ТЕРМОДЕСОРБЕР ТДС-1 (ДВУХСТАДИЙНЫЙ)

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

214.2.393.004-02РЭ

Редакция 02.08.2024

Оглавление

Важные указания 6

1 Описание и работа 7

1.1 Назначение 7

1.2 Технические характеристики 7

1.3 Комплектность 8

1.4 Устройство термодесорбера 8

1.5 Работа термодесорбера 11

1.5.1 Подготовка 11
1.5.2 Готовность 12
1.5.3 Десорбция 12
1.5.4 Анализ 13
1.5.5 Очистка трубки 13

1.6 Управление и параметры работы термодесорбера 13

1.6.1 Управление термодесорбером с помощью клавиатуры 17
1.6.2 Управление термодесорбером с помощью программы "Хроматэк Аналитик" 20

2 Использование по назначению 22

2.1 Меры безопасности 22

2.2 Подготовка к работе 22

2.2.1 Размещение термодесорбера 22
2.2.2 Подготовка хроматографа 23
2.2.3 Подключение газов 23
2.2.4 Установка ловушки 24
2.2.5 Электрические подключения 24
2.2.6 Подключение переходной линии к хроматографу 25

2.3 Порядок работы 25

2.3.1 Задание параметров работы термодесорбера 25
2.3.2 Установка сорбционной трубки в термостат термодесорбера 26
2.3.3 Последовательность действий по проведению анализа 27

2.4 Проверка готовности к использованию 28

3 Разработка методики анализа 30

3.1 Принцип термодесорбции 30

3.2 Применение термодесорбции 31

3.3 Цели разработки методики 31

3.4 Выбор сорбента 32

3.5 Приготовление сорбционных трубок 34

3.6 Кондиционирование сорбционных трубок 36

3.7 Отбор пробы 37

3.8 Хранение трубок 42

3.9 Анализ твердых проб 43

3.10 Параметры работы термодесорбера 44

3.10.1 Температура десорбции 44
3.10.2 Расход продувочного газа 45
3.10.3 Время десорбции 45
3.10.4 Фокусирование веществ в ловушке 46
3.10.5 Нижняя температура ловушки 47
3.10.6 Верхняя температура ловушки 48
3.10.7 Скорость нагрева 48
3.10.8 Время нагрева 48
3.10.9 Очистка трубки 48
3.10.10 Температура крана 49
3.10.11 Температура переходной линии 49
3.10.12 Расход газа-носителя 49
3.10.13 Герметичность 49

3.11 Градуировка 49

3.11.1 Градуировка по стандартным газовым смесям 50
3.11.2 Градуировка по жидким смесям 51

3.12 Общие рекомендации по проведению анализа 54

4 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению 55

4.1 Неудовлетворительная сходимость результатов между параллельными измерениями. 55

4.1.1 Аналитические требования 55
4.1.2 Аппаратные несоответствия 55
4.1.3 Проверка герметичности установки сорбционной трубки и ловушки 56
4.1.4 Проверка герметичности коммутирующих трубопроводов 56
4.1.5 Проверка целостности иглы и герметичности ее уплотнения 56
4.1.6 Проверка исправности хроматографа 57

4.2 Размытие пиков, их уширение или появление "хвостов" 57

4.3 Наличие ложных пиков 57

4.4 Отсутствие пиков на хроматограмме 59

5 Техническое обслуживание 60

5.1 Виды технического обслуживания 60

5.2 Текущее техническое обслуживание 60

5.3 Периодическое техническое обслуживание 61

5.3.1 Замена сорбционной трубки 62
5.3.2 Замена уплотняющих колец сорбционной трубки 63
5.3.3 Замена ловушки 64
5.3.4 Замена иглы переходной линии 65

6 Транспортирование и хранение 66

7 Гарантии изготовителя 66

8 Сведения о рекламациях 67

9 Приложение 68

Важные указания

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для ознакомления с термодесорбером ТДС-1 (далее – термодесорбер) 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.

Приведенные в руководстве технические характеристики и описание принципа работы **распространяются на термодесорберы, имеющие заводской номер выше 1910343**.

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 хроматографом или повреждение оборудования.



Данный символ предупреждает об опасности ожога.

1 Описание и работа

1.1 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.

Эксплуатация термодесорбера осуществляется в закрытых взрыво– и пожаробезопасных лабораторных помещениях при температуре окружающего воздуха от 10 до 35 °С, относительной влажности не более 80 %, атмосферном давлении от 84 до 107 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.), содержании примесей в окружающем воздухе в пределах санитарных норм, регламентированных ГОСТ 12.1.005-88. По климатическому исполнению термодесорбер относится к исполнению УХЛ категории 4.2 по ГОСТ 15150-69.

Электрическое питание термодесорбера осуществляется от сети переменного тока напряжением (220^{-33}_{+22}) В, частотой (50±1) Гц.

1.2 Технические характеристики

Параметр	**Значение**
Размеры сорбционной трубки (наружный диаметр, длина), мм	6; 115
Объем сорбента в сорбционной трубке, мл, не менее	0,85
Температура сорбционной трубки, °С	от ($t_{окр}$*+10) до 400
Температура ловушки, °С	от минус 20 до 400
Температура крана, °С	от 150 до 250
Температура переходной линии, °С	от 40 до 250
Расход газа-носителя, мл/мин	от 0 до 200
Расход продувочного газа, мл/мин	от 0 до 200
Относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) выходного сигнала хроматографа (высот, площадей и времен удерживания хроматографических пиков) при работе с термодесорбером, %, не более	2
Габаритные размеры (ширина, глубина, высота), мм, не более	280, 480, 550
Масса, кг, не более	20
Потребляемая мощность, Вт, не более	700

* $t_{окр}$ – температура окружающей среды

1.3 Комплектность

Термодесорбер содержит изделия и документы, приведенные в паспорте.

1.4 Устройство термодесорбера

Термодесорбер может содержать непринципиально модернизированные части в соответствии с новыми разработками или могут быть подвергнуты несущественным непринципиальным доработкам, не влияющим на технические характеристики и требования безопасности, неотраженным в настоящем документе.

Основные функциональные узлы термодесорбера:

- термостат сорбционной трубки;
- ловушка;
- обогреваемый кран-переключатель, управляемый электроприводом;
- обогреваемая переходная линия;
- регуляторы расхода;
- клапаны;
- источник питания;
- контроллер;
- клавиатура;
- индикатор.

Термодесорбер состоит из двух частей: аналитической (под верхней крышкой) и электронной (под правой крышкой). В аналитической части термодесорбера расположены термостат сорбционной трубки, ловушка и кран-переключатель. Электронная часть содержит газовые регуляторы, клапаны, контроллер и источник питания.

На лицевой панели термодесорбера расположены клавиатура с дисплеем и узел установки сорбционной трубки в термостат.



Рисунок 1.1 – Термодесорбер. Общий вид

В задней части прибора расположены сетевой разъем, сетевой тумблер, разъем RS 232 для подключения к хроматографу, разъем "Внешний старт" и штуцеры подключения газов.



Рисунок 1.2 – Термодесорбер. Вид сзади

Под верхней крышкой расположены термостат сорбционной трубки, кран-переключатель и ловушка.



Рисунок 1.3 – Термодесорбер. Вид сверху

Термостат сорбционной трубки. Предназначен для десорбции анализируемых компонентов с трубки, заполненной сорбентом. Термостат представляет собой корпус с нагревателем, в который помещается сорбционная трубка. Передняя часть термостата имеет съемный адаптер, к которому подсоединяется трубопровод с продувочным газом. Адаптер удерживается навинчиваемой гайкой.

Температура термостата сорбционной трубки задается в диапазоне от ($t_{окр}$+10) до 400 °С и поддерживается постоянной в течение заданного времени.

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.

Температура ловушки во время концентрирования пробы задается в диапазоне от минус 20 до 35 °С, во время ввода пробы в хроматографическую колонку – от 35 до 400 °С.

Кран-переключатель. Двухпозиционный поворотный 6-ти портовый термостатируемый кран обеспечивает переключение газовых потоков на этапах десорбции и ввода пробы в хроматограф.

Температура крана задается в диапазоне от 150 до 250 °С и остается постоянной на всех этапах работы термодесорбера.

Переключение крана осуществляется с помощью электропривода. 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 250°С. На конце переходной линии находится игла для прокалывания мембраны испарителя.

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. Расход продувочного газа задается в диапазоне от 0 до 200 мл/мин и устанавливается автоматически во время этапов десорбции и очистки сорбционной трубки.

Клапаны. Обеспечивают перекрывание потока продувочного газа для проверки герметичности установки сорбционной трубки. Нормальное положение клапанов (без подачи напряжения) – закрытое.

Источник питания. Формирует необходимые питающие напряжения составных частей термодесорбера.

