °C. Диапазон рабочих температур от 150 до 350 °C.

Температура линии – При очистке ловушки загрязнения не поступают в переходную линию и хроматограф. Тем не менее, для ускорения выхода прибора на готовность перед и после очистки ловушки рекомендуется устанавливать температуру переходной линии по аналогии с анализом. Диапазон рабочих температур от 40 до 350 °C.

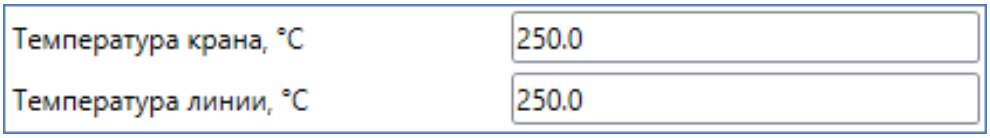


Температура ловушки – Температура очистки ловушки зависит от максимальной рабочей температуры сорбента, которая приведена в паспорте на ловушку. Также о выборе температуры очистки можно ознакомиться в п. 6.7. Диапазон температур от 35 до 425 °C.

Расход продувочного газа – Рекомендуемый расход продувочного газа от 20 до 50 мл/мин. Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин.

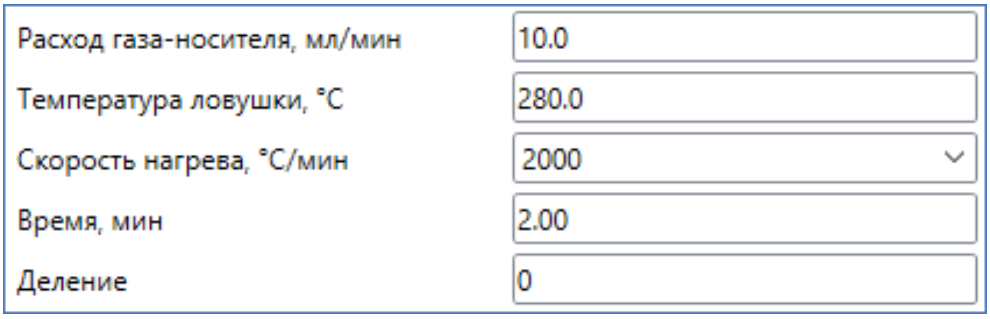
Время – Рекомендуемое время очистки ловушки от 10 до 15 мин. Диапазон значений от 0 до 15 мин.

Параметры режима "Тест ловушки"



Температура крана – Нагрев крана необходим для предотвращения конденсации компонентов. Рекомендуемая температура крана при анализе летучих органических компонентов от 200 до 250 °C. Диапазон рабочих температур от 150 до 350 °C.

Температура линии – Обогреваемая переходная линия предназначена для переноса анализируемых компонентов из ловушки в хроматографическую колонку. Обычно температуру переходной линии устанавливают равной температуре крана или на 10 °C выше. Диапазон рабочих температур от 40 до 350 °C.



Расход газа-носителя – Рекомендуемое значение от 5 до 15 мл/мин. Расход газа-носителя не должен превышать расход сбросного газа в хроматографе. Диапазон значений от 0 до 200 мл/мин.

Температура ловушки – Температура ловушки зависит от используемого сорбента. Диапазон температур от 35 до 425 °C.

Скорость нагрева – Выбор значений: 500; 1000; 1500; 2000; 2500; 3000 °C/мин.

Время – Задается время, в течение которого ловушка будет нагреваться. Рекомендуемое значение от 1 до 2 мин. Диапазон значений от 0 до 15 мин.

Деление – Используется для направления части пробы на сброс во время десорбции компонентов с ловушки. В случае задания деления потока 0 сброс пробы не производится и анализируемые вещества полностью направляются в колонку. Диапазон значений от 0 до 100.

5.9.4 Работа с ручным термодесорбером

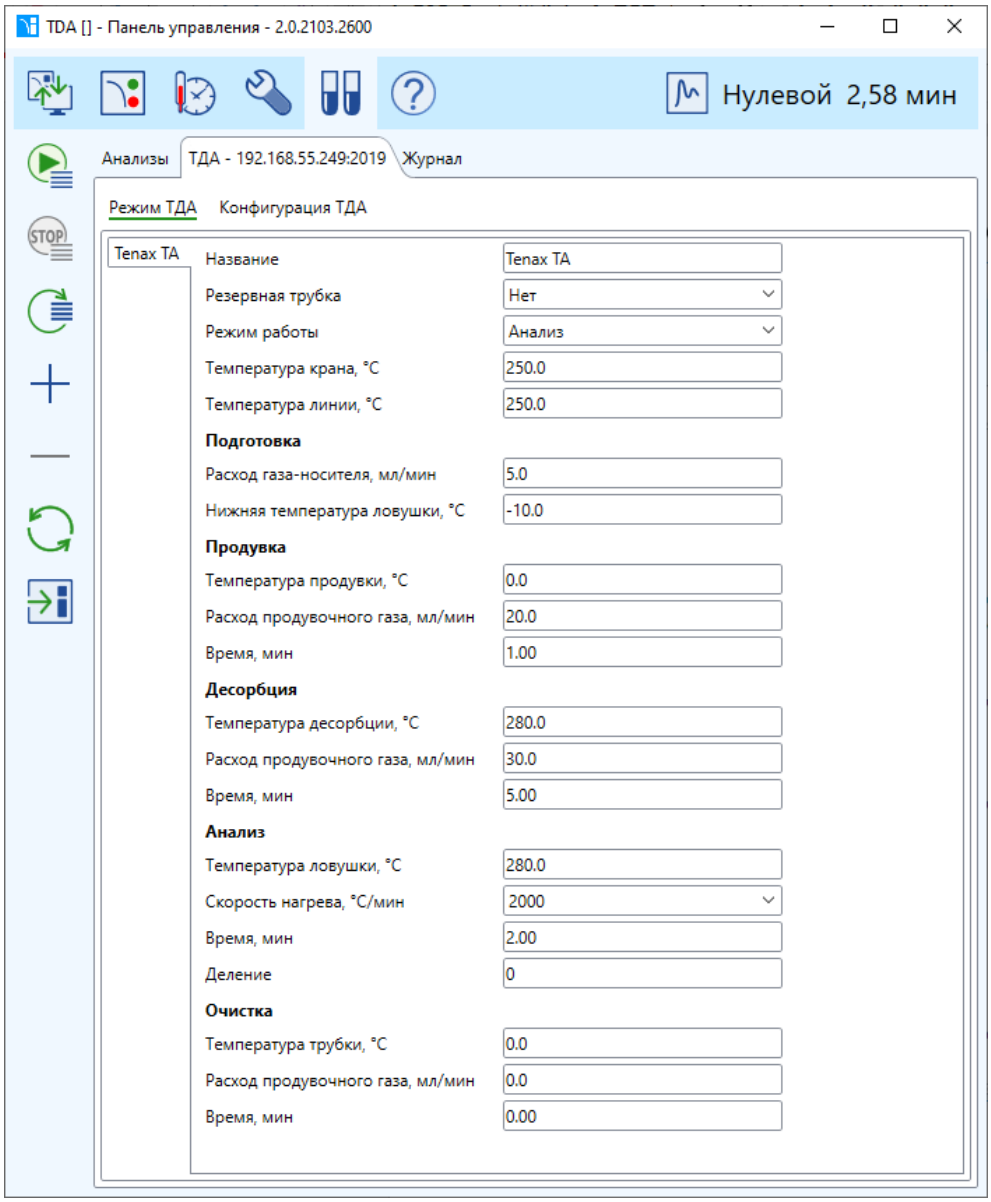
Перейдите в закладку **ТДА**.

Выберите раздел **Режим ТДА**.

Выберите метод.

Нажмите кнопку **Применить**.





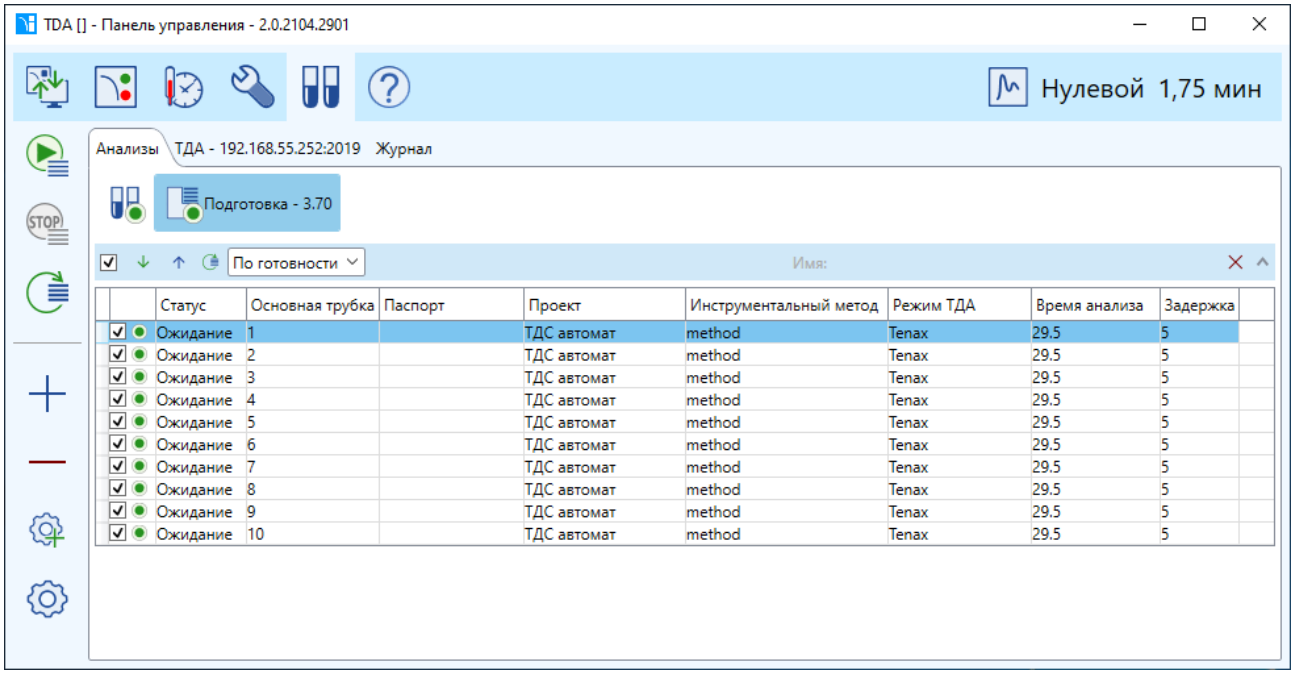
После выхода на этап "Готовность" установите сорбционную трубку.

Нажмите кнопку **Старт**.

5.9.5 Работа с планировщиком

Перейдите в закладку **Анализы**.

Создание последовательности



Добавьте в таблицу анализов новую строку.



Заполнить следующие ячейки:

- **Основная трубка** – Позиция сорбционной трубки в лотке.
- **Резервная трубка** – Позиция резервной трубки в лотке (если используется).
- **Проба** – Название анализируемой пробы (сохраняется в паспорте хроматограммы).
- **Режим ТДА** – Метод (режим работы) термодесорбера (п. 5.9.3).
- **Проект** – Выбор проекта для записи хроматограмм.
- **Метод** – Инструментальный метод (режим хроматографа).
- **Назначение** – Назначение хроматограммы (Анализ, Градуировка, Контрольный образец, Нулевая линия).
- **Время анализа** – При работе с хроматографами серии "Хроматэк-Кристалл" время анализа задается в инструментальном методе. Если термодесорбер используется с хроматографами сторонних производителей, то время анализа указывается вручную. Данный параметр необходим для проведения десорбции следующей пробы во время текущего анализа. Десорбция завершается одновременно с готовностью хроматографа к следующему анализу, что повышает производительность комплекса.

- **Задержка** – Задержка выхода хроматографа на готовность после завершения анализа. Это время, необходимое для охлаждения термостата колонки до начальной температуры анализа. В свою очередь скорость охлаждения термостата колонки зависит от температуры окружающей среды. Поэтому время задержки необходимо задавать достаточным, чтобы учитывать возможные изменения в скорости охлаждения.

При необходимости также заполните ячейки **Комментарии**, **Оператор** и т.д.

По аналогии добавьте и заполните следующие строки анализов.

Запуск последовательности

На боковой панели нажмите кнопку **Старт**.



Приостановление выполнения последовательности

На боковой панели нажмите кнопку **Пауза**.



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

Остановка выполнения последовательности

На боковой панели нажмите кнопку **Стоп**.



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

Остановка выполнения текущего анализа

Перейдите на страницу **Состояние**.



На боковой панели нажмите кнопку **Стоп**.



Если анализ был остановлен во время этапа "Десорбция" и часть компонентов попала в ловушку, то перед запуском следующего анализа необходимо провести очистку ловушки.

Добавление анализа в выполняемую последовательность

Нажмите иконку "+" на боковой панели. Заполните появившуюся строку, указав номер трубки, метод и т.д.

Изменение порядка выполнения анализов в последовательности

Удерживая левую кнопку мыши перетащите строку в требуемую позицию.

Для исключения случайного изменения содержания ячеек захватывайте строку, выбрав ячейки "Этапы работы" или "Статус".

Перемещение текущего и следующего за ним анализа невозможно.

Пропуск анализа в последовательности

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

Удаление строки из последовательности

Левой кнопкой мыши выделите строку, которую необходимо удалить.

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

Зацикливание последовательности

Нажмите иконку "Зациклить" на боковой панели.



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

Сохранение последовательности

Нажмите иконку **Настройка**.



Выберите **Сохранить последовательность**. Введите имя и нажмите кнопку **Сохранить**.



Загрузка последовательности

Нажмите иконку **Настройка**.



Нажмите **Загрузить последовательность**. Выберите файл с сохраненной ранее последовательностью и нажмите кнопку **Открыть**.



5.10 Проверка готовности к использованию

Проверка готовности термодесорбера к использованию заключается в контроле относительного СКО (среднего квадратического отклонения) выходного сигнала хроматографа.

Необходимые материалы

- Контрольная смесь – толуол в метаноле (или ацетоне) с концентрацией от 0.1 до 1.0 мг/мл
- Сорбционная трубка Tenax TA 6.452.065
- Устройство ввода в сорбционную трубку 5.885.023
- Микрошприц объемом 10 мкл (например, SGE-Chromatec-02)
- Капиллярная колонка BPX-Volatile 60 m × 0.32 mm × 1.8 µm (допускается использовать колонку с другой фазой и другой длины, обеспечивающей разделение анализируемых веществ)

5.10.1 Кондиционирование сорбционной трубки

Перед проведением проверки сорбционная трубка должна быть предварительно прокондиционирована.

Таблица 5.1 – Параметры кондиционирования сорбционной трубки Tenax TA

Параметр	**Значение**
Температура крана	250 °C
Температура линии	250 °C
Герметичность	1 кПа
Температура трубки	300 °C
Расход продувочного газа	50 мл/мин
Время очистки	20 мин

5.10.2 Очистка ловушки

Очистку ловушки проводят согласно приведенным ниже параметрам.

Таблица 5.2 – Параметры очистки ловушки Tenax TA

Параметр	**Значение**
Температура крана	250 °C
Температура линии	250 °C
Герметичность	1 кПа
Температура ловушки	300 °C
Расход продувочного газа	30 мл/мин
Время очистки	15 мин

5.10.3 Проверка термодесорбера

Задают следующие режимы работы термодесорбера и хроматографа.

Таблица 5.3 – Режим работы термодесорбера

Параметр	**Значение**
Конфигурация	
Температура крана	200 °C
Температура переходной линии	200 °C
Газ-носитель	гелий
Продувочный газ	гелий
Герметичность	1 кПа
Подготовка	
Температура ловушки (нижняя)	минус 10 °C
Расход газа-носителя	5 мл/мин
Продувка	
Температура продувки	0 °C
Расход продувочного газа	20 мл/мин
Время продувки	2 мин
Десорбция	
Температура десорбции	270 °C
Расход продувочного газа	30 мл/мин

Параметр	Значение
Время десорбции	5 мин
Анализ	
Температура ловушки (верхняя)	270 °C
Скорость нагрева ловушки	2000 °C/мин
Время нагрева	2 мин

Таблица 5.4 – Режим работы хроматографа (с детектором ПИД и капиллярным испарителем)

Параметр	Значение
Температура термостата колонок	150 °C
Температура испарителя	200 °C
Давление газа-носителя (гелий)	120 кПа*
Сброс пробы	1:20
Температура детектора ПИД	250 °C
Расход водорода	25 мл/мин
Расход воздуха	250 мл/мин

* Значения температуры термостата колонок и давления газа-носителя приведено для колонки BPX-Volatile 60 m × 0.32 mm × 1.8 µm. При использовании другой колонки параметры анализа выбираются таким образом, чтобы обеспечивалось разделение толуола от растворителя.