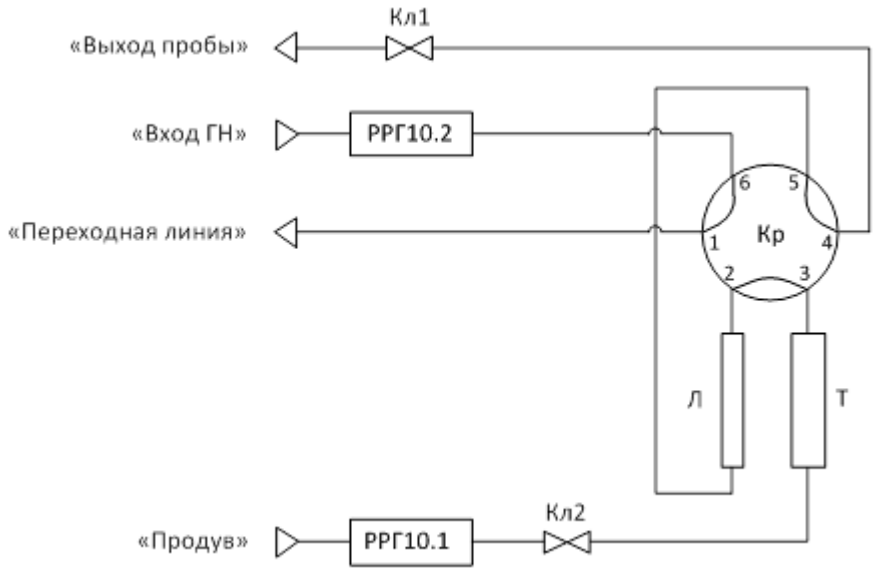
Контроллер. Обеспечивает хранение алгоритмов работы, параметров методик, задание и поддержание температур термостата сорбционной трубки, ловушки, крана-переключателя,

переходной линии, расхода газов, управление электроприводом крана, клапанами, а также связь термодесорбера с хроматографом.

Клавиатура. Предназначена для задания режима работы термодесорбера.

Индикатор. Используется для контроля рабочих параметров.

Схема газовая принципиальная термодесорбера:



Кл1 – Клапан сброса; Кл2 – Клапан продувочного газа; Кр – Кран-переключатель; РРГ1– Регулятор расхода газа-носителя; РРГ1– Регулятор расхода продувочного газа; Л – Ловушка; Т – Трубка сорбционная.

Рисунок 1.4 – Схема газовая принципиальная

1.5 Работа термодесорбера

Работа термодесорбера осуществляется в следующей последовательности:

- подготовка,
- готовность,
- десорбция,
- анализ,
- очистка трубки.

1.5.1 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".

При включении термодесорбера охлаждение ловушки и подача газа-носителя осуществляется после нагрева крана выше 150 °С.

1.5.2 Готовность

На этапе "Готовность" сорбционная трубка устанавливается в термостат термодесорбера и запускается выполнение анализа.

1.5.3 Десорбция

Перед проведением десорбции сорбционная трубка проверяется на герметичность путем измерения падения давления в газовой линии. Если падение давления составляет более установленного значения (по умолчанию 1 кПа), то выдается сообщение об ошибке "Тест на герметичность не пройден" и осуществляется переход на этап "Подготовка".

Если тест на герметичность не пройден, то после устранения негерметичности и выхода термодесорбера на этап "Готовность" необходимо заново нажать кнопку "Старт" на панели термодесорбера.

После проверки герметичности сорбционной трубки 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.

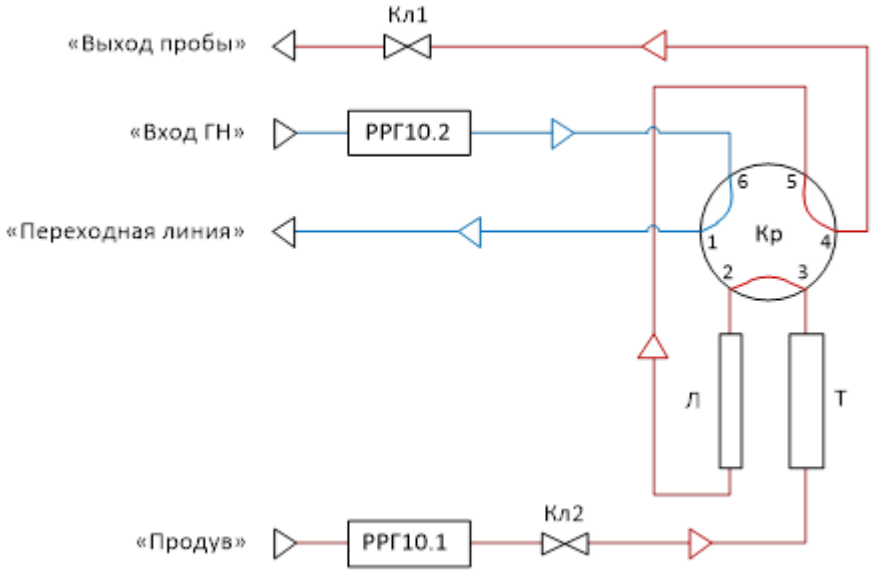


Рисунок 1.5 – Десорбция пробы из трубки и ее улавливание в ловушке

1.5.4 Анализ

Кран переходит в положение "Анализ", устанавливается верхняя температура ловушки и поддерживается в течение заданного времени. На этом этапе нагрев сорбционной трубки прекращается и продувочный газ не идет через сорбционную трубку.

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

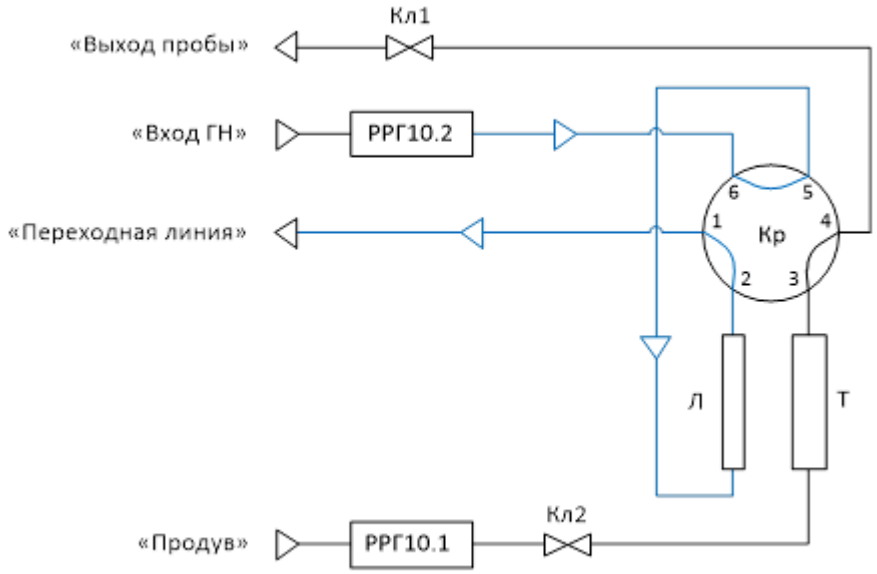


Рисунок 1.6 – Десорбция пробы из ловушки и ее ввод в хроматографическую колонку

1.5.5 Очистка трубки

Устанавливается заданный расход продувочного газа и температура термостата сорбционной трубки. Установленные значения поддерживаются в течение времени очистки трубки.

Очистка трубки используется для удаления с сорбента примесей, чтобы она была полностью готова к следующему отбору пробы.

1.6 Управление и параметры работы термодесорбера

Задание температур крана-переключателя, термостата сорбционной трубки и ловушки, расходов газа-носителя и продувочного газа, а также времени выполнения каждого этапа производится оператором в программе или с помощью клавиатуры прибора. Все параметры устанавливаются и контролируются автоматически программой управления термодесорбера. Общие параметры для всех этапов задаются в конфигурации прибора. Параметры для каждого этапа устанавливаются в соответствующем меню. Параметры работы термодесорбера и их характеристики описаны в таблице ниже. Подробное описание выбора параметров работы термодесорбера приведено в п. 3.10.

Таблица 1.1 – Параметры работы термодесорбера

Параметр	Характеристика
Конфигурация	
Температура крана	Диапазон рабочих температур от 150 до 250°С. Нагрев крана необходим для предотвращения конденсации анализируемых компонентов. Рекомендуемая температура крана при анализе летучих органических компонентов от 180 до 200 °С.
Температура переходной линии	Диапазон рабочих температур от 40 до 250°С. Обогреваемая переходная линия предназначена для переноса анализируемых компонентов из ловушки в хроматографическую колонку. Обычно температуру переходной линии устанавливают на величину от 5 до 10 °С выше температуры крана.
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.
Ожидание старта	Выбор значений: Да, Нет. При выборе ожидания готовности переход к этапу "Анализ" осуществляется после нажатия кнопки "Старт". Данная опция предназначена для работы с хроматографами, не поддерживающими связь с термодесорбером. Для автоматического страта анализа на хроматографе выбирается значение "Нет".
Зуммер	Выбор значений: Вкл, Выкл. Во включенном состоянии происходит подача звукового сигнала при ожидании десорбции и готовности.
Этап "Подготовка"	
Температура трубки (начальная)	Диапазон температур от 35 до 400 °С. Задается температура термостата при установке сорбционной трубки. При задании значения "0" данный параметр не контролируется, т.е. температура термостата сорбционной трубки соответствует температуре окружающей среды. Рекомендуемое значение 0 °С.
Температура ловушки (нижняя)	Диапазон температур от минус 20 до 35 °С. Задается температура ловушки во время десорбции компонентов с сорбционной трубки и их концентрирования на сорбенте в охлаждаемой ловушке. Рекомендуемое значение от минус 20 до минус 10 °С. При десорбции образцов с высокой влажностью устанавливают температуру ловушки 4 °С.
Расход газа-носителя	Диапазон значений от 0 до 200 мл/мин. Рекомендуемое значение от 5 до 15 мл/мин.
Время стабилизации	Диапазон значений от 0 мин 00 с до 15 мин 00 с. Данное время необходимо для стабилизации температур сорбционной трубки и ловушки, а также расхода газа-носителя.

Параметр	Характеристика
Этап "Десорбция"	
Температура трубки	Диапазон температур от 35 до 400 °С. Задается температура термостата сорбционной трубки во время десорбции анализируемых веществ. Температура десорбции зависит от определяемых компонентов и типа сорбента, приводится в соответствующих методиках выполнения измерений.
Расход продувочного газа	Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин. Для достижения оптимальной эффективности десорбции рекомендуется установить расход продувочного газа от 30 до 50 мл/мин.
Время десорбции	Диапазон значений от 0 ч 00 мин 00 с до 1 ч 00 мин 00 с. Время устанавливают таким образом, чтобы степень извлечения компонентов была максимальной.
Этап "Анализ"	
Температура ловушки (верхняя)	Диапазон температур от 35 до 400 °С. Температура ловушки зависит от используемого сорбента.
Скорость нагрева	Выбор значений: 500; 1000; 1500; 2000 °С/мин. При быстром нагреве ловушки летучие компоненты переходят в колонку в течение нескольких секунд. Медленный нагрев используется при анализе термолабильных компонентов.
Время нагрева	Диапазон значений от 0 мин 00 с до 15 мин 00 с. Задается время, в течение которого ловушка будет нагреваться. Рекомендуемое значение от 1 до 2 мин.
Этап "Очистка трубки"	
Температура трубки	Диапазон температур от 35 до 400 °С. 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.
Расход продувочного газа	Диапазон расхода от 0 до 200 мл/мин. Для уменьшения времени очистки трубки рекомендуется задавать расход продувочного газа от 50 до 100 мл/мин.
Время очистки	Диапазон значений от 0 ч 00 мин 00 с до 24 ч 00 мин 00 с. Время очистки выбирается таким образом, чтобы уровень холостых показаний сорбционной трубки был не более 10 % от отклика анализируемых компонентов. Рекомендуемое время очистки трубки после анализа от 10 до 15 мин.
Время ожидания	Диапазон значений от 0 ч 00 мин 00 с до 24 ч 00 мин 00 с. Время ожидания устанавливается при последовательных анализах таким образом, чтобы к моменту готовности хроматографа к следующему анализу термодесорбер и ожидал старта анализа.

Диаграмма управляющих сигналов контроллера термодесорбера:

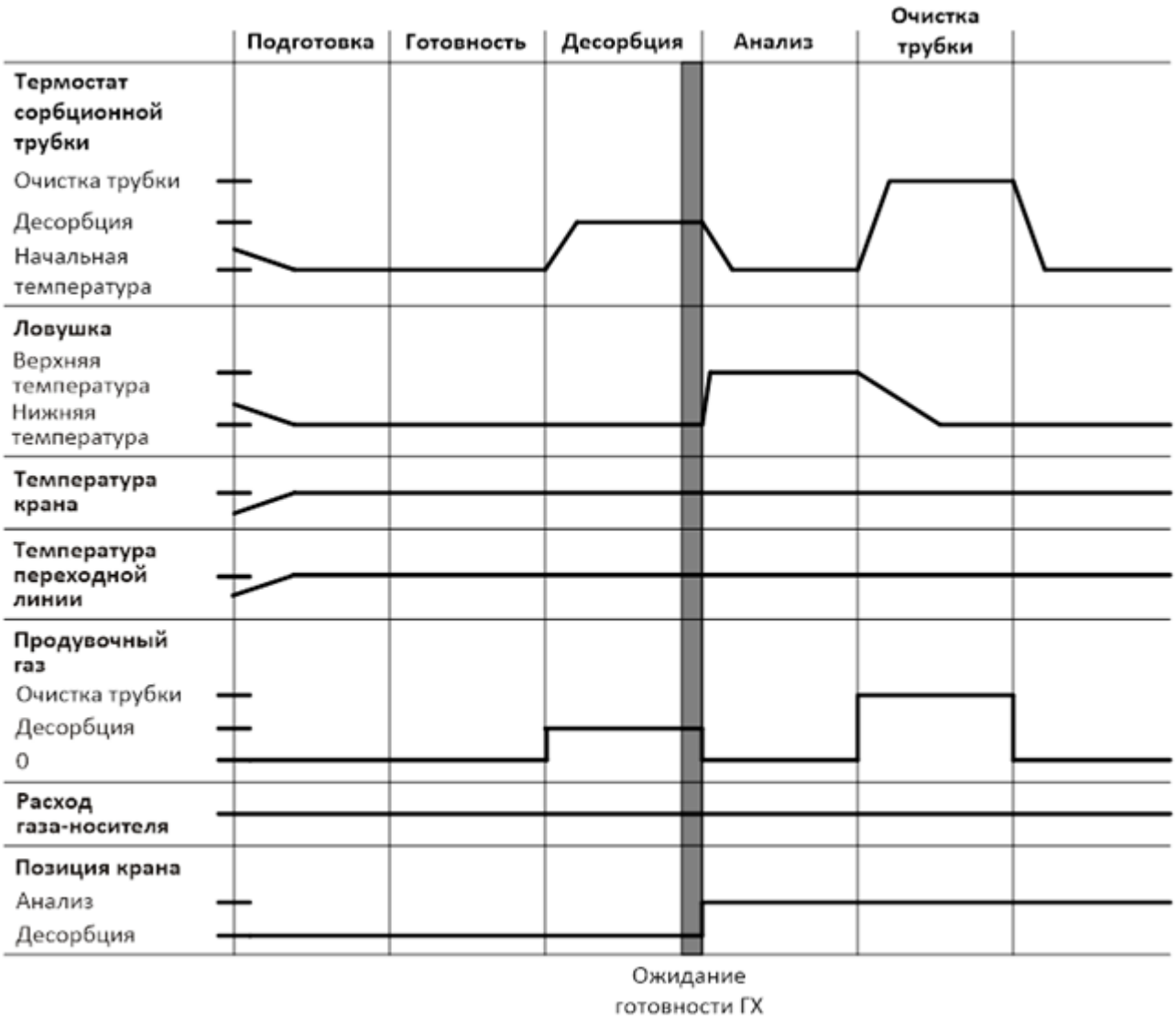


Рисунок 1.7 – Диаграмма управляющих сигналов контроллера

Синхронизация работы термодесорбера и хроматографа может осуществляться двумя способами: по старту хроматографа или по старту термодесорбера.

При работе по старту хроматографа переход на этап "Десорбция" происходит по нажатию кнопки "Старт" на хроматографе. После окончания этапа "Десорбция" одновременно запускается выполнение этапа "Анализ" на термодесорбере и хроматографе.

При работе по старту термодесорбера переход на этап "Десорбция" происходит по нажатию кнопки "Старт" на термодесорбере. После окончания этапа "Десорбция" термодесорбер ожидает готовности хроматографа и после этого одновременно запускает выполнение этапа "Анализ" на термодесорбере и хроматографе.

Задание программного управления термодесорбером возможно:

- с клавиатуры термодесорбера;
- с компьютера (программа "Хроматэк Аналитик" версии 2.6 и выше).

В первом случае согласование работы термодесорбера и хроматографа производится оператором.

1.6.1 Управление термодесорбером с помощью клавиатуры

Клавиатура расположена на передней панели термодесорбера и имеет 11 клавиш. Для удобства управления и контроля работы термодесорбера рядом с клавиатурой находится индикатор. Отображение этапов работы термодесорбера осуществляется с помощью световых индикаторов.



Рисунок 1.8 – Клавиатура термодесорбера

Нажатием клавиши на экран выводится первый параметр, относящийся к данной клавише. После нажатия клавиш "▲" и "▼" на экран выводятся все параметры, доступные для каждой функциональной клавиши.

Клавиша "Старт"

На начальном этапе ожидания клавиша "Старт" запускает выполнение метода.

На этапе "Готовность" если задано ожидание старта, то клавиша "Старт" осуществляет переход к этапу "Десорбция".

На этапе "Десорбция" если задано ожидание старта, то клавиша "Старт" осуществляет переход к этапу "Анализ".

Клавиша "Стоп"

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

Клавиша "Статус"

Клавиша "Статус" выводит на индикатор текущие и заданные параметры работы термодесорбера:

- название этапа;
- время этапа;
- температура сорбционной трубки;
- температура ловушки;
- температура крана;
- температура переходной линии;
- расход газа-носителя;
- расход продувочного газа.

Клавиша "Конфиг"

Клавиша "Конфиг" переходит к меню конфигурации термодесорбера.

В этом меню можно изменить следующие параметры:

- температура крана;
- температура переходной линии;
- тип газа-носителя;
- тип продувочного газа;
- допустимое падение давления при проверке герметичности сорбционной трубки;
- ожидание старта;
- зуммер.

Для каждого параметра отображается заданное значение и единица измерения. Чтобы изменить значение параметра используют клавиши "+", "–" и "Ввод". Для отмены последнего изменения нажимают клавишу "Отмена".

Клавиша "Прогр"

Клавиша "Прогр" обеспечивает доступ к меню редактирования метода и изменению параметров на этапах работы термодесорбера.

При выборе параметра "Изменить метод" появляется меню выбора этапов.

Для этапа "Подготовка" задают следующие параметры:

- температура сорбционной трубки (начальная);
- температура ловушки (нижняя);
- расход газа-носителя;

- время стабилизации параметров.

Для этапа "Десорбция" задают следующие параметры:

- температура сорбционной трубки (десорбция);
- расход продувочного газа;
- время десорбции.

Для этапа "Анализ" задают следующие параметры:

- температура ловушки (верхняя);
- скорость нагрева;
- время нагрева.