Порядок проведения анализа:

- Сорбционную трубку подключают к устройству ввода в сорбционную трубку.
- В сорбционную трубку микрошприцем вводят 1 мкл контрольной смеси.
- Трубку продувают инертным газом с расходом 100 мл/мин в течение 1 мин.
- Устанавливают сорбционную трубку в лоток термодесорбера и запускают анализ.
- Выполняют серию в количестве от пяти до десяти анализов.
- В программе "Хроматэк Аналитик" рассчитывают СКО по времени удерживания и площади пика, значения которых должны быть не более 2,0 %.

Типовая хроматограмма анализа контрольной смеси показан ниже (Рисунок 5.1).

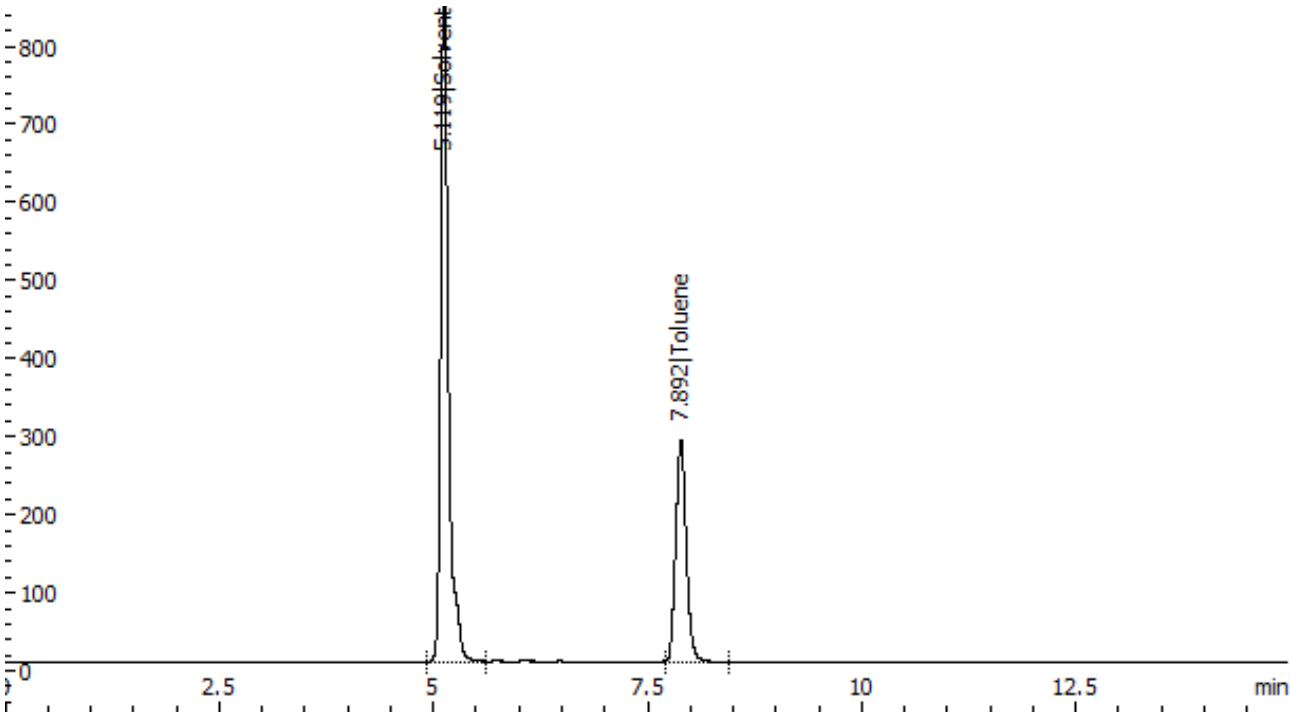


Рисунок 5.1 – Хроматограмма контрольной смеси

При проверке готовности термодесорбера к использованию допускается применять другие детекторы, хроматографические колонки, устанавливать другие параметры работы термодесорбера и хроматографа и прочие условия проведения измерений, предусмотренные нормативной документацией по проведению анализа (ГОСТ, МУК, МВИ и т.д.). В этом случае требования по сходимости результатов между параллельными измерениями (контролю относительного СКО) также оговаривается этой нормативной документацией.

5.11 Выключение термодесорбера

Термодесорбер можно выключать, не дожидаясь охлаждения всех узлов (кран-переключатель, переходная линия, термостат сорбционной трубки).

- В случае выполнения последовательности нажмите кнопку **Стоп** и подождите пока трубка будет перемещена в лоток.
- На задней панели термодесорбера переключите кнопку **Сеть** в положение выключено.

6 Разработка методики анализа

6.1 Принцип термодесорбции

Метод термодесорбции заключается в извлечении летучих компонентов с сорбента при нагревании в потоке инертного газа и их ввод в аналитическую систему (газовый хроматограф).

Самым простым вариантом является одностадийная термодесорбция (Рисунок 6.1). В этом случае вещества напрямую переносятся из сорбционной трубки в хроматографическую колонку. Поскольку объем сорбента в трубке является достаточно большим, невозможно обеспечить "мгновенную" десорбцию компонентов. Это приводит к получению широких пиков, что ухудшает хроматографическое разделение.

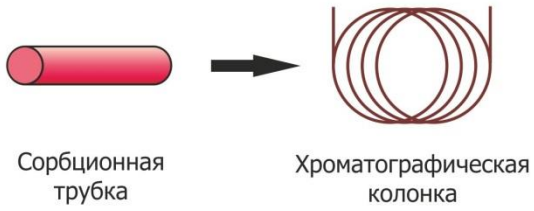


Рисунок 6.1 – Одностадийная термодесорбция

Для ввода узкой зоной анализируемых веществ в хроматографическую колонку используют двухстадийную термодесорбцию. При проведении двухстадийной термодесорбции компоненты, извлеченные из сорбционной трубки, предварительно фокусируются и после этого узкой зоной направляются в хроматографическую колонку (Рисунок 6.2). Существует два основных способа фокусирования компонентов:

- криофокусировка в капилляре;
- улавливание в холодной ловушке.

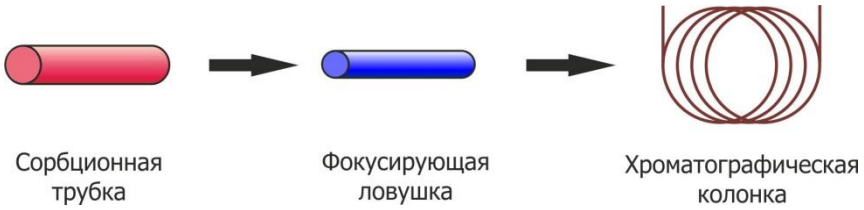


Рисунок 6.2 – Двухстадийная термодесорбция

Криофокусировка осуществляется в кварцевом капилляре внутренним диаметром от 0,18 до 0,53 мм, который погружается в жидкий азот. Криофокусировка хорошо подходит для концентрирования высоко летучих компонентов. Однако она имеет определенные недостатки. Во-первых, в этом варианте расходуется большое количество жидкого азота. Во-

вторых, содержащаяся в сорбционной трубке влага может привести к закупориванию капилляра.

Альтернативным вариантом фокусирования является улавливание компонентов в ловушке. Ловушка заполнена сорбентом и охлаждается с помощью элементов Пельтье. Использование сорбента позволяет концентрировать даже самые летучие компоненты без применения жидкого азота. В тоже время небольшой объем сорбента дает возможность проведения быстрой десорбции и ввода пробы в хроматографическую колонку узкой зоной.

6.2 Применение термодесорбции

Основная область применения термодесорбции – анализ летучих и малолетучих органических соединений в атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны и замкнутых помещений, а также для оценки выделений строительных материалов и бытовых предметов.

Термодесорбция также используется для анализа летучих органических соединений (ЛОС) в твердых пробах, например, для определения остаточных растворителей в фармацевтических продуктах, упаковочных материалах, мономеров в полимерах, запаха и ароматов в пищевых продуктах и т.д.

Метод термодесорбции может использоваться для анализа разнообразных компонентов, определение которых возможно на газовом хроматографе. Диапазон анализируемых веществ ограничен летучестью, вещества с температурой кипения выше 400 °C определяются не количественно. Термодесорбция не позволяет анализировать вещества, температура разложения которых ниже температуры десорбции.

6.3 Цели разработки методики

Разработка методики анализа подразумевает достижение следующих целей:

- Полностью уловить анализируемые вещества из отбираемого воздуха на сорбент (без "проскока").
- Полностью десорбировать вещества из сорбционной трубки.
- Полностью сфокусировать вещества на ловушке.
- Перевести все вещества в хроматографическую колонку узкой зоной.
- Исключить влияние артефактов при отборе пробы и анализе.

Достижение этих целей осуществляется подбором необходимого сорбента, выбором метода и условий отбора пробы, а также режима работы термодесорбера.

6.4 Выбор сорбционных трубок

Сорбент должен во время отбора пробы удерживать анализируемые вещества, а во время десорбции легко их отдавать. По степени улавливания компонентов сорбенты условно разделяют на слабые, средние и сильные. Слабые сорбенты хорошо улавливают малолетучие компоненты, средние – летучие, а сильные – высоколетучие. Рекомендации по выбору сорбента приведены в таблице 6.1.

Таблица 6.1 – Рекомендации по использованию сорбентов

Сорбент	**Диапазон летучести аналитов**	**Макс. рабочая температура, °С**	**Удельная поверхность, $м^2/г$**	**Примеры анализируемых веществ**
Tenax TA	Температура кипения от 100 до 400 °С. От *н*-С6 до *н*-С26	350	35	Ароматические неполярные соединения (с температурой кипения более 100 °С) и менее летучие полярные соединения (с температурой кипения более 150 °С)
Tenax GR	Температура кипения от 100 до 450 °С. От *н*-С7 до *н*-С30	350	35	Алкилбензолы, ПАУ и ПХБ в парообразном состоянии, а также соединения, указанные для Tenax TA
Carbopack X	От *н*-С3 до *н*-С5	400	240	Летучие углеводороды, ароматические соединения
Carbopack B	От *н*-С5 до *н*-С12	400	100	Разнообразные ЛОС, включая кетоны, спирты, альдегиды (с температурой кипения более 75 °С), все неполярные соединения в указанном диапазоне летучести и перфторуглеродные газы в следовых количествах
Carbopack C	От *н*-С8 до *н*-С20	400	12	Алкилбензолы и алифатические соединения
Carbosieve S-III	Температура кипения от минус 60 до 80 °С. От *н*-С2 до *н*-С5	400	800	Высоколетучие соединения от этана, летучие галогенсодержащие вещества и фреоны
Carboxen 1000	Температура кипения от минус 60 до 80 °С. От *н*-С2 до *н*-С4	400	1200	Высоколетучие углеводороды, летучие галогенсодержащие вещества и фреоны

Если проба состоит из смеси компонентов с широким диапазоном температур кипения, рекомендуется использовать трубки с несколькими слоями различных сорбентов. При этом следует выбирать сорбенты с близкими температурами десорбции (разница не должна превышать 50 °C), в противном случае будет невозможно прокондиционировать более термостойкий сорбент без разрушения менее термостойкого.

Если состав анализируемой пробы неизвестен, то рекомендуется применять универсальные сорбционные трубки, содержащие три сорбента разной силы. Такие трубки позволяют уловить практически все вещества.

При работе с термодесорбером используют сорбционные трубки длиной 89 мм и внешним диаметром 6,35 мм. Трубки могут быть изготовлены из стекла, нержавеющей стали или другого инертного материала. При анализе химически активных веществ, таких как серосодержащие соединения, следует использовать стеклянные трубки или металлические с инертным покрытием. Трубка, заполненная сорбентом, схематично показана на рисунке Рисунок 6.3 – .

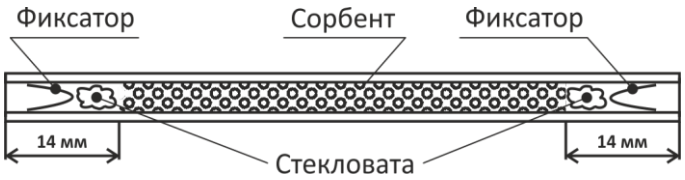


Рисунок 6.3 – Сорбционная трубка

Если трубка содержит несколько сорбентов, то они располагаются по порядку увеличения их силы и отделены друг от друга слоем стекловаты. Таким образом, проба вводится в направлении от слабого сорбента к сильному, малолетучие компоненты улавливаются слабым сорбентом, а высоколетучие – сильным. Направление отбора пробы показано стрелкой. Десорбция происходит в обратном направлении и малолутечие компоненты не контактируют с сильным сорбентом, что могло бы привести к их необратимой сорбции (Рисунок 6.4).

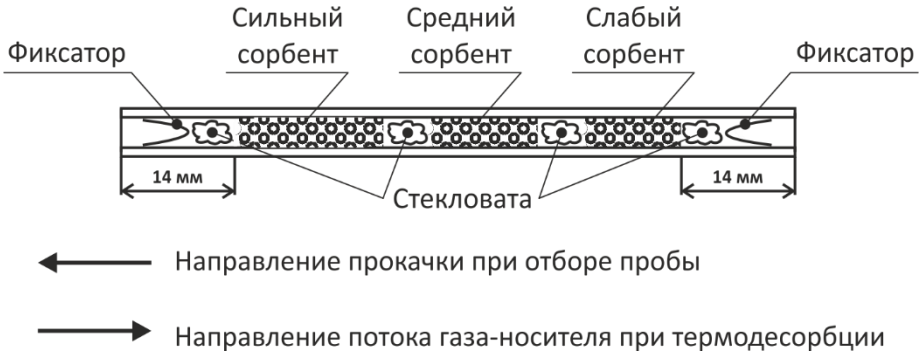


Рисунок 6.4 – Многослойная сорбционная трубка

Возможные варианты сорбционных трубок в комплекте с заглушками для хранения приведены в таблице Таблица 6.2.

Таблица 6.2 – Сорбционные трубки

Наименование	Диапазон летучести аналитов	Металлическая трубка	Стеклянная трубка	Металлическая трубка с инертным покрытием
Tenax TA	C6 – C26	6.452.065	6.452.067	6.452.090
Carbon 1	C6 – C20	6.452.065-38	6.452.067-38	6.452.090-38
Universal	C2/C3 – C30	6.452.065-37	6.452.067-37	6.452.090-37
VVOC	C2 – C4	6.452.065-41	6.452.067-41	6.452.090-41
SVOC	C6 – C40	6.452.065-42	6.452.067-42	6.452.090-42
TO-17 Style 1	C6 – C30	6.452.065-14	6.452.067-14	6.452.090-14
Air Toxics TO-17 Style 2	C2/C3 – C14	6.452.065-36	6.452.067-36	6.452.090-36
Carbon 2 TO-17 Style 3	C3 – C20	6.452.065-39	6.452.067-39	6.452.090-39
Material Emission	C4 – C30	6.452.065-43	6.452.067-43	6.452.090-43
Soil Gas	C4 – C40	6.452.065-44	6.452.067-44	6.452.090-44
BTEX EPA 325	C3 – C8	6.452.065-40	6.452.067-40	6.452.090-40
Sulfur	C3 – C8	6.452.065-45	6.452.067-45	6.452.090-45

6.5 Кондиционирование сорбционных трубок

Кондиционирование трубок используется для удаления с сорбента примесей. Кондиционирование можно проводить непосредственно в термодесорбере или в десорбере 5.886.045-01 – устройстве для очистки сорбционных трубок.

При первом кондиционировании желательно повышать температуру постепенно через три или четыре ступени. Финальную температуру кондиционирования устанавливают на величину от 20 до 30 °C выше температуры десорбции. Для быстрого удаления примесей используйте высокий расход инертного газа (100 мл/мин для однослойных трубок или 50 мл/мин для комбинированных). Время кондиционирования новой трубки зависит от типа сорбента и температуры, но в любом случае оно должно быть не менее 1 ч.

При последующем кондиционировании трубки температуру можно задавать на величину от 10 до 20 °C выше температуры десорбции, а время от 15 до 30 мин.

Температура кондиционирования не должна превышать максимальную рабочую температуру сорбента (Таблица 6.1).