Для этапа "Очистка трубки" задают следующие параметры:

- температура сорбционной трубки (кондиционирование);
- расход продувочного газа;
- время очистки;
- время ожидания.

Для каждого параметра отображается единица измерения и заданное значение. Описание параметров и их возможных значений – Таблица 1.1. Чтобы изменить значение параметра используют клавиши "+", "–" и "Ввод". Для отмены последнего изменения нажимают клавишу "Назад".

После изменения параметров каждого этапа для сохранения изменений необходимо вернуться в меню "Программирование", нажав клавишу "Назад", выбрать "Сохранить метод", указать номер метода и нажать клавишу "Ввод".

1.6.2 Управление термодесорбером с помощью программы "Хроматэк Аналитик"

Действия оператора при работе в программе "Хроматэк Аналитик" описаны в руководстве пользователя 214.00045-51И.

Задание параметров работы термодесорбера производится одновременно с заданием режима работы хроматографа перед началом измерений.



Если "Хроматэк Навигатор" не запущен, запустите его.



Далее запустите соединение с помощью кнопки на рабочем столе "Хроматэк Навигатор".



Загрузятся программы "Панель управления" и "Хроматэк Аналитик 3.1".

Перейдите на страницу **Режим**.



На боковой панели нажмите на кнопку **Периферия**.

Задайте параметры режима термодесорбера.

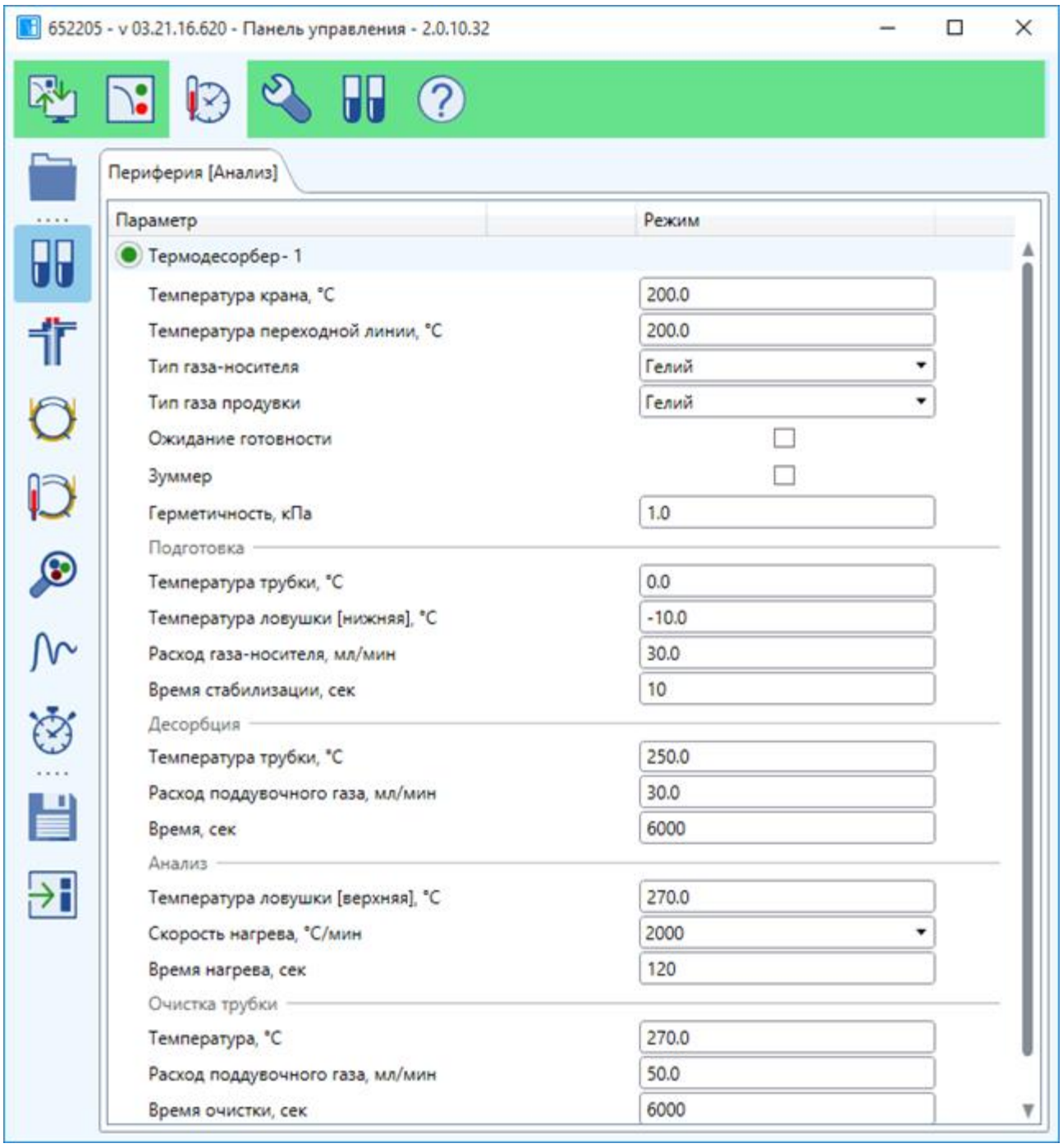


Рисунок 1.9 – Режим термодесорбера в "Панели управления 2.0"

2 Использование по назначению

2.1 Меры безопасности

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

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 из комплекта ЗИП.

Работа со снятыми кожухами ЗАПРЕЩАЕТСЯ!

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

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

2.2 Подготовка к работе

Подготовку термодесорбера к работе следует выполнять при отключенной электросети и перекрытых газовых магистралях.

2.2.1 Размещение термодесорбера

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

Термодесорбция является очень чувствительным методом анализа. Устанавливайте термодесорбер в помещении, в воздухе которого отсутствуют фоновые органические загрязнения.

2.2.2 Подготовка хроматографа



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 как показано на рисунке 2.1.

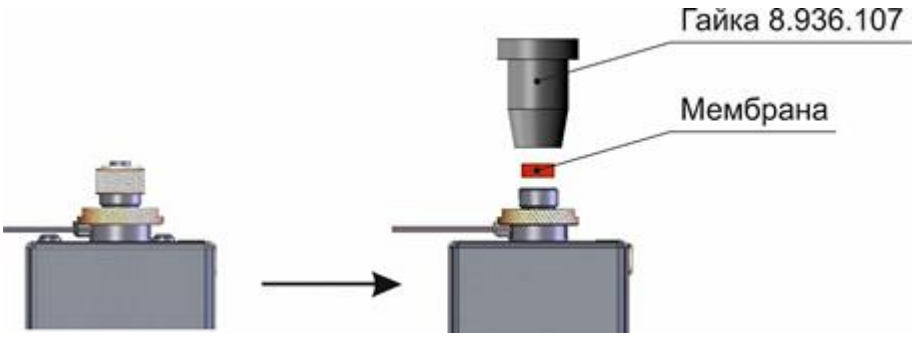


Рисунок 2.1 – Подготовка к работе испарителя хроматографа

2.2.3 Подключение газов

Максимально допустимое давление газа на входе в термодесорбер – 0,64 МПа.



Не используйте водород в качестве продувочного газа!

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

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

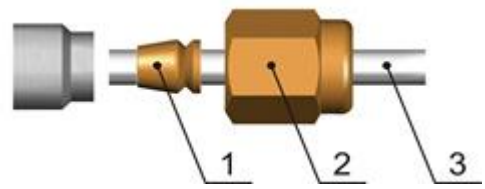
Для подключения газов к термодесорберу используйте чистые медные или стальные трубки. С целью удаления загрязнений с металлических трубок прогрейте их в термостате и пропустите через них чистый инертный газ.

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.

Подключить газовые линии к входным штуцерам термодесорбера, расположенным в задней части прибора (Рисунок 1.2).

- К штуцеру "Вход ГН" подключить газ-носитель, который используется в газовом хроматографе.
- К штуцеру "Продув" подключить продувочный газ, который будет применяться при проведении десорбции с сорбционной трубки.
- Со штуцера "Выход пробы" открутить заглушку и оставить его свободным.

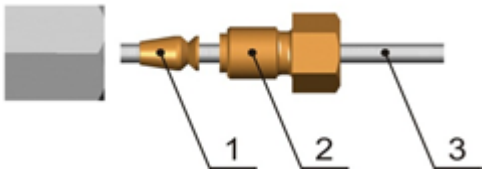
Схема соединения трубопроводов в термодесорбере приведена ниже (Рисунок 2.2). Соединения выполняются с помощью металлических трубок и муфт из латуни или нержавеющей стали. Затяжка муфт из латуни и нержавеющей стали выполняется с усилием "от руки" с доворотом ключом на 60°.



а) 1 – Муфта 8.658.038-02 (латунь)

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 2.2 – Соединение трубопроводов

Во избежание размывания пробы концы трубки следует вставлять в штуцеры до упора и контролировать положение трубки при ее уплотнении.

После подключения газовых линий к термодесорберу следует проверить их герметичность (п. 5.3).

2.2.4 Установка ловушки

Термодесорбер поставляется с установленной ловушкой Tenax TA. Если необходимо использовать ловушку с другим сорбентом, замените ее согласно п. 5.3.2.

2.2.5 Электрические подключения

- Сетевым шнуром SCZ-1 соединить термодесорбер с сетью электропитания.
- Кабелем RS-232-25/25 соединить разъем "RS 232" термодесорбера с разъемом "AUX" хроматографа.

2.2.6 Подключение переходной линии к хроматографу

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

2.3 Порядок работы

2.3.1 Задание параметров работы термодесорбера

Возможные варианты управления работой термодесорбера, а также параметры работы приведены в п. 1.5.

Задание параметров работы термодесорбера с помощью клавиатуры.

Порядок работы с клавиатурой термодесорбера описан в п. 1.5.1.

Алгоритм задания параметров работы термодесорбера с клавиатуры:

- Нажать клавишу "Конфиг" и в появившемся меню ввести необходимые параметры.
- Нажать клавишу "Прогр" и выбрать команду "Изменить метод".
- В появившемся списке этапов поочередно задать необходимые параметры.
- После задания всех параметров вернуться в меню "Программа", в строке "Запуск метода" выбрать номер метода, нажать клавишу "Ввод" для сохранения изменений.
- Запустить выполнение метода, нажав клавишу "Старт".

Контроль параметров термодесорбера осуществляется на индикаторе при нажатии клавиши "Статус".

Задание параметров работы термодесорбера в программе "Хроматэк Аналитик".

Порядок работы с программой "Хроматэк Аналитик" описан в п. 1.5.2.

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

- Запустить Панель управления.
- В меню "Управление" выбрать команду "Режим".
- В окне "Режим" выбрать "Термодесорбер ТДС-1".
- В появившемся диалоге ввести необходимые параметры.
- Нажать кнопку "ОК".

Контроль параметров отображается в закладке "Состояние".

2.3.2 Установка сорбционной трубки в термостат термодесорбера

Сорбционная трубка, заполненная сорбентом, показана на рисунке ниже. Каждая трубка имеет маркировку с условным обозначением сорбента (см. приложение).

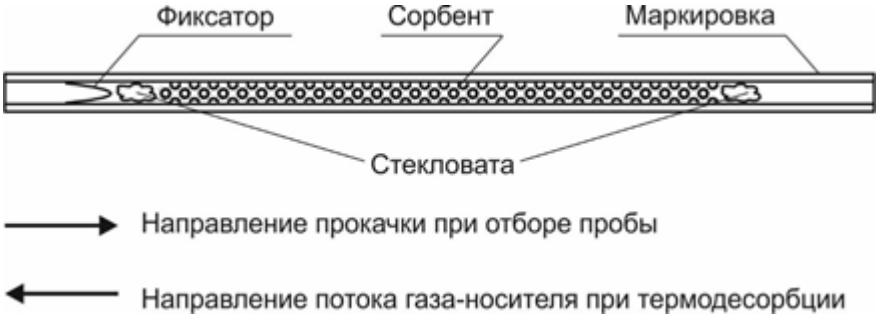
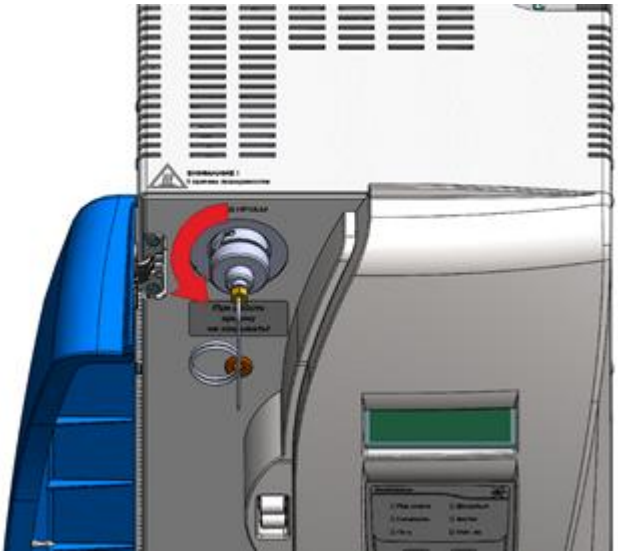


Рисунок 2.3 – Сорбционная трубка

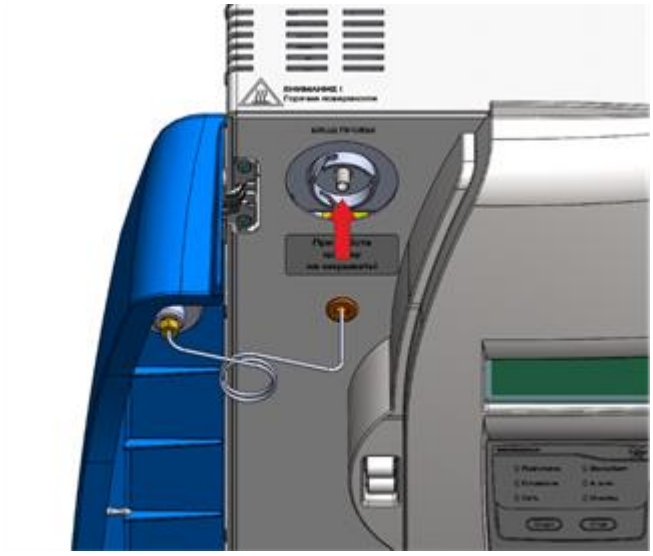
Сорбционную трубку устанавливают в термостат термодесорбера на этапе "Готовность".

Для установки сорбционной трубки необходимо:

- Отсоединить байонет, слегка надавив на него и повернув против часовой стрелки.



- Вставить сорбционную трубку в термостат, маркировка трубки должна быть со стороны байонета (в передней части термостата).



- Подсоединить байонет, надавив на него и повернув по часовой стрелке.

После установки сорбционной трубки нажимают клавишу "Старт" на панели термодесорбера (при работе с хроматографом ПМ3) или клавишу "Старт" на панели хроматографа (при работе с хроматографом ПМ2). Термодесорбер переходит на этап "Десорбция".

Во избежание получения ожога вынимать сорбционную трубку из термостата разрешается при его температуре менее 50 °С.

2.3.3 Последовательность действий по проведению анализа

После установки сорбционной трубки и перехода термодесорбера на этап "Десорбция" сорбционная трубка нагревается в термостате до заданной температуры и через нее продувается газ, унося анализируемые компоненты в ловушку.

Если установлено "Ожидание старта", то термодесорбер будет ожидать нажатия клавиши "Старт" (индикатор "Готовность" будет гореть). Если не установлено "Ожидание старта", то термодесорбер перейдет на этап "Анализ" сразу после выхода хроматографа на готовность.

На этапе "Анализ" кран поворачивается в положение "Анализ", и ловушка быстро нагревается до установленной температуры. На панели термодесорбера загорается индикатор "Анализ". Хроматограф переходит на этап "Анализ".

После окончания этапа "Анализ" термодесорбер переходит на этап "Очистка трубки". При завершении этапа "Очистка трубки" термодесорбер переходит на этап "Подготовка".

После завершения работы термодесорбер можно выключать, не дожидаясь охлаждения всех узлов (кран-переключатель, переходная линия, термостат сорбционной трубки).

2.4 Проверка готовности к использованию

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

При проверке СКО используют капиллярную колонку BPX-Volatile 60 m × 0,32 mm × 1,8 µm (допускается использовать колонку с другой фазой и другой длины, обеспечивающей разделение анализируемых веществ) и сорбционную трубку, заполненную Tenax TA. Контроль СКО проводят по контрольной смеси, содержащей толуол в метаноле (или ацетоне) с концентрацией от 0,1 до 1,0 мг/мл.

Задают следующие режимы работы термодесорбера и хроматографа.

Таблица 2.1 – Режим работы термодесобера

Параметр	**Значение**
Конфигурация	
Температура крана	150 °C
Температура переходной линии	180 °C
Газ-носитель	гелий
Продувочный газ	гелий
Ожидание старта	нет
Герметичность	1 кПа
Подготовка	
Температура трубки (начальная)	0 °C
Температура ловушки (нижняя)	минус 10 °C
Расход газа-носителя	5 мл/мин
Время стабилизации параметров	0 с
Десорбция	
Температура десорбции	250 °C
Расход продувочного газа	30 мл/мин
Время десорбции	5 мин
Анализ	
Температура ловушки (верхняя)	250 °C
Скорость нагрева ловушки	2000 °C/мин
Время нагрева	2 мин
Очистка трубки	
Температура трубки	270 °C
Расход продувочного газа	50 мл/мин

Параметр	Значение
Время очистки	5 мин
Время ожидания	0 мин

Таблица 2.2 – Режим работы хроматографа (с детектором ПИД и капиллярным испарителем)

Параметр	Значение
Температура термостата колонок	150 °С
Температура испарителя	200 °С
Давление газа-носителя (гелий)	120 кПа*
Сброс пробы	1:20
Температура детектора ПИД	250 °С
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:

- В сорбционную трубку со стороны отсутствия маркировки микрошприцем вводят 1 мкл контрольной смеси.
- Трубку продувают инертным газом в направлении отбора пробы (Рисунок 2.). Объем прокачиваемого газа зависит от растворителя в контрольной смеси – Таблица 3.7.
- Устанавливают сорбционную трубку в термостат термодесорбера и проводят анализ в соответствии с п. и п. 2.2.4.
- Выполняют серию в количестве от пяти до десяти анализов.
- Рассчитывают СКО в соответствии с методикой поверки хроматографа. СКО должно соответствовать требованиям, указанным в п. 1.2.

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.

3 Разработка методики анализа

3.1 Принцип термодесорбции

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

Самым простым вариантом является одностадийная термодесорбция (Рисунок 3.1). 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.