Рекомендуемые максимальные температуры кондиционирования трубок в зависимости от сорбента (Таблица 6.3). Температура кондиционирования многослойных трубок выбирается по

самому термолабильному сорбенту. Например, максимальная температура кондиционирования трубок, заполненных Tenax GR, Carbopack B и Carbosieve S-III, составляет 330 °C.

Таблица 6.3 – Максимальные температуры кондиционирования

Сорбент	**Максимальная температура кондиционирования, °C**
Tenax TA	330
Tenax GR	330
Carbopack X	350
Carbopack B	350
Carbopack C	350
Carbosieve S-III	350
Carboxen 1000	350

При кондиционировании трубок в термодесорбере для исключения конденсации загрязнений задают температуру крана выше 250 °C.

После кондиционирования рекомендуется проверить трубку на чистоту, проведя холостой анализ. В случае наличия примесей повторить процедуру кондиционирования.

Прокондиционированные сорбционные трубки следует хранить с установленными заглушками или в герметичном контейнере. Подробное описание хранения сорбционных трубок приведено в п.6.11.

6.6 Выбор ловушки

В большинстве случаев ловушка должна быть заполнена таким же сорбентом, который используется в сорбционной трубке. Поскольку ловушка концентрирует вещества при низкой температуре и через нее пропускается небольшой объем газа, ее можно заполнить более слабым сорбентом, чем тот, который используется в трубке.

Если ловушка заполнена несколькими сорбентами, то более слабый из них располагается со стороны сужения (Рисунок 6.5).

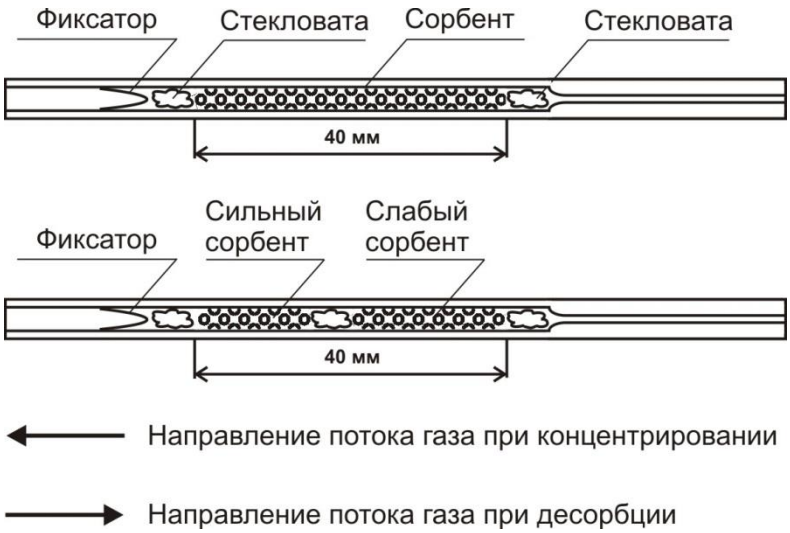


Рисунок 6.5 – Ловушки

При десорбции веществ из ловушки поток газа направляется в противоположном направлении, чем при концентрировании. Различное направление потока газа препятствует контакту малолетучих веществ с сильным сорбентом, что могло бы привести к их необратимой сорбции.

Перед использованием новая ловушка должна быть прокондиционирована (п. 6.7).

6.7 Очистка ловушки

Очистка ловушки используется для удаления из нее примесей перед проведением анализа.

Для проведения очистки ловушки в термостат сорбционной трубки устанавливается пустая трубка.

С целью исключения конденсации загрязнений задают температуру крана выше 250 °С.

Температуру очистки обычно задают на величину от 10 до 20 °С выше верхней температуры ловушки. Однако она не должна превышать максимальную рабочую температуру сорбента (Таблица 6.3).

Рекомендуемый расход продувочного газа во время очистки ловушки 20 – 50 мл/мин.

Обычно для очистки ловушки достаточно от 10 до 15 мин.

6.8 Тест ловушки

Тест ловушки используется для проверки чистоты ловушки после ее очистки.

Для осуществления теста ловушки в термостат сорбционной трубки устанавливается пустая трубка.

Режим теста ловушки обычно соответствует режиму выполнения анализа.

6.9 Отбор пробы

Отбор пробы следует проводить на предварительно кондиционированные сорбционные трубки. Сорбционные трубки при длительном хранении могут сорбировать органические загрязнения из окружающего воздуха, даже если они хранились заглушенными в герметичном контейнере.

При анализе воздуха могут использоваться следующие методы отбора пробы:

- активный;
- диффузионный (пассивный).

6.9.1 Активный отбор пробы

Отбор пробы осуществляется путем прокачки воздуха через сорбционную трубку с помощью аспиратора с постоянной скоростью в течение определенного времени.

Аспиратор должен обеспечивать максимальную скорость отбора воздуха 200 мл/мин при противодавлении 5 кПа.

Подключение сорбционных трубок к аспиратору осуществляется с помощью штуцеров 8.652.506 или 8.652.507 в зависимости от модели аспиратора (Рисунок 6.6). Стрелка на трубке показывает направление отбора пробы, а маркированный конец металлических трубок – вход пробы. Таким образом, при использовании комбинированных трубок проба сначала должна проходить через слабый сорбент, а потом через сильный.

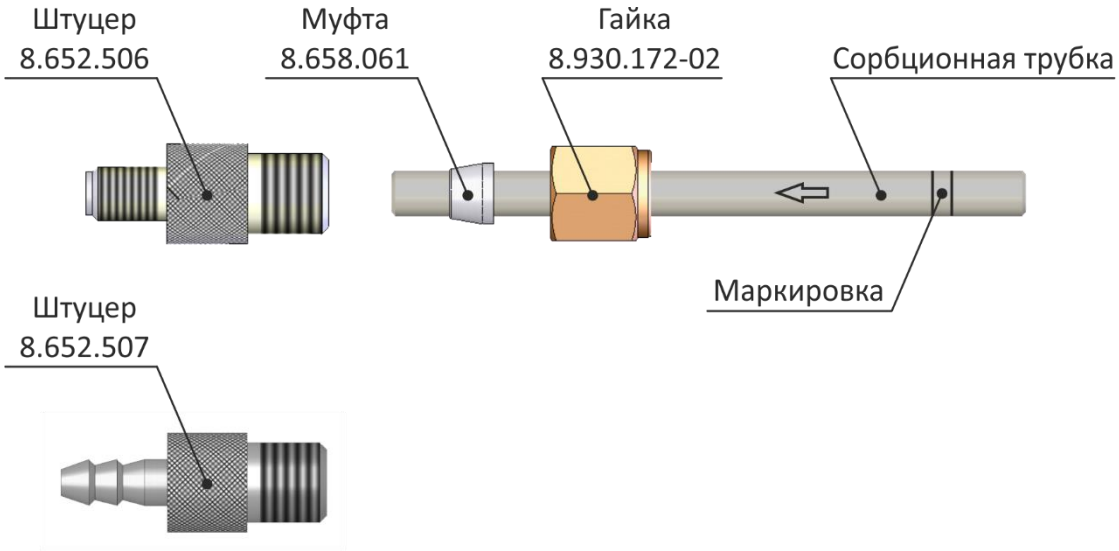


Рисунок 6.6 – Подключение сорбционной трубки к аспиратору

Для последовательного соединения нескольких сорбционных трубок используют штуцер 8.652.613 (Рисунок 6.7).

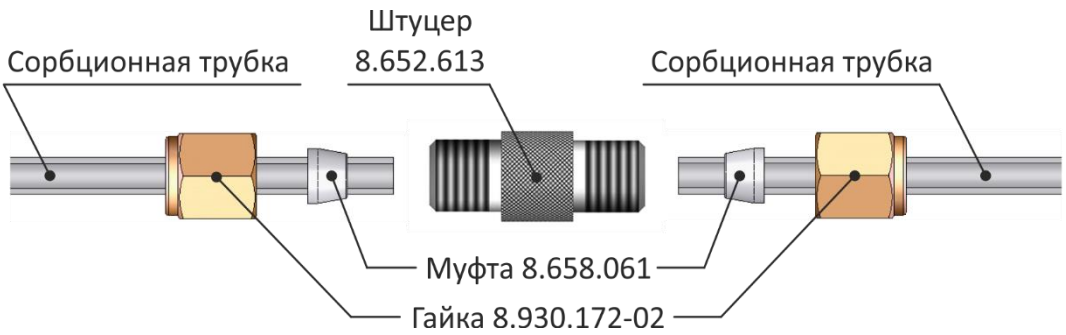


Рисунок 6.7 – Последовательное соединение сорбционных трубок

Рекомендуемый расход воздуха через трубку от 50 до 200 мл/мин. Указанный диапазон ограничен следующими факторами: при низком расходе диффузия анализируемых компонентов приводит к большим погрешностям анализа, а при слишком большом расходе возможен "проскок" веществ через трубку.

Объем прокачиваемого через трубку воздуха определяется конкретной методикой анализа. Минимальный объем пробы определяется чувствительностью детектора, а максимальный – емкостью сорбента.

Массы анализируемых веществ, отобранных на сорбент, зависят от типа пробы и объема прокаченного воздуха (Таблица 6.4).

Таблица 6.4 – Масса вещества, отобранная на сорбент в зависимости от типа пробы

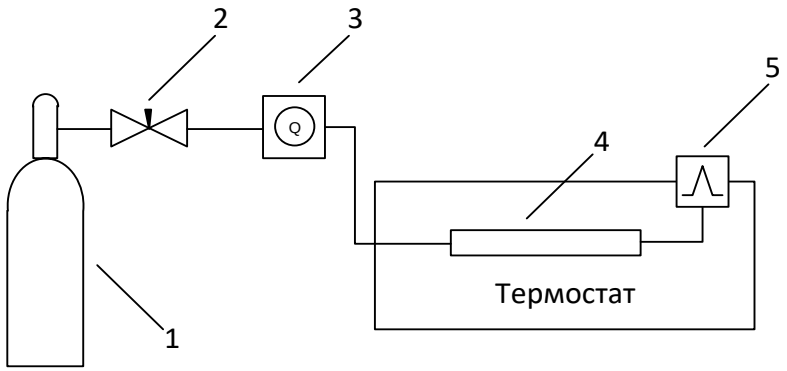
Тип пробы	**Ожидаемая концентрация, мкг/м^3**	**Масса вещества, нг, при отборе объема воздуха**		
		1 л	**2 л**	**10 л**
Загрязненный городской воздух	10 – 1000	10 – 1000	20 – 2000	100 – 10000
Воздух внутри помещения	5 – 500	5 – 500	10 – 1000	50 – 5000
Обычный городской воздух	5 – 50	5 – 50	10 – 100	50 – 500
Обычный сельский воздух	0,5 – 5	0,5 – 5	1 – 10	5 – 50
Лес	1 – 10	1 – 10	2 – 20	10 – 100
Очищенный воздух	0,1 – 20	0,1 – 20	0,2 – 40	1 – 200

Емкость сорбента в трубке характеризуют объемом "проскока" и удерживаемым объемом.

Объем "проскока" – это объем газовой смеси, который может быть пропущен через сорбционную трубку до того, как содержание элюированного вещества достигнет уровня 5 % его содержания в исходной смеси.

Объем "проскока" определяется с использованием градуировочных газовых смесей с концентрацией компонентов от 1 до 10 мг/м^3. Собирают систему, состоящую из источника

градуировочной газовой смеси, регулятора с измерителем расхода, сорбционной трубки и детектора ПИД или другого детектора (Рисунок 6.8).



1 – Источник градуировочной газовой смеси; 2 – Вентиль тонкой регулировки; 3 – Измеритель расхода; 4 – Трубка сорбционная; 5 – Детектор.

Рисунок 6.8 – Схема устройства для определения объема "проскока"

Градуировочную газовую смесь пропускают через сорбционную трубку с известным постоянным расходом в диапазоне от 20 до 200 мл/мин. В этом диапазоне устанавливают расход газовой смеси, соответствующий расходу при пробоотборе. Фиксируют время начала поступления газа в систему. После прохождения через сорбционную трубку анализируемое вещество попадает в детектор, что приводит к появлению сигнала. Измерения продолжают до достижения плата на хроматограмме. Определяют время, за которое был достигнут уровень 5 % от максимального сигнала.

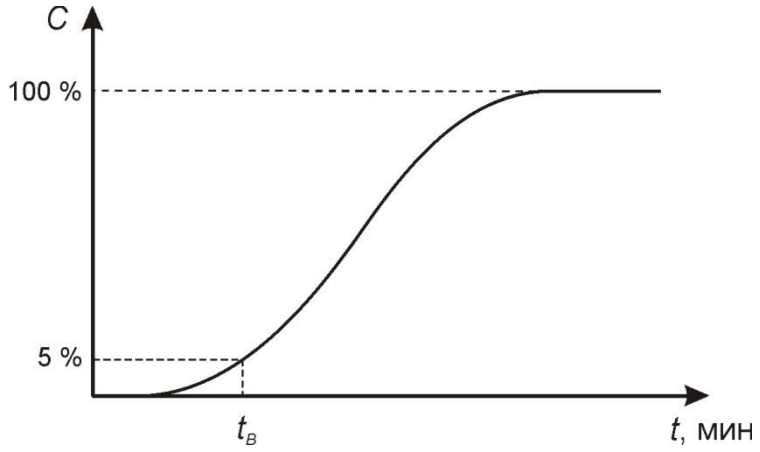


Рисунок 6.9 – Определение объема "проскока"

Объем проскока V_B, л, рассчитывают по формуле:

$$V_B = F \cdot t_B,$$

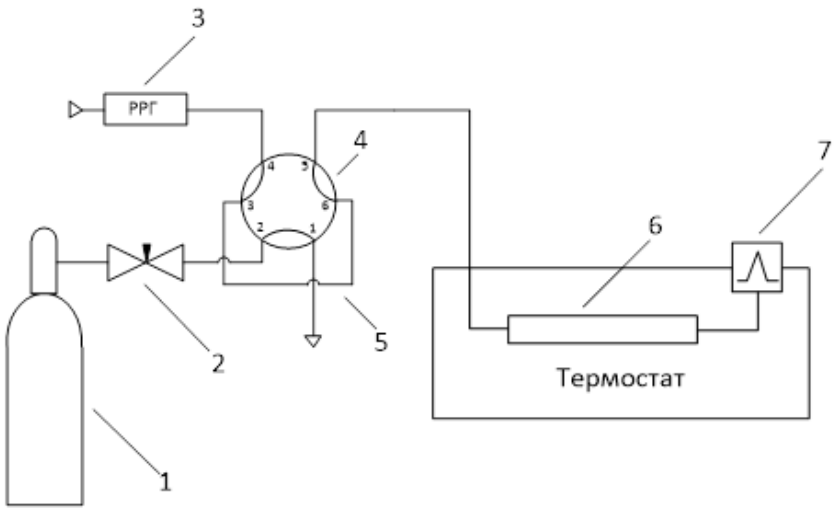
где F – расход газа, л/мин;

t_B – время достижения уровня 5 % от установившегося сигнала, мин.

Обычно мертвый объем линии отбора проб значительно меньше по сравнению с объемом "проскока". Если это не так, то мертвый объем определяют путем повторного измерения с использованием незаполненной сорбционной трубки. В этом случае при определении объема "проскока" корректируют результат.

Удерживаемый объем – это объем газа, необходимый для выхода максимума пика при элюировании вещества из сорбционной трубки.

Схема устройства для определения удерживаемого объема показана ниже (Рисунок 6.10).



1 – Источник градуировочной газовой смеси; 2 – Вентиль тонкой регулировки; 3 – Регулятор газа с измерителем расхода; 4 – Кран-дозатор; 5 – Петля с известным объемом; 6 – Трубка сорбционная; 7 – Детектор.

Рисунок 6.10 – Схема устройства для определения удерживаемого объема

Сорбционную трубку подключают между устройством дозирования хроматографа (например, краном-дозатором) и детектором. Регулятор расхода газа обеспечивает постоянный поток газ-носителя через трубку. Для обеспечения быстрого анализа сорбционная трубка помещается в термостат. С помощью крана-дозатора в трубку вводится определенный объем градуировочной газовой смеси и замеряется время выхода максимума пика (Рисунок 6.11). Измерения проводят при различных температурах так, чтобы время удерживания было в интервале от 2 до 20 мин.