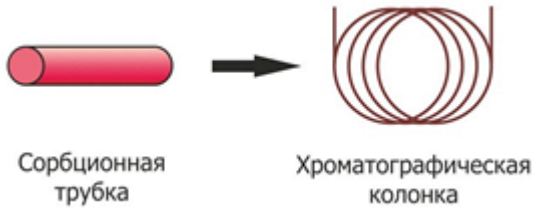


Рисунок 3.1 – Одностадийная термодесорбция

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 3.2). Существует два основных способа фокусирования компонентов:

- криофокусировка в капилляре;
- улавливание в холодной ловушке.

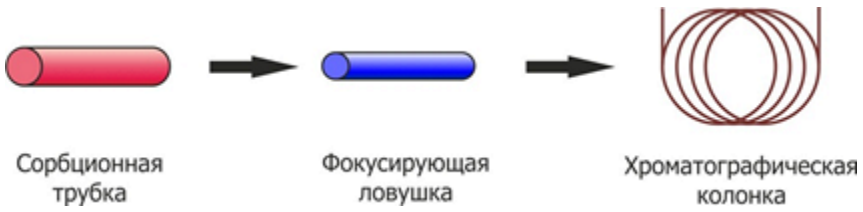


Рисунок 3.2 – Двухстадийная термодесорбция

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.

3.2 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.

3.3 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.

3.4 Выбор сорбента

Сорбент должен во время отбора пробы удерживать анализируемые вещества, а во время десорбции легко их отдавать. В зависимости от анализируемых веществ используют различные сорбенты. Рекомендации по выбору сорбента приведены в таблице ниже.

По степени улавливания компонентов сорбенты условно разделяют на слабые, средние и сильные. Слабые сорбенты хорошо улавливают малолетучие компоненты, средние – летучие, а сильные – высоколетучие.

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 комбинированные трубки, содержащие следующие сорбенты: Carbopack C, Carbopack B и Carbosieve S-III. Такие трубки позволяют уловить практически все вещества.

Таблица 3.1 – Рекомендации по использованию сорбентов

Сорбент	**Диапазон летучести аналитов**	**Макс. рабочая температура, °C**	**Удельная поверхность, $м^2/г$**	**Примеры анализируемых веществ**
Tenax TA	Температура кипения от 100 до 400 °C. От н-C7 до н-C26	350	35	Ароматические неполярные соединения (с температурой кипения более 100 °C) и менее летучие полярные соединения (с температурой кипения более 150 °C)
Tenax GR	Температура кипения от 100 до 450 °C. От н-C7 до н-C30	350	35	Алкилбензолы, ПАУ и ПХБ в парообразном состоянии, а также соединения, указанные для Tenax TA
Porapak Q	Температура кипения от 50 до 200 °C. От н-C5 до н-C12	250	550	Разнообразные ЛОС, включая кислородсодержащие соединения
Porapak N	Температура кипения от 50 до 150 °C. От н-C5 до н-C8	180	300	Специфичный сорбент для летучих нитрилов: акрилонитрил, ацетонитрил, пропионитрил, также подходит для пиридина,

Сорбент	Диапазон летучести аналитов	Макс. рабочая температура, °С	Удельная поверхность, $м^2/г$	Примеры анализируемых веществ
				летучих спиртов от этанола, метилэтилкетона
Chromosorb 102	Температура кипения от 50 до 200 °С	250	350	Разнообразные ЛОС, включая кислородсодержащие соединения и летучие галогенсодержащие соединения до метиленхлорида
Chromosorb 106	Температура кипения от 50 до 200 °С	250	750	Разнообразные ЛОС, включая углеводороды от н-С5 до н-С12, а также летучие кислородсодержащие соединения
Carbopack B	От н-С5 до н-С14	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

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

3.5 Приготовление сорбционных трубок

При работе с термодесорбером используются сорбционные трубки длиной 115 мм и внешним диаметром 6 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.

В трубках обычно содержится от 200 до 1000 мг сорбента в зависимости от его плотности, например, около 250 мг пористых полимеров (Tenax, Chromosorb, Porapak) или 500 мг углеродных сорбентов (Carbopack, Carbosieve S-III). Рекомендуемая фракция сорбента 60/80 меш.

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

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

Сорбционная трубка, заполненная сорбентом:

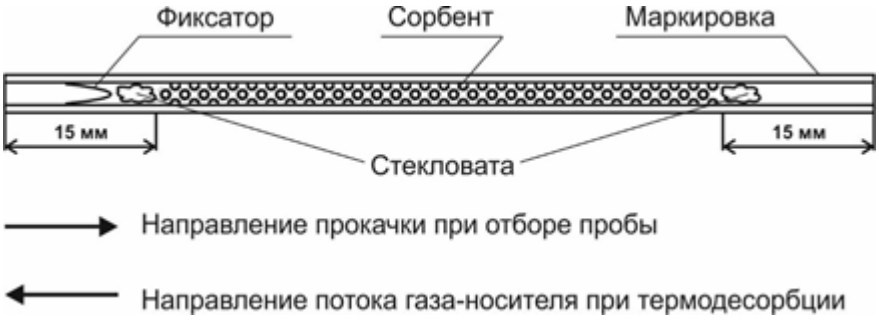


Рисунок 3.3 – Заполнение трубки сорбентом

Если трубка содержит несколько сорбентов, то их располагают по порядку увеличения их силы и отделяют друг от друга слоем стекловаты. Самый сильный сорбент должен располагаться со стороны маркировки трубки. Таким образом, проба вводится в направлении от слабого сорбента к сильному, малолетучие компоненты улавливаются слабым сорбентом, а высоколетучие – сильным. Десорбция происходит в обратном направлении и малолутечие компоненты не контактируют с сильным сорбентом, что могло бы привести к их необратимой сорбции (Рисунок 3.4).



Рисунок 3.4 – Заполнение трубки несколькими сорбентами

Возможные варианты заполнения трубок несколькими сорбентами приведены в таблице ниже.

Таблица 3.2 – Примеры многослойных трубок

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

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

3.6 Кондиционирование сорбционных трубок

Кондиционирование трубок используется для удаления с сорбента всех примесей. Кондиционирование можно проводить непосредственно в термодесорбере (на этапе "Очистка трубки") или в десорбере 214.5.886.045-01 – устройстве для очистки сорбционных трубок.

При первом кондиционировании желательно повышать температуру постепенно через три или четыре ступени. Температуру первого кондиционирования устанавливают на величину от 20 до 30 °С выше температуры десорбции. Для быстрого удаления примесей используйте высокий расход инертного газа (около 100 мл/мин). 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 °С выше температуры десорбции, а время от 15 до 30 мин.

Температура кондиционирования не должна превышать максимальную рабочую температуру сорбента (Таблица 3.1).

Рекомендуемые максимальные температуры кондиционирования трубок в зависимости от сорбента – Таблица 3.3. 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 °С.

Таблица 3.3 – Рекомендуемые максимальные температуры кондиционирования

Сорбент	**Максимальная температура кондиционирования, °С**
Tenax TA	330
Tenax GR	330
Porapak Q	250
Porapak N	180
Chromosorb 102	250
Chromosorb 106	250
Carbopack B	350
Carbopack C	350
Carbosieve S-III	350
Carboxen 1000	350

При кондиционировании трубок в термодесорбере в созданном методе обнулите времена этапов "Десорбция" и "Анализ", чтобы пропустить их и начинать работу сразу с очистки трубки.

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

3.7 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.

Отбор проб осуществляется с помощью штуцера 8.652.506 или 8.652.507 из комплекта ЗИП в зависимости от модели аспиратора.

Схема подключения трубки к штуцеру показана на рисунке ниже. Необходимые для подключения детали имеются в комплекте ЗИП. Трубку к аспиратору подключают маркированным концом. При использовании комбинированных трубок проба сначала должна проходить через слабый сорбент, а потом через сильный.

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.

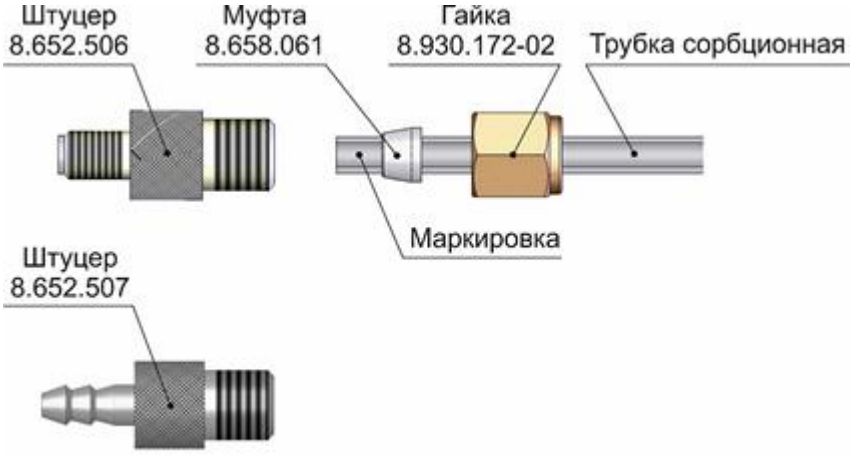


Рисунок 3.5 – Отбор пробы

Ниже (Таблица 3.4) приведены ожидаемые массы анализируемых веществ, отобранных на сорбент в зависимости от типа пробы и объема прокаченного воздуха.

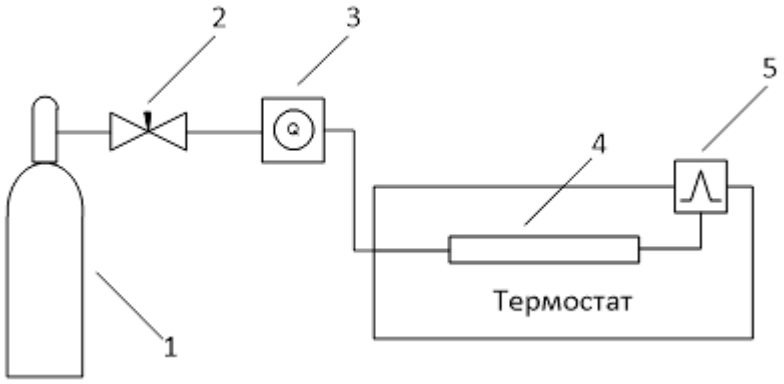
Таблица 3.4 – Масса вещества, отобранная на сорбент в зависимости от типа пробы

Тип пробы	**Ожидаемая концентрация, мкг/м³**	**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/м³. Собирают систему, состоящую из источника градуировочной газовой смеси, регулятора с измерителем расхода, сорбционной трубки и детектора ПИД или другого детектора (Рисунок 3.6).



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

Рисунок 3.6 – 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.

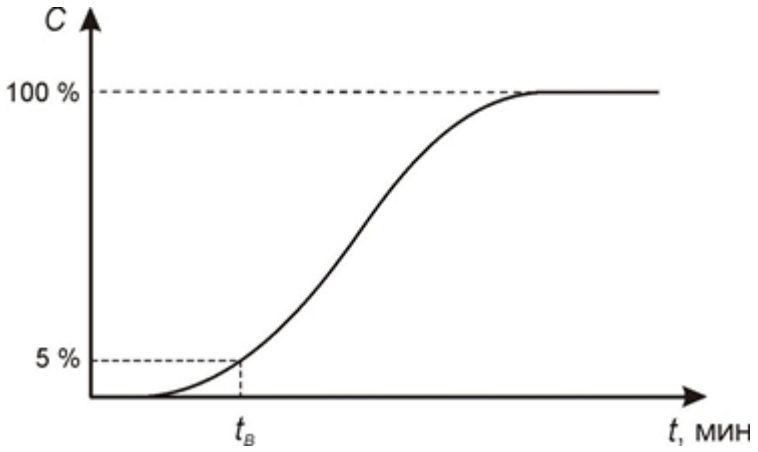


Рисунок 3.7 – Определение объема "проскока"

Объем проскока V_B, л, рассчитывают по формуле:

$$V_B = F \cdot t_B$$

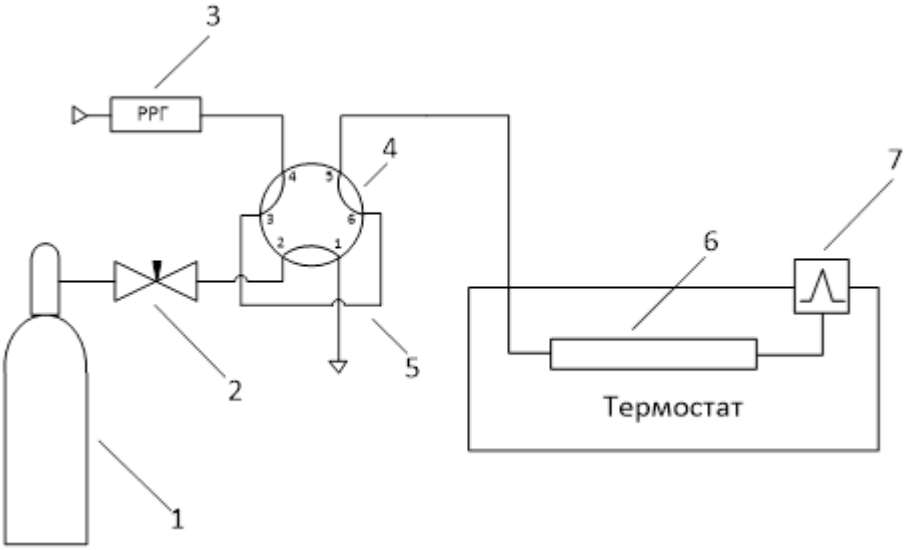
где F – расход газа, л/мин;

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 на рисунке ниже.



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 3.8 – 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 3.9). Измерения проводят при различных температурах так, чтобы время удерживания было в интервале от 2 до 20 мин.

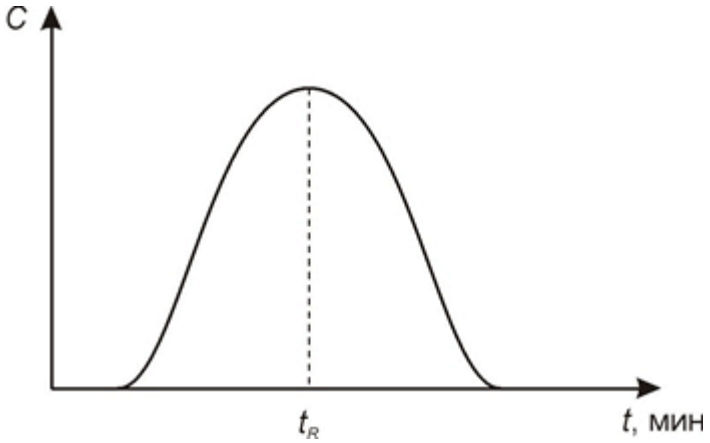


Рисунок 3.9 – Определение удерживаемого объема

Объем удерживания V_R, л, рассчитывают по формуле:

$$V_R = F \cdot t_R$$

где F – расход газа-носителя, л/мин;

t_B – 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 3.10).

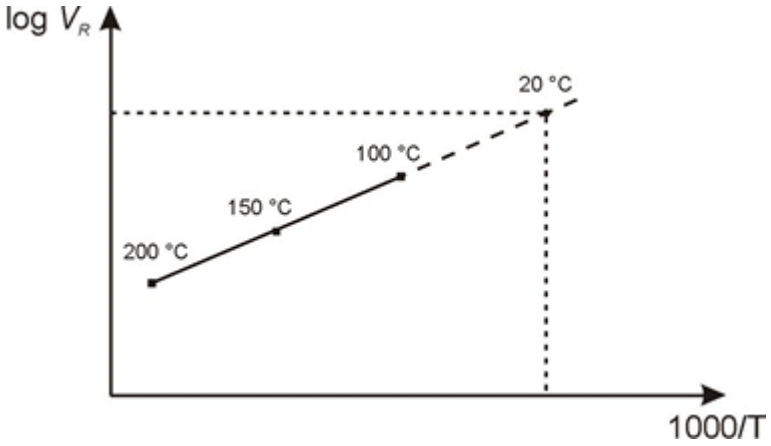


Рисунок 3.10 – Экстраполяция удерживаемого объема к комнатной температуре

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 в 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 литературе[1]. 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.

[1] ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007 Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений. Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки с последующей термодесорбцией и газохроматографическим анализом на капиллярных колонках. Часть 1. Отбор проб методом прокачки.

ГОСТ Р ИСО 16000-6-2007 Воздух замкнутых помещений. Часть 6. Определение летучих органических соединений в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры путем активного отбора проб на сорбент Tenax TA с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом с использованием МСД/ПИД.

ASTM Method D 6196-03 (2009) Standard Practice for Selection of Sorbents, Sampling, and Thermal Desorption Analysis Procedures for Volatile Organic Compounds in Air.

MHDS 72 UK Health and Safety Executive. Method for the Determination of Hazardous Substances. Volatile organic compounds in air – Laboratory method using pumped solid sorbent tubes, thermal desorption and gas chromatography.

3.8 Хранение трубок

Для герметичного хранения сорбционных трубок используют контейнер 6.087.021 (Рисунок 3.11).

Порядок установки сорбционной трубки в контейнер 6.087.021:

- Открутить гайку одну из гаек 8.930.134.
- Вставить сорбционную трубку в контейнер.
- Закрутить гайку 8.930.134 "от руки".

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



Рисунок 3.11 – Установка сорбционной трубки в контейнер

Вместо контейнера для хранения сорбционных трубок может быть использован комплект заглушек 4.069.005, состоящий из двух заглушек 6.433.143. Заглушка 6.433.143 состоит из заглушки 8.632.092, муфты 8.658.061 и гайки 8.930.172-02 (Рисунок 3.12).

Порядок установки заглушки 6.433.143:

- 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.

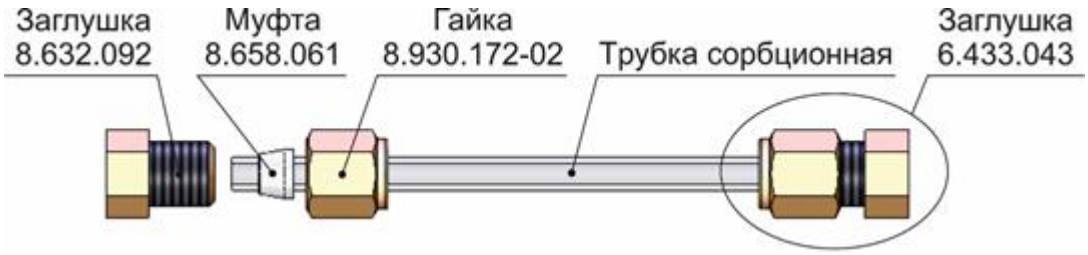


Рисунок 3.12 – Установка заглушки на сорбционную трубку

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 можно 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.

3.9 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").