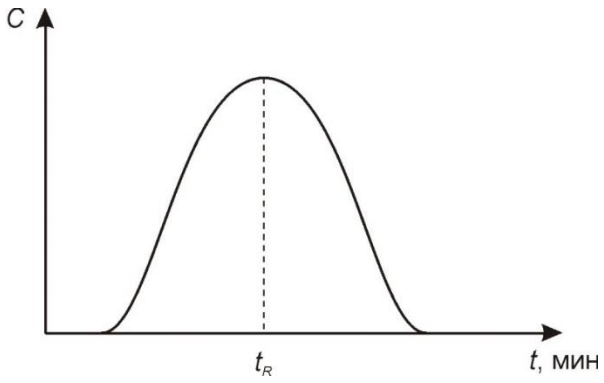


Рисунок 6.11 – Определение удерживаемого объема

Объем удерживания V_R, л, рассчитывают по формуле:

$$V_R = F \cdot t_R,$$

где F – расход газа-носителя, л/мин;

t_R – время удерживания, мин.

Для получения значения объема удерживания при комнатной температуре, строят график зависимости объема удерживания от температуры и экстраполируют к температуре 20 °С (Рисунок 6.12).

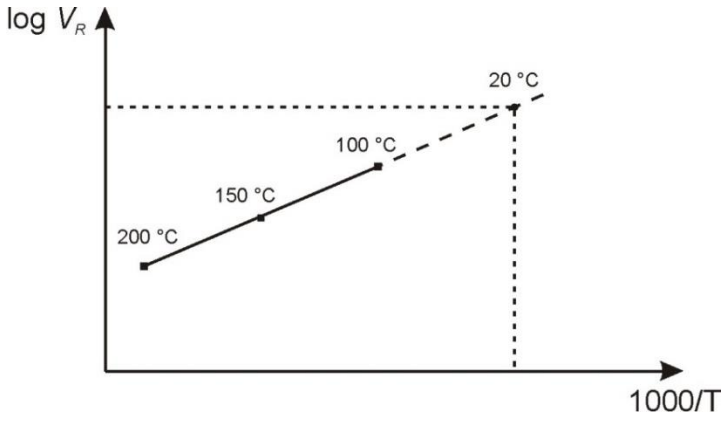


Рисунок 6.12 – Экстраполяция удерживаемого объема к комнатной температуре

Объем "проскока" и удерживаемый объем индивидуальны для каждой пары сорбат/сорбент и зависят от температуры окружающего воздуха. Как правило, объем "проскока" и удерживаемый объем уменьшаются в два раза при повышении температуры на 10 °С. Это необходимо учитывать при отборе теплого воздуха.

Чтобы иметь определенный запас для обеспечения надежности измерения используют термин "гарантированный объем пробы" (Safe Sampling Volume), т.е. рекомендуемый максимальный объем отбираемой пробы. Гарантированный объем пробы не должен превышать 70 % объема "проскока" или 50 % удерживаемого объема. Гарантированный объем пробы выражают с литрах (л) или в литрах прокаченного воздуха на грамм сорбента

(л/г). Значения гарантированных объемов для различных органических соединений, отобранных на некоторые сорбенты приведены в ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007. Перед использованием справочных данных рекомендуется их проверить.

Некоторые сорбенты, например Carbosieve S-III, Carboxen 1000, удерживают некоторое количество влаги. Поэтому при отборе проб в условиях высокой относительной влажности (>90 %) объем отбираемой пробы необходимо уменьшить в 10 раз.

6.10 Анализ твердых проб

Методом термодесорбции можно анализировать твердые пробы, например, лекарственные препараты, полимеры, пищевые продукты и др.

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

Твердую пробу помещают в центральную часть трубки и фиксируют двумя заглушками из стекловаты. Для предотвращения уноса стекловаты потоком газа устанавливают фиксаторы (Рисунок 6.13).



Рисунок 6.13 – Трубка с твердой пробой

При анализе твердых проб, содержащих высококипящие соединения (например, смолы), помещайте в сорбционную трубку небольшое количество образца. Это позволит избежать серьезного загрязнения системы и последующей очистки. Перед твердой пробой можно поместить небольшое количество сорбента, который будет пропускать летучие анализируемые компоненты и задерживать такие вещества, как смолы и жиры (Рисунок 6.14).

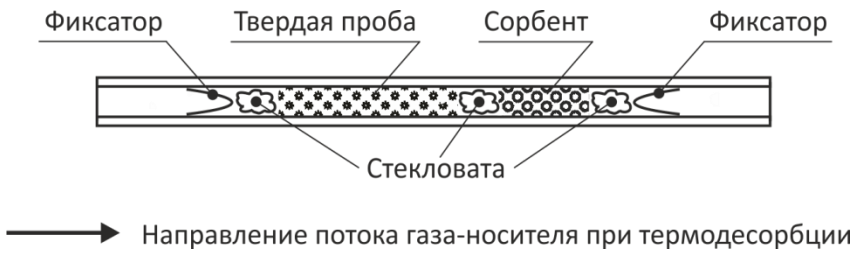


Рисунок 6.14 – Размещение сорбента перед твердой пробой

Если вы анализируете почву или пробы, содержащие влагу, используйте в ловушке гидрофобный сорбент, например, Tenax TA.

6.11 Хранение трубок

Для герметичного хранения сорбционных трубок используют заглушки 6.433.043 (Рисунок 6.15). В свою очередь, для уплотнения одной сорбционной трубки необходим комплект заглушек 4.069.005, который состоит из двух заглушек 6.433.043.

Порядок установки заглушки 6.433.043:

- Поместить муфту 8.658.061 в заглушку 8.632.092.
- Накрутить гайку 8.930.172-02 на заглушку 8.632.092, не затягивая ее.
- Вставить сорбционную трубку в гайку 8.930.172-02 до упора.
- Закрутить гайку 8.930.172-02 "от руки" до того момента, когда сорбционная трубка перестанет свободно перемещаться.

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

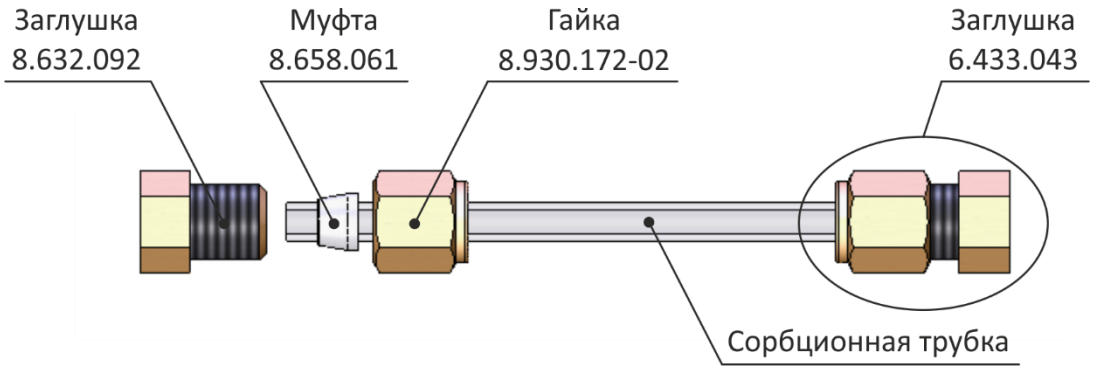


Рисунок 6.15 – Установка заглушки на сорбционную трубку

Вместо заглушек для хранения сорбционных трубок может быть использован контейнер 6.087.025 (Рисунок 6.16).

Порядок установки сорбционной трубки в контейнер 6.087.025:

- Открутить заглушку 6.432.056.
- Вставить сорбционную трубку в контейнер.
- Закрутить заглушку 6.432.056 "от руки".

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

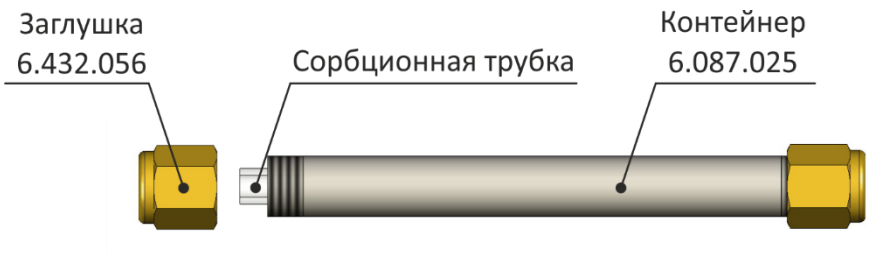


Рисунок 6.16 – Установка сорбционной трубки в контейнер

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

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

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

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

6.12 Параметры работы термодесорбера

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

6.12.1 Температура десорбции

Температура десорбции выбирается таким образом, чтобы добиться полного извлечения компонентов с сорбента. В идеале температура должна быть максимально высокой и ограничена рабочей температурой сорбента (Таблица 6.1). Однако, при температурах, близких к максимальной рабочей температуре сорбента, начинается его разложение с выделением различных примесей. Поэтому при отсутствии необходимости не рекомендуется устанавливать слишком высокую температуру сорбента.

Рекомендуемые максимальные температуры десорбции при использовании различных сорбентов приведены ниже (Таблица 6.5).

При десорбции веществ с трубок, заполненных различными сорбентами, необходимо выбирать температуру десорбции по сорбенту с минимальной рабочей температурой.

При выборе температуры десорбции необходимо учитывать возможное разложение анализируемых компонентов при этой температуре.

Таблица 6.5 – Рекомендуемые максимальные температуры десорбции

Сорбент	**Максимальная температура десорбции, °С**
Tenax TA	300
Tenax GR	300
Carbopack B	325
Carbopack C	325
Carbosieve S-III	325
Carboxen 1000	325

Степень извлечения веществ с сорбента (эффективность десорбции) контролируется путем последующего анализа сорбционной трубки. После вторичной десорбции отклики пиков не должны превышать уровня, указанного в нормативном документе, на основании которого проводится анализ. Другим способом оценки степени извлечения является сравнение откликов пиков при термодесорбции с откликами, полученными путем прямого ввода контрольной пробы в испаритель хроматографа.

Если при максимальной рабочей температуре сорбента не происходит полного извлечения анализируемых компонентов, то необходимо увеличить время десорбции или использовать другой сорбент (более слабо удерживающий вещества или имеющий более высокую рабочую температуру).

6.12.2 Расход продувочного газа

Расход продувочного газа выбирается таким образом, чтобы за минимальное время добиться полного извлечения веществ с сорбционной трубки. В тоже время расход продувочного газа более 50 мл/мин может приводить к "проскоку" анализируемых веществ через ловушку. Оптимальный расход продувочного газа составляет от 20 до 50 мл/мин.

6.12.3 Время десорбции

Время десорбции должно быть достаточным для полного извлечения компонентов. В зависимости от температуры десорбции и расхода продувочного газа время десорбции обычно составляет от 5 до 10 мин. Необходимо задавать минимально возможное время, чтобы повысить производительность работы термодесорбера.

6.12.4 Нижняя температура ловушки

В большинстве случаев для улавливания летучих органических соединений устанавливают температуру ловушки минус 10 °С. При анализе очень влажных проб возможно "закупоривание" ловушки льдом. В этом случае измеренный расход продувочного газа будет составлять 0 мл/мин. Для предотвращения "закупоривания" ловушки при анализе образцов,

содержащих значительное количество воды, рекомендуется задавать температуру ловушки выше 4 °С.

Нижняя температура ловушки выбирается таким образом, чтобы не происходило "проскока" анализируемых компонентов. Проверка наличия "проскока" пробы через ловушку проверяется следующим образом. Стандартная смесь, содержащая определенные количества анализируемых компонентов, вводится напрямую в испаритель хроматографа и через ловушку термодесорбера. Если отклик, полученный при прямом анализе, превышает отклик, полученный при анализе на термодесорбере, то проба не полностью улавливается на ловушке. В этом случае необходимо понизить температуру ловушки. Если понижение температуры ловушки до минус 20°С все равно приводит к "проскоку" пробы, то в ловушке необходимо использовать более сильный сорбент.

6.12.5 Верхняя температура ловушки

Верхняя температура ловушки устанавливается таким образом, чтобы достигалась полная десорбция компонентов. Контроль полноты десорбции веществ с ловушки осуществляют аналогично сорбционной трубке. Если отклики пиков при последующей десорбции не являются пренебрежимо малыми по сравнению с откликами, получаемыми при анализе, то увеличивают верхнюю температуру ловушки.

Верхняя температура ловушки не должна превышать максимальную рабочую температуру используемого сорбента (Таблица 6.1).

6.12.6 Скорость нагрева ловушки

Скорость нагрева должна обеспечивать быструю десорбцию компонентов с сорбента и их перенос в хроматографическую колонку. Для анализа большинства летучих органических соединений устанавливают высокую скорость нагрева.

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

6.12.7 Время нагрева ловушки

Для полной десорбции компонентов с ловушки обычно достаточно от 1 до 2 мин. Если этого времени недостаточно, например, при медленной скорости нагрева, то его увеличивают, чтобы при последующем анализе на хроматограмме отсутствовали пики от предыдущего анализа.

6.12.8 Продувка трубки

Продувка перед десорбцией используется для выдувания воздуха из сорбционной трубки. Для удаления воздуха задают расход продувочного газа 20 мл/мин, время продувки

составляет 1 мин (для полимерных или угольных сорбентов) или 2 мин (для молекулярных сит).

Продувка также может быть использована для удаления влаги из сорбционной трубки, которая была сконцентрирована во время отбора пробы с высокой влажностью. Удаление влаги наиболее эффективно происходит при температуре выше комнатной, поэтому обычно задают температуру продувки 40-50 °C, при этом расход продувочного газа составляет 20-30 мл/мин. Время продувки влаги зависит от ее количества, а также от типа сорбента в трубке. Например, для сорбентов Tenax и Carbopack обычно достаточно 1-2 мин, для сорбентов Carbosieve – 3-5 мин, сорбенты Carboxen являются гидрофильными и удаление с них влаги без потери анализируемых веществ затруднительно.

6.12.9 Температура крана

Нагрев крана необходим для предотвращения конденсации анализируемых компонентов. Температура крана зависит от определяемых веществ, обычно ее устанавливают в диапазоне от 200 до 250 °C.

6.12.10 Температура переходной линии

Температура переходной линии выбирается такой, чтобы предотвратить конденсацию анализируемых компонентов. Для получения воспроизводимых результатов обычно температуру переходной линии устанавливают равной температуре крана или выше на 10 °C.

6.12.11 Расход газа-носителя

Газ-носитель обеспечивает передачу пробы из термодесорбера в хроматограф, обычно устанавливают значение от 5 до 15 мл/мин. Если используются капиллярные колонки с внутренним диаметром менее 0,32 мм и расходом газа-носителя через колонку от 0,5 до 2 мл/мин, то в испарителе хроматографа задают минимальное деление потока (от 1:1 до 1:10).

6.12.12 Деление потока

Если в термодесорбере установлена опция "Резервная трубка", то возможно осуществление деления потока пробы при десорбции с фокусирующей ловушки.

Деление потока используют при анализе проб с высокой концентрацией анализируемых компонентов.

При работе с делением потока на этапе "Анализ" в термостат сорбционной трубки устанавливается трубка, заполненная активированным углем.

Деление потока должно быть установлено таким образом, чтобы расход сбросного газа не превышал 500 мл/мин.

6.12.13 Резервная трубка

Данная опция применяется для сбора части пробы при десорбции с ловушки. В качестве резервной трубки используется текущая или новая трубка. В случае необходимости резервная трубка может быть проанализирована повторно.

При работе с резервной трубкой обычно задают деление потока 1:1, таким образом половина пробы направляется в хроматограф на анализ, а другая половина – в резервную трубку.

6.12.14 Герметичность

Значение герметичности выбирается таким образом, чтобы при прохождении теста на утечку перед этапом десорбции контролировалось падение давления в сорбционной трубке. Значение герметичности зависит от типа сорбента и плотности его набивки в сорбционной трубке.

6.13 Градуировка

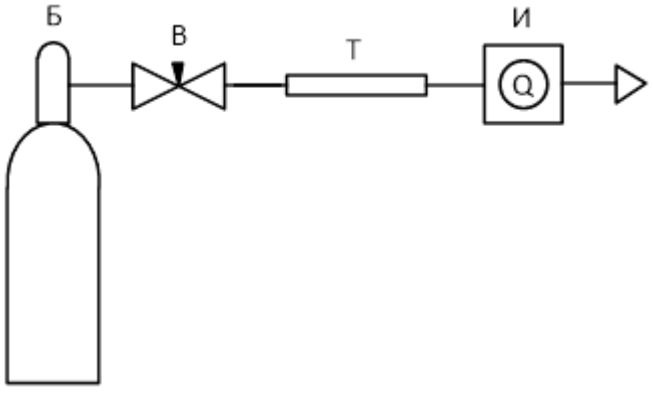
Процедура градуировки термодесорбера должна максимально приближаться к реальным условиям анализа. Для получения правильных результатов необходимо вводить стандарт на сорбционную трубку и полностью повторять все этапы анализа.

Наиболее часто градуировку проводят по стандартным газовым смесям или по жидким смесям.

6.13.1 Градуировка по стандартным газовым смесям

Градуировочные газовые смеси приготавливают в соответствии с методами ИСО 6141 и ИСО 6145. В зависимости от объекта анализа (воздух рабочей зоны, воздух замкнутых помещений, атмосферный воздух, промвыбросы и др.) концентрация анализируемых компонентов в градуировочной смеси может быть от 100 мкг/м^3 до 10 мг/м^3. При этом она должна соответствовать средней ожидаемой концентрации в пробе.

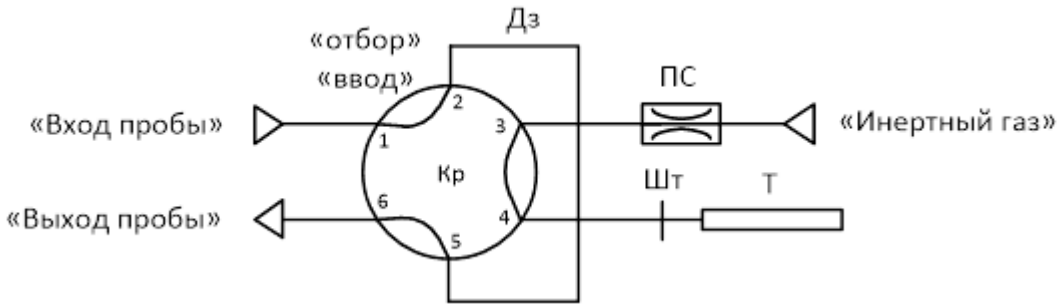
Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем прокачивания через них точно известного объема стандартной газовой смеси, например, 100 мл, 200 мл, 400 мл, 1 л, 2 л, 4 л или 10 л. При этом объем смеси не должен превышать объема "проскока" (Рисунок 6.17).



Б – Баллон или источник стандартной газовой смеси; В – Вентиль тонкой регулировки; Т – Трубка сорбционная; И – Измеритель расхода.

Рисунок 6.17 – Схема устройства для градуировки по стандартным газовым смесям

Если концентрация компонентов в стандартной газовой смеси значительно превосходит ожидаемые концентрации в пробе, то допускается при помощи крана-дозатора с откалиброванной петлей вводить в сорбционную трубку от 0.5 до 10 мл газовой смеси. Переносить пробу из петли в трубку необходимо чистым инертным газом, объем которого должен в 20 раз превышать объем петли. Подачу инертного газа можно организовать с помощью пневмосопротивления 5.150.015-02, которое обеспечивает расход около 20 мл/мин при входном давлении 400 кПа (Рисунок 6.18).



Кр – Кран-дозатор; Дз – Доза (калиброванная петля); ПС – Пневмосопротивление 5.150.015-02; Шт – Штуцер 8.652.506; Т – Трубка сорбционная.

Рисунок 6.18 – Схема устройства для ввода газовой смеси на сорбционную трубку

6.13.2 Градуировка по жидким смесям

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

Перед градуировкой необходимо рассчитать концентрацию компонента в градуировочном растворе. Масса вещества, вводимая на сорбционную трубку, должна соответствовать массе, сорбируемой при пробоотборе.

Ниже приведен пример расчета концентрации вещества в градуировочном растворе при активном пробоотбре.

- Ожидаемая концентрация вещества в воздухе 10 мкг/м^3.
- При отборе прокачивают 1 л пробы.
- 1 л газа содержит 10 нг вещества.
- При градуировке на трубку будет вводиться 1 мкл жидкой смеси.
- В градуировочном растворе концентрация вещества должна быть 10 нг/мкл или 10 мкг/мл.

При диффузионном пробоотборе концентрацию вещества в градуировочном растворе рассчитывают следующим образом.

Зная скорость диффузионного поглощения и время экспонирования, рассчитывают массу вещества *m* (мкг) по формуле:

$$m = \frac{C \cdot q_v \cdot t}{10^6},$$

где *C* – ожидаемая концентрация вещества в воздухе, мкг/м^3;

q_v – скорость диффузионного поглощения, см^3/мин;

t – время экспонирования, мин.

Например, для гептана скорость диффузионного поглощения на трубку, заполненную Tenax TA, при стандартных условиях (температура 25 °C, давление 101.3 кПа) составляет 0.43 см^3/мин.

Если ожидаемая концентрация гептана в воздухе составляет 10 мкг/м^3, а время экспонирования 8 ч (480 мин), то масса отобранного гептана будет 2 нг.

Допустим, при градуировке на трубку будет вводиться 1 мкл жидкой смеси, таким образом, необходимо приготовить градуировочный раствор с концентрацией 2 нг/мкл или 2 мкг/мл.

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

Объем инертного газа, необходимый для отдувки некоторых растворителей из сорбционной трубки, заполненной Tenax TA, приведен в таблице Таблица 6.6.

Таблица 6.6 – Объем газа, необходимый для отдувки растворителя

Растворитель	**Объем газа, л**
Ацетон	1,2
Дихлорметан	0,9
1,1-Дихлорэтилен	0,9
Метанол	0,1
н-Пентан	1,0
Этанол	0,4

Градуировка по жидким смесям выполняется с использованием устройства ввода в сорбционную трубку 5.885.023 (Рисунок 6.19).



Рисунок 6.19 – Устройство ввода в сорбционную трубку

Сорбционную трубку подключают к устройству ввода в сорбционную трубку таким образом, чтобы направление потока газа совпадало с направлением отбора пробы.

С помощью микрошприца в трубку вводят от 1 до 5 мкл градуировочного раствора.

После ввода градуировочного раствора трубку прокачивают чистым инертным газом, чтобы при последующей десорбции компоненты прошли через сорбент и максимально имитировали реальные условия анализа. Объем прокачиваемого газа регламентируется соответствующими нормативными документами и не должен превышать объем проскока анализируемых соединений.

6.14 Общие рекомендации по проведению анализа

При маркировке трубок не используйте краски и маркеры, содержащие растворители, а также приклеивающиеся бирки.

Новые заглушки и контейнеры для хранения сорбционных трубок во время транспортировки могут сорбировать органические примеси. Перед первым использованием рекомендуется прогреть контейнеры и заглушки при температуре 120 °C в течение 2 ч.

Заглушки и контейнеры для хранения сорбционных трубок, если они не используются, следует хранить в чистой герметичной емкости (например, в эксикаторе). При длительном хранении заглушки или контейнеры для сорбционных трубок могут сорбировать органические загрязнения из окружающего воздуха. Также после использования заглушек и контейнеров при герметизации сорбционных трубок на них может оставаться незначительное количество примесей. Для очистки заглушки помещают в ультразвуковую ванну с изопропанолом на время от 10 до 15 мин. После этого их тщательно промывают дистиллированной водой и высушивают при 60 °C в течение 20 мин для удаления остатков растворителя.

Перед проведением анализа рекомендуется выполнить два холостых анализа: с лабораторной холостой трубкой и транспортной холостой трубкой. Лабораторные холостые трубки готовят и хранят вместе с трубками для отбора пробы. Их анализ позволяет исключить погрешности, связанные с кондиционированием трубок и их хранением в лаборатории. Также их можно использовать для контроля стабильности сорбента. Транспортные холостые трубки подготавливают и переносят на место отбора пробы вместе с анализируемыми трубками. При пробоотборе с них снимают и сразу же одевают заглушки, не прокачивая пробу. Данная процедура позволяет исключить погрешности, связанные с хранением и транспортировкой пробы.

7 Техническое обслуживание

7.1 Виды технического обслуживания

Для термодесорбера предусматривается два вида технического обслуживания:

- текущее техническое обслуживание;
- периодическое техническое обслуживание.

Текущее техническое обслуживание выполняет оператор, работающий с термодесорбером.

Периодическое техническое обслуживание может выполнять оператор, работающий с термодесорбером, обслуживающий персонал предприятия, эксплуатирующего термодесорбер или сервисный инженер.

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

Периодичность технического обслуживания может изменяться:

- от интенсивности работы термодесорбера;
- температурных режимов работы термодесорбера;
- типа анализируемых проб.

Операции технического обслуживания выполняются также при выявлении и устранении неисправностей.

7.2 Текущее техническое обслуживание

Операции текущего технического обслуживания приведены в таблице Таблица 7.1.

Таблица 7.1 – Операции текущего технического обслуживания

Операция	**Периодичность**
Очистка поверхностей термодесорбера	Еженедельно
Очистка узла съема колпачков	Раз в месяц
Проверка чистоты отверстия иглы переходной линии	При подключении переходной линии к испарителю

7.2.1 Очистка поверхностей термодесорбера

Необходимые материалы

- Мягкая ткань
- Вода

Внешние поверхности термодесорбера протираются мягкой тканью, смоченной водой. Допускается добавление в воду небольшого количества моющих средств.

Не используйте абразивные материалы, а также растворители для очистки внешних поверхностей термодесорбера.

7.2.2 Очистка узла съема колпачков

Необходимые материалы

- Ватные палочки
- Растворитель (метанол, этанол или изопропанол)

Очистка узла съема колпачков осуществляется при выключенном термодесорбере.

В выемках для колпачков со временем накапливается пыль и другие мелкие механические частицы. Очистка выемок от пыли проводится ватной палочкой, смоченной растворителем (метанол, этанол или изопропанол).

Удаление пыли с алюминиевого основания, на котором располагаются элементы конструкции съема колпачков проводится пылесосом с микронасадкой или ватной палочкой, смоченной растворителем (метанол, этанол или изопропанол).

Для очистки узла съема колпачков не используйте моющие средства и абразивные материалы, поскольку при попадании в движущиеся части они могут привести к выходу их из строя.

Не используйте агрессивные растворители, т.к. они могут повредить пластиковые элементы.

7.2.3 Проверка чистоты отверстия переходной линии

Чистота отверстия иглы переходной линии оценивается визуально при ее установке в испаритель хроматографа. Возможные загрязнения, например, кусочки мембраны испарителя могут вызвать эффекты памяти.

Действия:

- При наличии кусочков резины в боковом отверстии иглы необходимо осторожно удалить их с помощью иглы или тонкой проволоки.
- При попадании кусочков резины внутрь иглы необходимо ее снять, тщательно прочистить тонкой проволокой, продуть инертным газом и установить обратно согласно п. 7.3.7.

7.3 Периодическое техническое обслуживание

Операции периодического технического обслуживания приведены в таблице Таблица 7.2.

Таблица 7.2 – Операции периодического технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Замена мембраны испарителя	При негерметичности
Проверка герметичности газовых линий	Раз в год или при негерметичности
Замена уплотняющих колец сорбционной трубки	Каждые 1000 анализов или при негерметичности
Замена сорбционной трубки	После 500 анализов, а также при возникновении неисправностей
Замена ловушки	Раз в год или после 1000 анализов, а также при возникновении неисправностей
Замена колец уплотнения ловушки	Раз в год или при негерметичности
Замена фильтра	Раз в год
Замена иглы переходной линии	При возникновении неисправностей
Замена предохранителей	При возникновении неисправностей
Внешний осмотр корпуса ловушки	Раз в 3 месяца

7.3.1 Замена мембраны испарителя

Мембрана испарителя изнашивается при операциях установки иглы переходной линии в испаритель, поэтому при появлении негерметичности требуется ее замена.



Для предотвращения получения ожога перед заменой мембраны охладите испаритель хроматографа.

Действия:

- Вынуть из испарителя иглу переходной линии.
- Отвернуть гайку 8.936.107.
- Установить новую мембрану.
- Закрутить гайку 8.936.107.
- Проверить чистоту отверстия иглы переходной линии.
- Установить иглу переходной линии в испаритель.

7.3.2 Проверка герметичности газовых линий

Необходимые материалы

- Заглушка 6.432.002
- Мембрана 7.010.019 (септа испарителя)

Герметичность газовых линий термодесорбера проверяется по двум каналам: "Газ-носитель" ("ГН") и "Продувочный газ" ("Продув").

Проверка герметичности по каналу "Газ-носитель".

- Иглу переходной линии заглушить с помощью резиновой заглушки (например, мембраны испарителя).
- Подать на вход термодесорбера давление инертного газа от 0,4 до 0,44 МПа.
- Включить термодесорбер.
- В режиме задать расход газа-носителя 20 мл/мин и сохранить метод.
- В последовательности анализов выбрать сохраненный метод и нажать кнопку Старт.
- Через 1 мин зафиксировать показания измеренного расхода газа-носителя. Допустимая утечка должна быть не более 1 мл/мин. При превышении допустимого значения утечки установить место негерметичности с помощью детектора утечек (течеискателя).

Проверка герметичности по каналу "Продувочный газ".

- На выходной штуцер "С1" установить заглушку 6.432.002.
- Подать на вход термодесорбера давление инертного газа от 0,1 до 0,15 МПа.
- Включить термодесорбер.
- Установить сорбционную трубку в позицию #1.
- Войти в меню "Сервис" – "Утечка".
- Задать расход продувочного газа 20 мл/мин.
- Через 2 мин зафиксировать показания измеренного расхода продувочного газа. Допустимая утечка должна быть не более 1 мл/мин. При превышении допустимого значения утечки установить место негерметичности с помощью детектора утечек (течеискателя).

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

При подтягивании штуцерных соединений не прилагать усилий, превышающих значения, приведенные в п. 4.5.

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

7.3.3 Замена сорбционной трубки

Замена сорбционной трубки производится при окончании срока эксплуатации сорбента. Рекомендуемый срок замены сорбционной трубки – через 500 анализов.

7.3.4 Замена уплотняющих колец

Термодесорбер имеет функцию напоминания о необходимости замены колец. По умолчанию счетчик до замены колец установлен на 1000 анализов. После превышения заданного значения на дисплей выводится сообщение "Требуется замена колец".

Замену уплотняющих колец следует выполнять при отключенной электросети.



Замена колец осуществляется после охлаждения термостатов крана и сорбционной трубки до комнатной температуры.

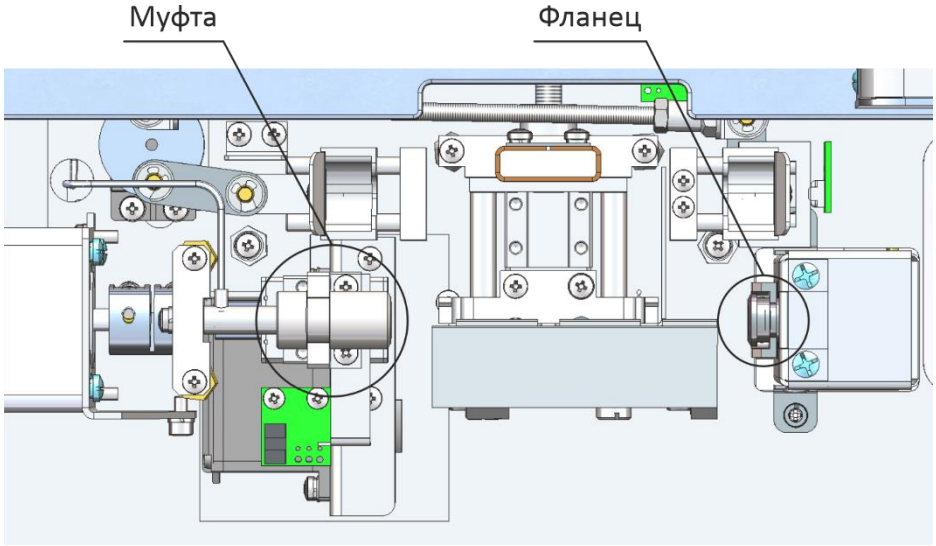
Необходимые инструменты

- Отвертка PH 1 (крестовая)
- Крючок 6.461.001

Необходимые материалы

- Ватные палочки
- Кольцо 8.685.176 – 2 шт.
- Кольцо 8.685.177 – 1 шт.

Уплотняющие кольца расположены в фланце и муфте.

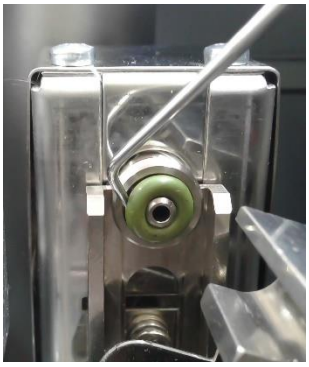


Замена кольца в фланце

В фланец устанавливается кольцо 8.685.177.

Действия:

- Крючком 6.461.001 зацепить кольцо и снять его.



- Очистить канавку от механических частиц ватной палочкой.
- Аккуратно руками установить новое кольцо 8.685.177.

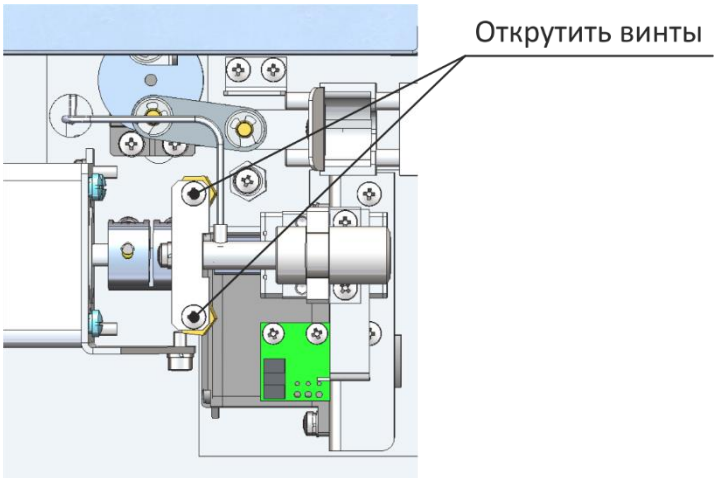
Используйте крючок 6.461.001 только для снятия колец. Устанавливайте новые кольца руками, без применения каких-либо инструментов.

Замена колец в муфте

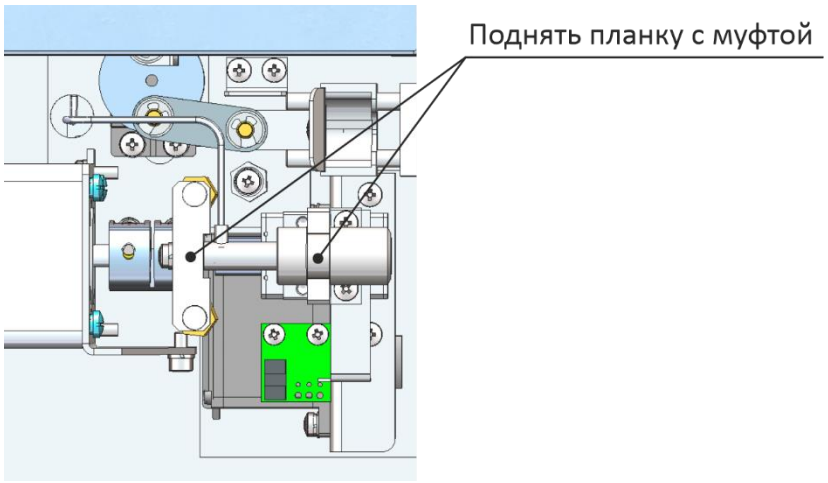
В муфту устанавливается два кольца 8.685.176.

Действия:

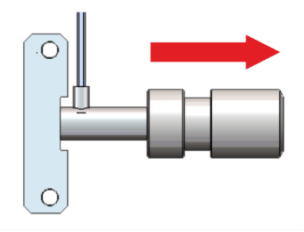
- Открутить винты, фиксирующие планку.



- Поднять вверх планку с муфтой.



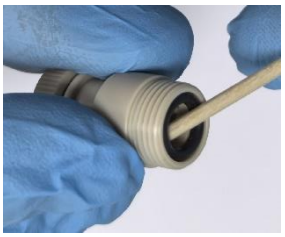
- Сдвинуть муфту с направляющей.



- Открутить гайку против часовой стрелки.



- Деревянной или пластиковой палочкой достать кольцо из муфты.



- Аналогично вынуть кольцо с другой стороны муфты.
- Очистить канавки от механических частиц ватной палочкой.
- Аккуратно руками установить новые кольца 8.685.176 с каждой стороны муфты.

Устанавливайте новые кольца руками в перчатках, без применения каких-либо инструментов.

- Закрутить фиксирующие гайки по часовой стрелке.
- Установить муфту в направляющую и зафиксировать планку винтами.

После замены колец сбрасывают счетчик обслуживания. В основном меню выберите раздел **Сервис** – **Замена**. В строке **Замена колец** нажмите на счетчик, введите 0 и подтвердите кнопкой ✔.

7.3.5 Замена фильтра

Термодесорбер имеет функцию напоминания о необходимости замены фильтра. По умолчанию счетчик до замены фильтра установлен на 365 дней. После истечения заданного количества дней на дисплей выводится сообщение "Требуется замена фильтра".

Замену фильтра выполнять при отключенной электросети.

Необходимые инструменты

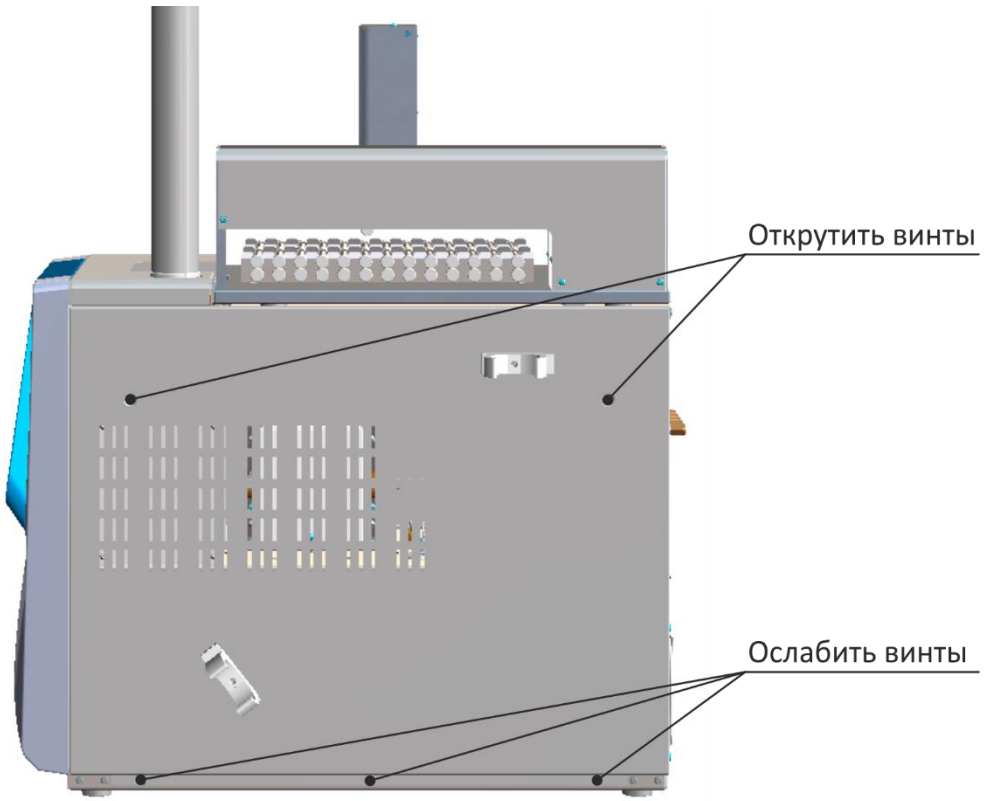
- Отвертка PH 1 (крестовая)
- Ключ 8 мм
- Ключ 10 мм

Необходимые материалы

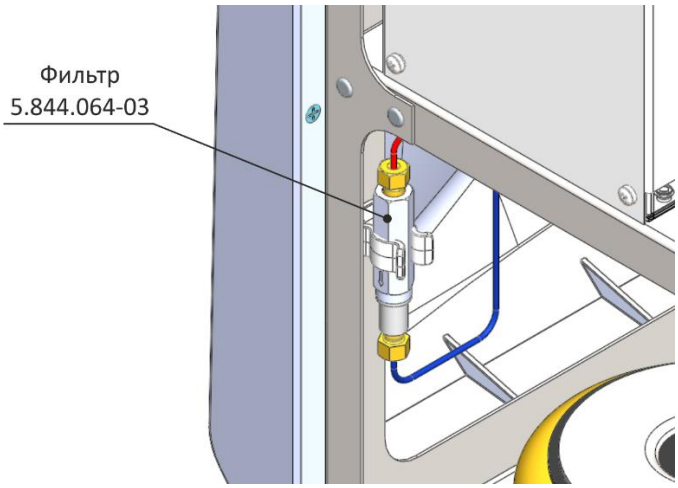
- Фильтр 5.884.064-03

Действия:

- Снять правую крышку термодесорбера.



- Открутить гайки уплотнения трубопроводов в верхней и нижней частях фильтра.



- Снять фильтр с фиксатора.
- Установить на фиксатор новый фильтр, направление стрелки должно быть сверху-вниз.
- Подключения трубопроводы к фильтру.
- Закрыть боковую крышку термодесорбера.

После замены фильтра проверить герметичность по каналу "Продувочный газ" согласно п. 7.3.2.

Для сброса счетчик обслуживания фильтра в основном меню выберите раздел **Сервис** – **Замена**. В строке **Замена фильтра** нажмите на счетчик, введите 0 и подтвердите кнопкой ✔ .

7.3.6 Замена ловушки и колец уплотнения ловушки

Замена фокусирующей ловушки производится при окончании срока эксплуатации сорбента. Рекомендуемый срок замены ловушки – через 1000 анализов или раз в год.

Замену уплотняющих колец ловушки осуществляют при нарушении их целостности или негерметичном уплотнении ловушки.

Термодесорбер имеет функцию напоминания о необходимости замены ловушки. По умолчанию счетчик до замены ловушки установлен на 1000 анализов. После превышения заданного значения на дисплей выводится сообщение "Требуется замена ловушки".

Замену ловушки и уплотняющих колец следует выполнять при отключенной электросети.



Замена ловушки и уплотняющих колец осуществляется после охлаждения ловушки и термостата крана до комнатной температуры.

Необходимые инструменты

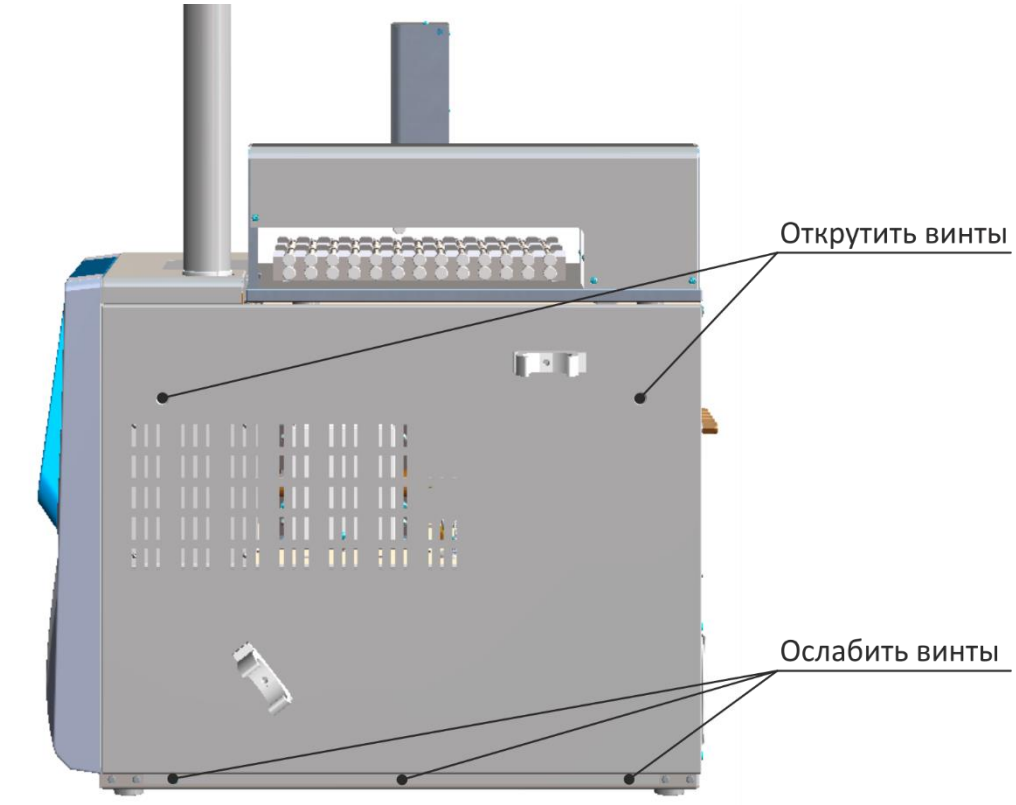
- Отвертка PH 1 (крестовая)

Необходимые материалы

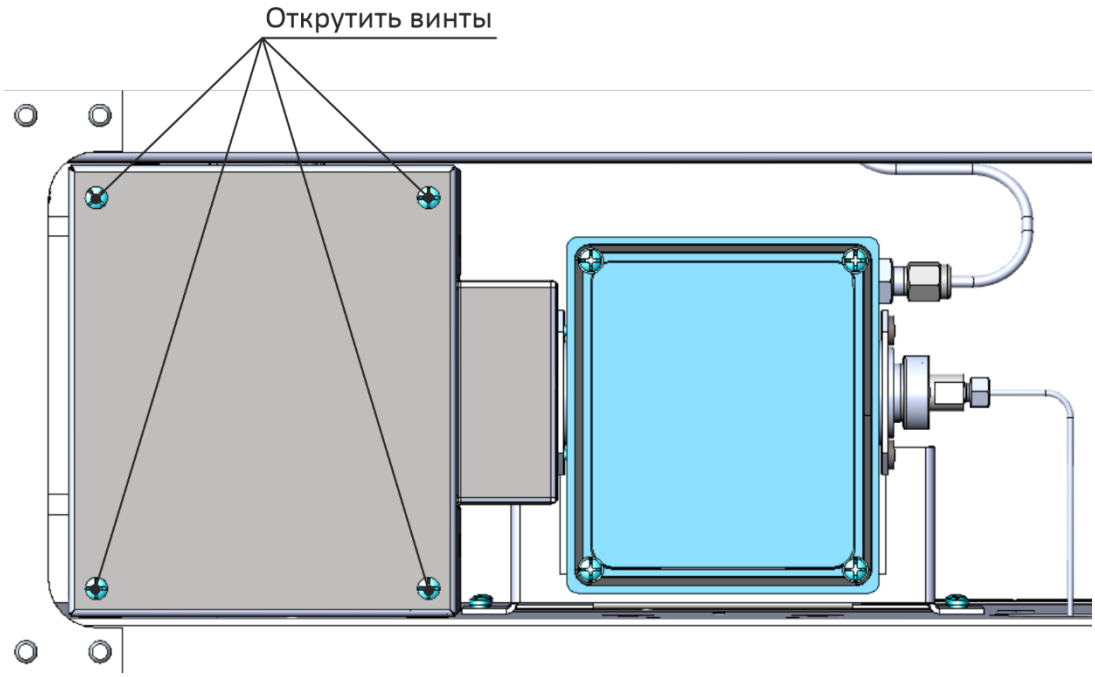
- Ловушка 6.452.033 (тип сорбента зависит от выполняемого анализа)
- Кольцо 8.683.032 – 2 шт.

Действия:

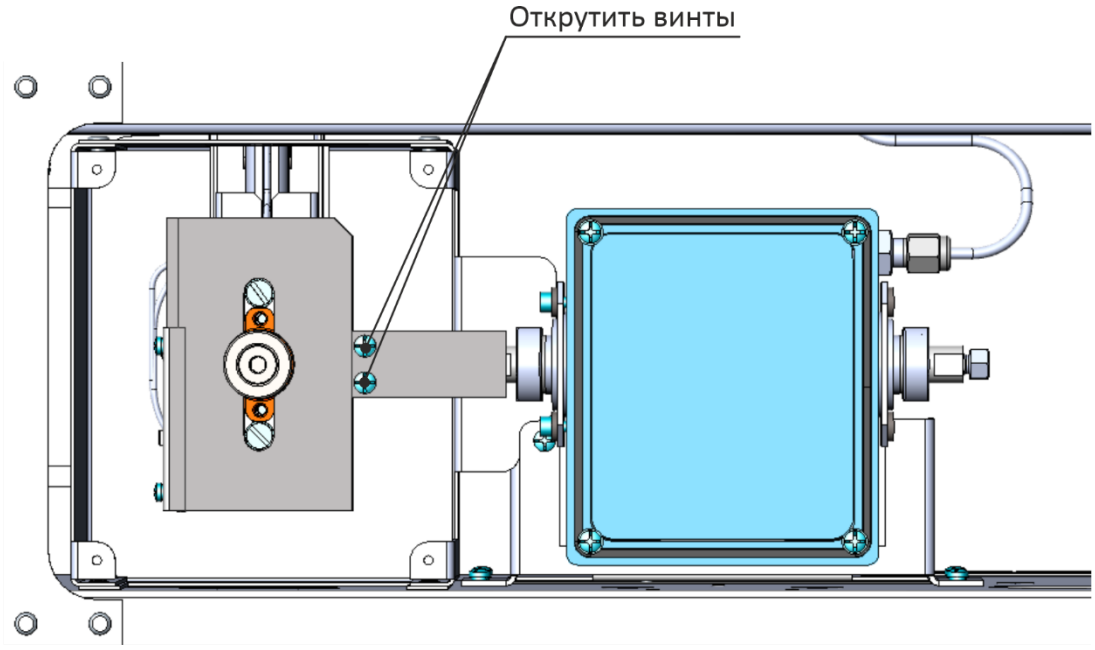
- Снять правую крышку термодесорбера.



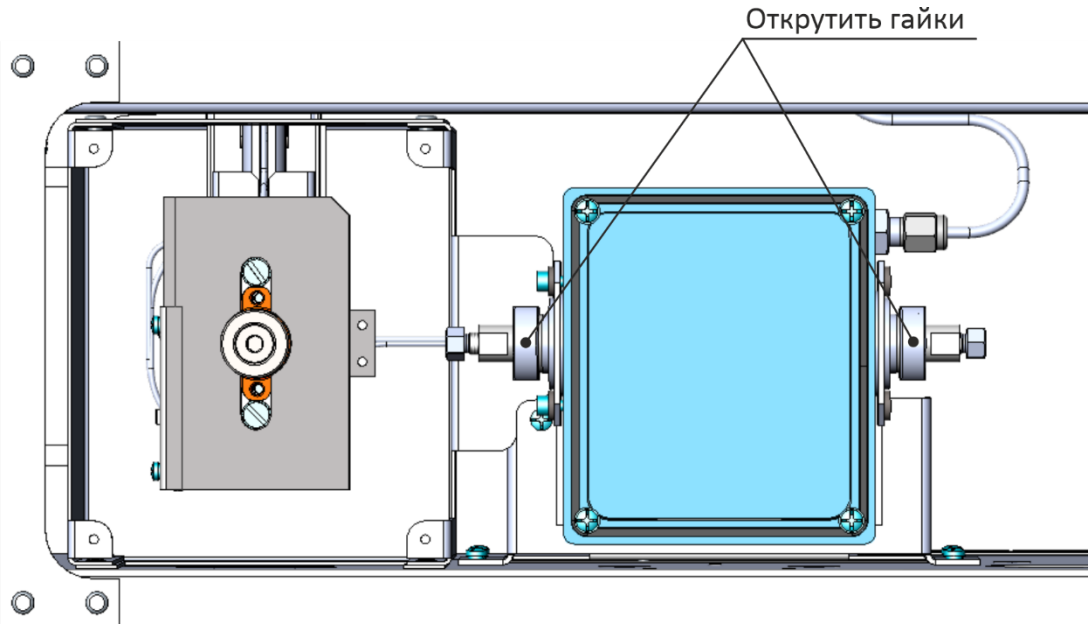
- Открутить винты и снять кожух термостата крана.



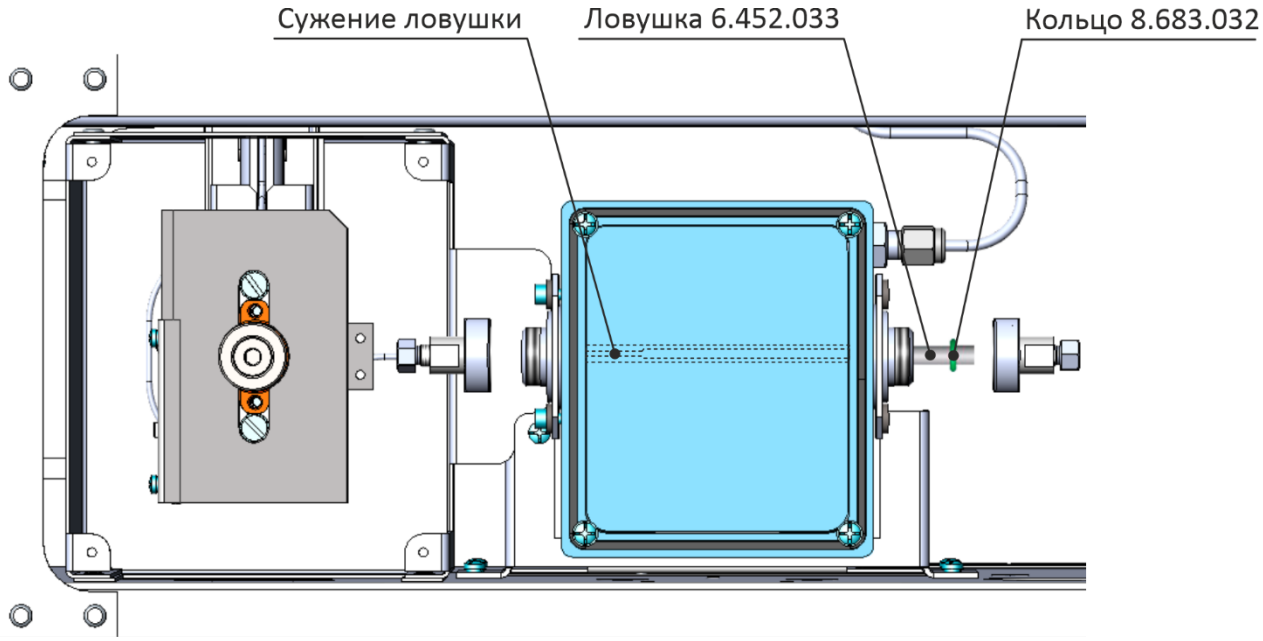
- Открутить винты и снять накладку нагревателя крана.



- Открутить гайки фиксации ловушки.



- Вынуть ловушку, выдвинув ее вправо (от направления крана).
- Снять два кольца 8.683.032, расположенные с обоих концов ловушки.



- На новую ловушку справой стороны (где отсутствует сужение) одеть кольцо 8.683.032.
- Установить ловушку сужением в сторону крана.
- Установить второе кольцо 8.683.032 на ловушку со стороны крана.
- Закрутить гайки фиксации ловушки.

Собрать все в обратном порядке.

Затягивание гаек фиксации ловушки производить "от руки" без использования инструментов, поскольку это может повредить ловушку.

После установки ловушки проверить герметичность по каналу "Продувочный газ" согласно п. 7.3.2.

Для сброса счетчика обслуживания в основном меню выберите раздел **Сервис** – **Замена**. В строке **Замена ловушки** нажмите на счетчик, введите 0 и подтвердите кнопкой ✔ .

7.3.7 Замена иглы переходной линии

Замена иглы переходной линии производится при ее засорении или поломке.

Необходимые инструменты

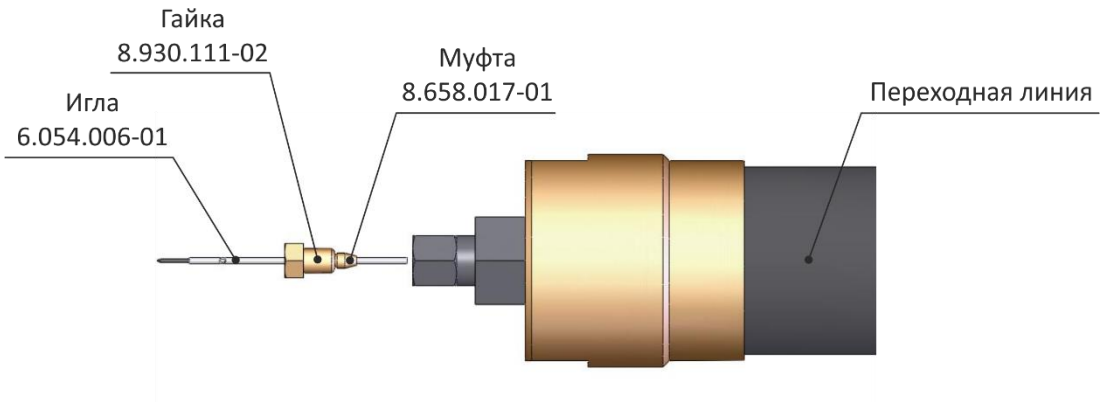
- Ключ 8 мм
- Ключ 5.5 мм

Необходимые материалы

- Игла 6.054.025 (состоит из иглы 6.054.006-01, муфты 8.658.017-01 и гайки 8.930.111-02)

Действия:

- Открутить гайку 8.930.111-02
- Снять старую иглу
- Установить новую иглу 6.054.006-01
- Надеть на иглу муфту 8.658.017-01
- Закрутить гайку 8.930.111-02



После установки иглы проверить герметичность по каналу "Газ-носитель" согласно п. 7.3.2.

7.3.8 Замена предохранителей

Выход из строя предохранителей, как правило, свидетельствует о проблемах с внешним электрическим питанием термодесорбера. Перед заменой предохранителей проверьте стабильность напряжения в электрической сети.

Во избежание получения удара электрическим током выключите термодесорбер и отсоедините кабель питания от электрической сети.

Необходимые инструменты

- Отвертка SL 4 (прямая)

Необходимые материалы

- Вставка плавкая ВП2Б-1В (10 А/250 В) – 2 шт.

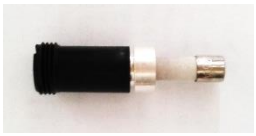
Устанавливайте в термодесорбер только предохранители 10 А/250 В.

Действия:

- Открутить держатель предохранителя отверткой



- Достать держатель и вынуть из него предохранитель



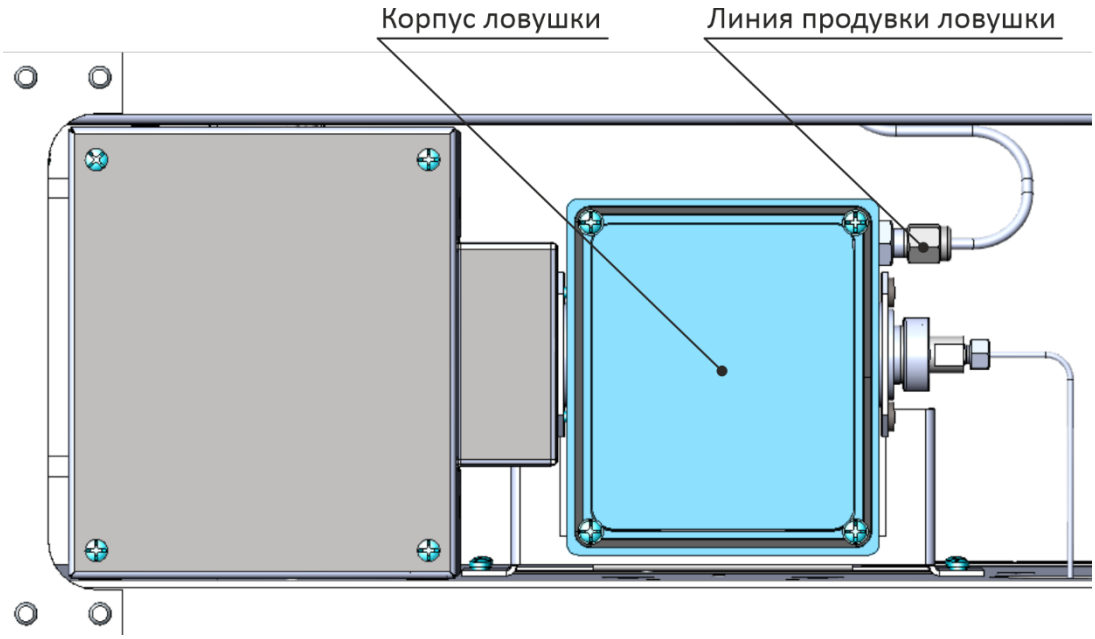
- Установить в держатель новый предохранитель
- Закрутить держатель отверткой

Перед включением термодесорбера убедитесь, что электрическая сеть имеет заземление. При отсутствии заземления в электрической сети, подключите термодесорбер к контуру внешнего заземления с помощью кабеля 6.644.056.

Если после установки новых предохранителей они вновь перегорают, обратитесь в сервисную службу Хроматэк.

7.3.9 Внешний осмотр корпуса ловушки

При работе термодесорбера корпус ловушки непрерывно продувается газом во избежание образования конденсата. Накопление влаги на внутренних поверхностях ловушки может привести к выходу ее из строя. Если внутри корпуса ловушки присутствуют капли влаги или обледенение, то следует обратиться в сервисную службу Хроматэк.



8 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению

При работе термодесорбера могут проявляться аналитические проблемы, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа. Данные проблемы, как правило, могут быть решены оператором термодесорбера самостоятельно.

В ходе работы могут встречаться следующие виды аналитических проблем:

- Неудовлетворительная повторяемость результатов параллельных измерений.
- Уширение пиков или появление "хвостов".
- Раздвоение пиков.
- Треугольные пики.
- Ложные пики.
- Отсутствие пиков на хроматограмме.

При возникновении аналитических проблем проверьте соответствие режима работы термодесорбера тем аналитическим задачам, которые Вы решаете. Описание разработки методики анализа и выбор оптимальных параметров приведены в разделе 0.

8.1 Неудовлетворительная повторяемость результатов параллельных измерений

Контроль повторяемости результатов проводится согласно п. 5.10.

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

Возможная причина	**Рекомендации**
Неисправность хроматографа	Отсоединить термодесорбер от хроматографа. Проверить повторяемость путем ввода контрольной смеси в испаритель хроматографа
Негерметичность по каналу газа-носителя или продувочного газа	Проверить герметичность по п. 7.3.2
Объем отбираемой пробы не постоянен	При вводе жидких образцов контролируйте отсутствие пузырьков воздуха в микрошприце
	При оборе пробы воздуха для получения повторяемых результатов концентрация и

Возможная причина	Рекомендации
	объем прокачиваемого через трубку газа должен быть постоянным
	При анализе твердых образцов проба должна быть гомогенизирована и ее масса в трубке постоянной

8.2 Уширение пиков или появление "хвостов"

Уширение пиков

Возможная причина	Рекомендации
В испарителе установлен лайнер с широким внутренним диаметром	Установить в испаритель лайнер 7.352.066
Недостаточный поток газа-носителя при десорбции компонентов из ловушки	Установить расход газа-носителя в соответствии с рекомендациями, приведенными в п. 6.12.11
Ловушка заполнена сильным сорбентом	Подобрать более слабый сорбент в соответствии с рекомендациями, приведенными в п. 6.6

Появление "хвостов"

Возможная причина	Рекомендации
Использование не подходящей колонки	Заменить хроматографическую колонку
Старение хроматографической колонки	Заменить хроматографическую колонку
Срок службы сорбента в ловушке закончился	Заменить ловушку (п. 7.3.6)

Появление "хвостов" или уширение первых хроматографических пиков летучих компонентов

Возможная причина	Рекомендации
При десорбции с сорбционной трубки на ловушке сконцентрировалось большое количество воды или растворителя	Увеличить температуру или время продувки трубки перед десорбцией
	Увеличить нижнюю температуру ловушки, чтобы вода или растворитель концентрировались минимально
	Установить скорость нагрева от 500 до 1000 °С/мин

8.3 "Треугольные" пики

Возможная причина	Рекомендации
Перегрузка хроматографической колонки	Увеличить деление потока в испарителе хроматографа

8.4 Раздвоение пиков

Возможная причина	Рекомендации
В сорбционную трубку введена проба с большим количеством растворителя	Отдуть растворитель с сорбционной трубки перед ее установкой в термодесорбер
Сорбционная трубка содержит большое количество влаги	Оптимизировать параметры продувки трубки перед десорбцией, например, увеличить время продувки (п. 6.12.8)

8.5 Ложные пики

При выявлении ложных пиков следует обратить внимание на то, что все сорбенты при десорбции дают примеси, масса которых может достигать нескольких нанограмм. Самым высоким уровнем шумов обладают пористые полимерные сорбенты типа Chromosorb и Porapak (от 5 до 50 нг), далее следует Tenax (от 0,1 до 1 нг). Минимальный уровень шумов имеют угольные сорбенты типа Carbopack, Carbosieve, Carboxen (от 5 до 50 пг).

Ложные пики, совпадающие по времени удерживания с пиками анализируемых компонентов

Возможная причина	Рекомендации
Неполная десорбция веществ из трубки	Увеличить температуру десорбции
	Увеличить расход продувочного газа во время десорбции
	Увеличить время десорбции
	Использовать более слабый сорбент в трубке (п. 6.4)
Неполная десорбция веществ из ловушки	Увеличить верхнюю температуру ловушки
	Увеличить время нагрева ловушки
	Использовать более слабый сорбент в ловушке (п. 6.4)

Ложные пики, имеющие время удерживания, отличное от анализируемых компонентов

Возможная причина	Рекомендации
Продувочный газ содержит загрязнения	Использовать продувочный газ с чистотой не менее 99,999 %
Ресурс фильтра по продувочному газу закончился	Заменить фильтр по продувочному газу
Трубопроводы для подключения газов к термодесорберу содержат загрязнения	Прогреть трубопроводы в термостате при температуре 150 °С в потоке чистого инертного газа или заменить их
Температура десорбции слишком высокая, что приводит к разложению сорбента	Уменьшить температуру десорбции

Для выявления источника загрязнения последовательно проводят следующую серию анализов:

- Холостой анализ на хроматографе с выключенным термодесорбером. При наличии ложных пиков искать неисправность в хроматографе.
- Холостой анализ пустой сорбционной трубки, время десорбции 2 мин. Если на полученной хроматограмме отсутствуют ложные пики, то вероятная причина в загрязнении сорбционных трубок. Тщательно прокондиционировать сорбционные трубки. Также возможна неполная десорбция анализируемых веществ с сорбента. В соответствии с методикой анализа увеличить температуру десорбции, расход продувочного газа и время десорбции таким образом, чтобы проходила полная десорбция веществ и при повторной десорбции отсутствовали пики.
- Холостой анализ пустой сорбционной трубки, время десорбции 4 мин. Если на полученной хроматограмме отклики ложных пиков увеличились в 2 раза по сравнению с предыдущим анализом, то причина в недостаточной чистоте продувочного газа. Использовать продувочный газ с чистотой не хуже 99,999 %, заменить фильтры по линии продувочного газа, заменить трубопроводы для подключения продувочного газа к термодесорберу.
- Анализ в режиме "Тест ловушки", температура ловушки 50 °С. Если на хроматограмме отсутствуют ложные пики, то причина в загрязнении ловушки. Прокондиционировать ловушку.
- Холостой анализ пустой ловушки. Если на полученной хроматограмме отсутствуют ложные пики, то причина в неполной десорбции анализируемых веществ с ловушки. В соответствии с методикой анализа увеличить температуру, расход газа-носителя и время нагрева таким образом, чтобы проходила полная десорбция веществ.

Если холостой анализ с пустой сорбционной трубкой и ловушкой показывает наличие загрязнений, то возможны следующие причины:

- Низкая температура крана или переходной линии. Увеличить температуру крана и переходной линии.
- Наличие загрязнений в игле переходной линии. Прочистить иглу, либо заменить согласно п. 7.3.7.

- Наличие загрязнений в трубопроводах, соединяющих сорбционную трубку и кран, а также кран и ловушку. Нагреть трубопроводы до температуры 250 °С и продуть чистым инертным газом. В случае присутствия трудно удаляемых загрязнений допускается промывание трубопроводов дихлорметаном, этанолом или этилацетатом.
- Наличие загрязнений в трубопроводе переходной линии. Тщательно продуть переходную линию чистым инертным газом. В случае присутствия в трубопроводе трудно удаляемых загрязнений допускается его промывание дихлорметаном, этанолом или этилацетатом.
- Наличие загрязнений в трубопроводах по линии газа-носителя или продувочного газа. Тщательно продуть трубопроводы чистым инертным газом. Если продувка не помогает, то заменить трубопроводы.
- Наличие загрязнений в каналах крана. Тщательно продуть каналы крана чистым инертным газом.

8.6 Отсутствие пиков на хроматограмме

Возможная причина	**Рекомендации**
Неисправность хроматографа	Отсоединить термодесорбер от хроматографа. Ввести контрольную смесь в испаритель хроматографа и проверить наличие пиков
Игла переходной линии не вставлена в испаритель хроматографа	Вставить иглу переходной линии в испаритель
На вход термодесорбера не поступает продувочный газ	Проверить подачу газа на вход штуцера "Продув"
Штуцер "С1", "С2" или "С3" заглушен	Со штуцеров "С1", "С2" и "С3" открутить заглушки и оставить их свободными
Негерметичность трубопроводов по линии газа-носителя или продувочного газа	Проверить герметичность согласно п. 7.3.2

8.7 Аппаратные неисправности

При работе термодесорбера могут проявляться аппаратные проблемы, приводящие к различным неисправностям. Данные неисправности в зависимости от уровня сложности устраняются оператором, работающим с термодесорбером, обслуживающим персоналом предприятия, эксплуатирующего термодесорбер или сервисным инженером.

Термодесорбер не включается

Возможная причина	**Рекомендации**
Сетевой шнур не подключен	Проверить подключение сетевого шнура
Предохранители перегорели	Проверить предохранители, заменить при неисправности (п. 7.3.8)

Термодесорбер не переходит на этап "Готовность"

Возможная причина	**Рекомендации**
Не может быть установлено заданное значение температуры ловушки, крана, переходной линии или расхода газа-носителя	Рекомендации приведены в разделах ниже в зависимости от типа неисправности
Заданная температура продувки сорбционной трубки ниже температуры окружающей среды	Установить температуру продувки минимум на 5 °С выше температуры окружающей среды
Неправильно рассчитано и задано время ГХ анализа	В методе изменить время ГХ анализа (п. 5.4)

Не устанавливается заданный расход газа-носителя

Возможная причина	**Рекомендации**
В конфигурации неправильно выбран тип газа-носителя	Проверить тип газа-носителя в конфигурации
На вход термодесорбера не поступает газ-носитель	Проверить подачу газа-носителя на вход штуцера "ГН"
Недостаточное давление газа-носителя	Давление газа-носителя в газовой линии на входе в термодесорбер должно быть более 0,4 МПа
Высокий расход газа-носителя	Для нормальной работы расход сбросного газа в ГХ должен быть выше, чем расход газа-носителя, заданный в TDA. Например, при

Возможная причина	Рекомендации
	задании расхода газа-носителя TDA 10 мл/мин, расход сброса в ГХ должен составлять по крайней мере 12 мл/мин.
Негерметичность по каналу газа-носителя	Проверить герметичность газовых линий (п. 7.3.2)
Забита игла переходной линии	Проверить чистоту отверстия иглы (п. 7.2.3)
Используются различные типы газа-носителя в термодесорбере и хроматографе	Подключить термодесорбер и хроматограф к одному газу-носителю
Неисправный регулятор расхода газа	Заменить регулятор расхода газа
Кран не поворачивается до конечного положения, перекрывая газовые каналы	Обратиться в сервисную службу Хроматэк

Не устанавливается заданный расход продувочного газа

Возможная причина	Рекомендации
В конфигурации неправильно выбран тип продувочного газа	Проверить тип продувочного газа в конфигурации
На вход термодесорбера не поступает продувочный газ	Проверить подачу газа на вход штуцера "Продув"
Негерметичность по каналу продувочного газа	Проверить герметичность газовых линий (п. 7.3.2)
Штуцер "С1", "С2" или "С3" заглушен	Со штуцеров "С1", "С2" и "С3" открутить заглушки и оставить их свободными
Неисправный регулятор расхода газа	Заменить регулятор расхода газа
Сорбционная трубка очень плотно забита сорбентом	Заполнить трубку новым сорбентом или использовать другую

Не устанавливается заданный расход сбросного газа

Возможная причина	Рекомендации
Штуцер "С1", "С2" или "С3" заглушен	Со штуцеров "С1", "С2" и "С3" открутить заглушки и оставить их свободными
Переходная линия не подключена к ГХ	Подключить переходную линию к ГХ
Задано слишком высокое значение деления потока	Уменьшить деление потока
Задано низкое давление газа-носителя в ГХ	Установить более высокое давление газа-носителя в ГХ

Ловушка не охлаждается до заданной температуры

Возможная причина	Рекомендации
Высокая температура окружающей среды	Удостовериться что температура окружающей среды ниже 32 °C
Термодесорбер расположен близко к хроматографу или стене	Отодвинуть термодесорбер от хроматографа или стены
Неисправность вентилятора ловушки	Проверить вращение вентилятора ловушки, при неисправности заменить вентилятор
Неисправность вентилятора на задней панели	Проверить вращение вентилятора на задней панели, при неисправности заменить вентилятор

Температура ловушки повышается во время десорбции с сорбционной трубки

Возможная причина	Рекомендации
Расход продувочного газа во время десорбции слишком большой (более 50 мл/мин)	Уменьшить расход продувочного газа

Ловушка не нагревается до заданной температуры

Возможная причина	Рекомендации
Провода нагревателя ловушки не плотно прикручены к клеммам	Подтянуть гайки фиксации проводов нагревателя к клеммам
Несправная плата силового модуля	Заменить плату силового модуля

Термостат сорбционной трубки не нагревается

Возможная причина	Рекомендации
Неисправность нагревателя	Заменить нагреватель
Несправная плата силового модуля	Заменить плату силового модуля

Термостат крана не нагревается

Возможная причина	Рекомендации
Неисправность нагревателя	Заменить нагреватель
Несправная плата силового модуля	Заменить плату силового модуля

Переходная линия не нагревается

Возможная причина	Рекомендации
Неисправность нагревателя	Заменить переходную линию
Несправная плата силового модуля	Заменить плату силового модуля

8.8 Сообщения об ошибках

При возникновении неисправности в работе термодесорбера на дисплее отображается соответствующее сообщение. В настоящем разделе приводится перечень сообщений об ошибках, а также вероятные причины и рекомендации по устранению.

При появлении некоторых ошибок термодесорбер останавливает выполнение последовательности и переходит на этап "Ожидание". В этом случае после устранения неисправности необходимо в меню **Сервис** нажать кнопку **Сброс** и запустить выполнение метода заново.

В случае возникновении ошибки "Фатальная авария" термодесорбер останавливает работу и отключаются все нагревательные зоны. Дальнейшая работа термодесорбера невозможна.

Таблица 8.1 – Сообщения об ошибках

Сообщение	Возможная причина	Рекомендации
Трубка # тест на герметичность не пройден	Газовые линии по каналу продувочного газа не герметичны	Проверить герметичность по каналу продувочного газа (п. 7.3.2)
	Изношенное кольцо фланца нагревателя AUX	Заменить кольцо (п. 7.3.4)
	Изношенные кольца в муфте зажима сорбционной трубки	Заменить кольца (п. 7.3.4)
	Ловушка сломана	Заменить ловушку (п.7.3.6)
	Кольца уплотнения ловушки разрушены	Заменить кольца (п.7.3.6)
	Настройка позиции трубки в термостате не верная	Провести настройку позиции трубки в термостате (п. 4.14.4)

Сообщение	Возможная причина	Рекомендации
	Настройка механизма зажима трубки не верная	Провести настройку механизма зажима (п. 4.14.6)
	Царапина в муфте уплотнения сорбционной трубки	Заменить муфту
Список методик заполнен	В памяти термодесорбера можно сохранить не более 10 методов	Удалить ранее сохраненные и не используемые методы (п. 0)
Отсутствие трубки в позиции захвата	В заданной позиции лотка отсутствует трубка	Установить трубку в данную позицию лотка или задать правильную позицию трубки
	Калибровка позиций лотка не верная	Провести калибровку позиции #1 лотка (п. 4.14.1)
Помеха в позиции установки трубки	В позиции лотка, предназначенной для перемещения трубки, установлена другая трубка или имеется какое-то препятствие	Освободить лоток от препятствия. Сбросить ошибку. Повторно задать выполнение метода
Блокировка подъема манипулятора	Имеется препятствие при движении манипулятора	Освободить лоток от препятствия. Сбросить ошибку. Повторно задать выполнение метода
Потеря трубки из захвата во время движения	При движении манипулятора трубка выпала из зажима	Установить выпавшую трубку назад в лоток. Сбросить ошибку. Повторно задать выполнение метода
Трубка в захвате	В захвате манипулятора установлена трубка	Убрать трубку из захвата манипулятора
Блокировка перемещения трубки из термостата	Имеется препятствие при перемещении трубки из термостата	Освободить узел перемещения сорбционной трубки от препятствия. Сбросить ошибку. Повторно задать выполнение метода
Ошибка перемещения уплотнения трубки	Имеется препятствие при движении фланца узла уплотнения сорбционной трубки	Освободить узел уплотнения сорбционной трубки от препятствия. Сбросить ошибку. Повторно задать выполнение метода
Фатальная авария. Нагреватель #	Неисправность датчика температуры соответствующего канала	Обратиться в сервисную службу Хроматэк

9 Транспортирование и хранение

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

Условия транспортирования:

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

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

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

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

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

Складирование – не более трех ярусов.

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

10 Гарантии изготовителя

Предприятие-изготовитель гарантирует соответствие термодесорбера техническим характеристикам при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения, монтажа, эксплуатации, а также при выполнении рекомендаций по периодичности технического обслуживания, приведенных в разделе 7 настоящего руководства.

Гарантийный срок эксплуатации – 12 месяцев со дня ввода в эксплуатацию, но не более 18 месяцев со дня приемки ОТК предприятия-изготовителя, если иные условия не предусмотрены договором поставки.

Гарантия не распространяется на расходные материалы: фильтры, мембраны, лайнеры, иглы уплотнительные материалы (муфты, кольца и другие аналогичные материалы), которые являются годными при поставке.

Гарантийные обязательства на сорбционные трубки и ловушки определяются сопроводительными документами на эти изделия. Если в сопроводительных документах нет

указаний о гарантийном сроке эксплуатации, гарантийный срок эксплуатации составляет 3 месяца со дня ввода в эксплуатацию, но не более 6 месяцев с даты поставки.

11 Сведения о рекламациях

В случае отказа в работе термодесорбера в период гарантийного срока эксплуатации необходимо:

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

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

АКТ следует направить по адресу:

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

Телефоны:

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

E-mail: mail@chromatec.ru.

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

12 Приложение

Сорбенты и их условные обозначения, нанесенные на сорбционной трубке, приведены в таблице ниже.

Таблица 12.1 – Сорбенты и их условные обозначения

Сорбент	**Условное обозначение**
Tenax TA	TTA
Tenax GR	TGR
Porapak N	PN
Porapak Q	PQ
Chromosorb 102	C102
Chromosorb 106	C106
Carbopack B	CB
Carbopack C	CC
Carbopack X	CX
Carbosieve S-III	CSIII
Carboxen 1000	C1000
Трубка сорбционная комбинированная	КОМ

Перечень расходных материалов, необходимых при работе с термодесорбером, приведен в таблице ниже.

Таблица 12.2 – Расходные материалы

Наименование	**Обозначение**
Сорбционная трубка, металл, без заглушек (Tenax TA)*	6.452.068
Сорбционная трубка, стекло, без заглушек (Tenax TA)*	6.452.069
Сорбционная трубка, металл с инертным покрытием, без заглушек (Tenax TA)*	6.452.091
Сорбционная трубка, металл, с заглушками (Tenax TA)*	6.452.065
Сорбционная трубка, стекло, с заглушками (Tenax TA)*	6.452.067
Сорбционная трубка, металл с инертным покрытием, с заглушками (Tenax TA)*	6.452.090
Ловушка (Tenax TA)*	6.452.033
Фильтр 	5.884.064-03
Игла переходной линии (с муфтой и гайкой) 	6.054.025
Кольцо 003 (уплотнение сорбционной трубки), Tmax 330 °C 	8.685.177
Кольцо 006 (уплотнение сорбционной трубки), Tmax 330 °C 	8.685.176
Кольцо 003НТ (уплотнение сорбционной трубки), Tmax 400 °C 	8.685.177-01
Кольцо 006НТ (уплотнение сорбционной трубки), Tmax 400 °C 	8.685.176-01
Кольцо 005 (уплотнение ловушки) 	8.683.032
Заглушка (герметизация трубок к термодесорбере) 	6.433.075
Заглушка (для хранения и транспортирования трубок) 	6.433.043
Контейнер (для хранения и транспортирования трубок) 	6.087.025

* – В зависимости от методики измерений наполнитель сорбционной трубки и ловушки может отличаться