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



Рисунок 3.13 – 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 3.14).

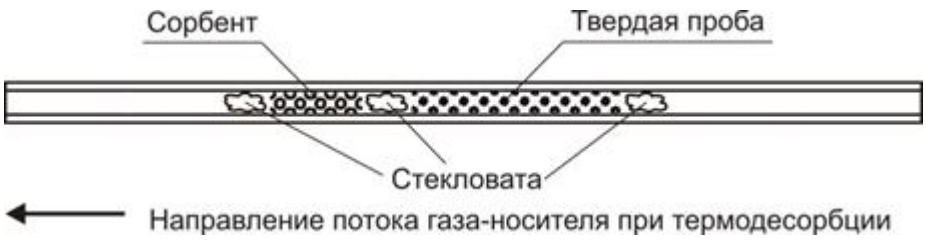


Рисунок 3.14 – Размещение сорбента перед твердой пробой

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

3.10 Параметры работы термодесорбера

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

3.10.1 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 3.1). 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 3.5).

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 3.5 – Рекомендуемые максимальные температуры десорбции

Сорбент	**Максимальная температура десорбции, °С**
Tenax TA	300
Tenax GR	300
Porapak Q	225
Porapak N	180
Chromosorb 102	225
Chromosorb 106	225
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).

3.10.2 Расход продувочного газа

Расход продувочного газа выбирается таким образом, чтобы за минимальное время добиться полного извлечения веществ с сорбционной трубки. В тоже время слишком большой расход продувочного газа может приводить к "проскоку" анализируемых веществ через ловушку. Оптимальный расход продувочного газа составляет от 30 до 50 мл/мин.

3.10.3 Время десорбции

Время десорбции должно быть достаточным для полного извлечения компонентов. В зависимости от температуры десорбции и расхода продувочного газа время десорбции составляет от 10 до 30 мин. Необходимо задавать минимально возможное время, чтобы повысить производительность работы термодесорбера.

3.10.4 Фокусирование веществ в ловушке

Поскольку ловушка концентрирует вещества при низкой температуре и через нее пропускается небольшой объем газа, обычно ее можно заполнить более слабым сорбентом, чем тот, который используется в трубке.

Ниже (Таблица 3.6) приведены рекомендации по заполнению ловушки в зависимости от сорбента, используемого в трубке.

Таблица 3.6 – Рекомендации по заполнению ловушки

Сорбент трубки	**Сорбент ловушки**
Tenax TA	Tenax TA
Tenax GR	Tenax GR
Porapak Q	Porapak Q или двухслойная ловушка (Carbopack B и Carbosieve S-III)
Porapak N	Porapak N или двухслойная ловушка (Carbopack B и Carbosieve S-III)
Chromosorb 102	Chromosorb 102 или двухслойная ловушка (Carbopack B и Carbosieve S-III)
Chromosorb 106	Chromosorb 106 или двухслойная ловушка (Carbopack B и Carbosieve S-III)
Carbopack B	Carbopack B или Tenax GR
Carbopack C	Carbopack C или Tenax TA
Carbosieve S-III	Carbosieve S-III или двухслойная ловушка (Carbopack B и Carbosieve S-III)
Carboxen 1000	Carboxen 1000 или двухслойная ловушка (Carbopack B и Carboxen 1000)
Tenax TA / Carbopack B	Tenax TA или двухслойная ловушка (Tenax TA и Carbopack B)
Tenax TA / Carbosieve S-III	Двухслойная ловушка (Tenax TA и Carbosieve S-III)
Tenax TA / Carboxen 1000	Двухслойная ловушка (Tenax TA и Carboxen 1000)
Tenax GR / Carbopack B	Tenax GR или двухслойная ловушка (Tenax GR и Carbopack B)
Tenax GR / Carbosieve S-III	Двухслойная ловушка (Tenax GR и Carbosieve S-III)
Tenax TA / Carboxen 1000	Двухслойная ловушка (Tenax GR и Carboxen 1000)
Carbopack B / Carbosieve S-III	Двухслойная ловушка (Carbopack B и Carbosieve S-III)
Carbopack B / Carboxen 1000	Двухслойная ловушка (Carbopack B и Carboxen 1000)
Tenax TA / Carbopack B / Carbosieve S-III	Трехслойная ловушка (Tenax TA, Carbopack B, и Carbosieve S-III)
Tenax TA / Carbopack B / Carboxen 1000	Трехслойная ловушка (Tenax TA, Carbopack B, и Carboxen 1000)

Сорбент трубки	Сорбент ловушки
Tenax GR / Carbopack B / Carbosieve S-III	Трехслойная ловушка (Tenax GR, Carbopack B, и Carbosieve S-III)
Tenax GR / Carbopack B / Carboxen 1000	Трехслойная ловушка (Tenax GR, Carbopack B, и Carboxen 1000)
Carbopack B / Carbosieve S-III / Carboxen 1000	Трехслойная ловушка (Carbopack B, Carbosieve S-III и Carboxen 1000)
Carbopack C / Carbopack B / Carbosieve S-III	Трехслойная ловушка (Carbopack C, Carbopack B, и Carbosieve S-III)
Carbopack C / Carbopack B / Carboxen 1000	Трехслойная ловушка (Carbopack C, Carbopack B, и Carboxen 1000)

Ловушка заполняется сорбентом аналогично сорбционной трубке. Длина слоя сорбента должна составлять 40 мм. При заполнении ловушки несколькими сорбентами более слабый из них должен располагаться со стороны сужения. Заполненная ловушка показана на рисунке ниже.

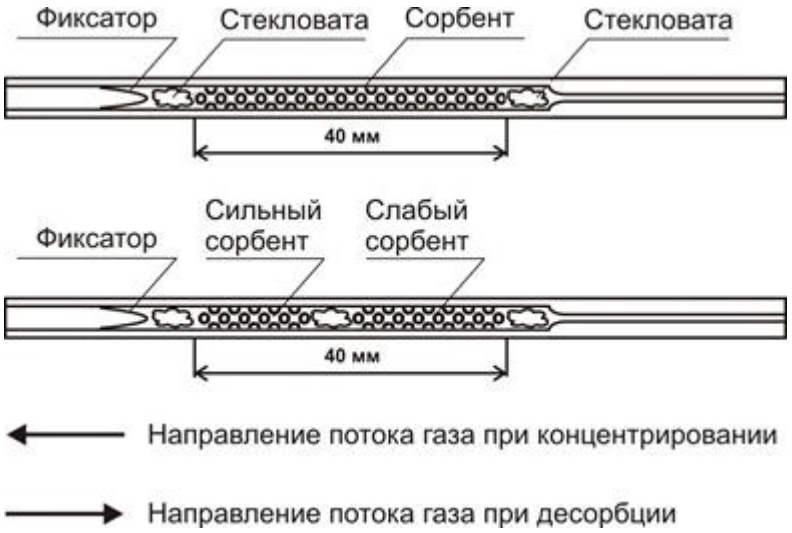


Рисунок 3.15 – Заполнение ловушки сорбентом

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.

3.10.5 Нижняя температура ловушки

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.

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.

3.10.6 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 3.1).

3.10.7 Скорость нагрева

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.

3.10.8 Время нагрева

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.

3.10.9 Очистка трубки

Очистка трубки (кондиционирование) используется для удаления из нее всех примесей, перед повторным применением для отбора пробы.

Температура кондиционирования обычно задается на величину от 10 до 20 °С выше температуры десорбции. Однако она не должна превышать максимальную рабочую температуру сорбента.

Рекомендуемые максимальные температуры кондиционирования трубок в зависимости от сорбента – Таблица 3.3.

Для ускорения очистки расход продувочного газа задают около 100 мл/мин, для комбинированных трубок – около 50 мл/мин.

Время очистки трубки подбирают таким образом, чтобы при последующем анализе отклики примесей не превышали 10 % от минимальных откликов анализируемых веществ при анализе. Обычно для удаления примесей достаточно от 10 до 20 мин.

3.10.10 Температура крана

Нагрев крана необходим для предотвращения конденсации анализируемых компонентов. Температура крана зависит от определяемых веществ, обычно ее устанавливают в диапазоне от 150 до 200 °С.

3.10.11 Температура переходной линии

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

3.10.12 Расход газа-носителя

Для обеспечения передачи пробы из термодесорбера в хроматограф расход газа-носителя обычно устанавливают 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 минимальный сброс пробы (от 1:1 до 1:10).

3.10.13 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.

3.11 Градуировка

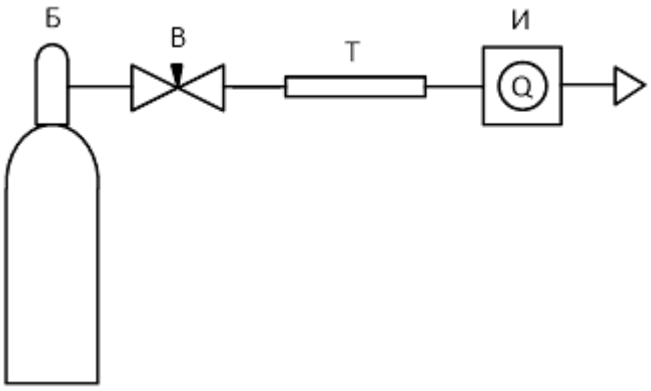
Процедура градуировки термодесорбера должна максимально приближаться к реальным условиям анализа. Для получения правильных результатов необходимо вводить стандарт на сорбционную трубку и полностью повторять все этапы анализа.

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

3.11.1 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.

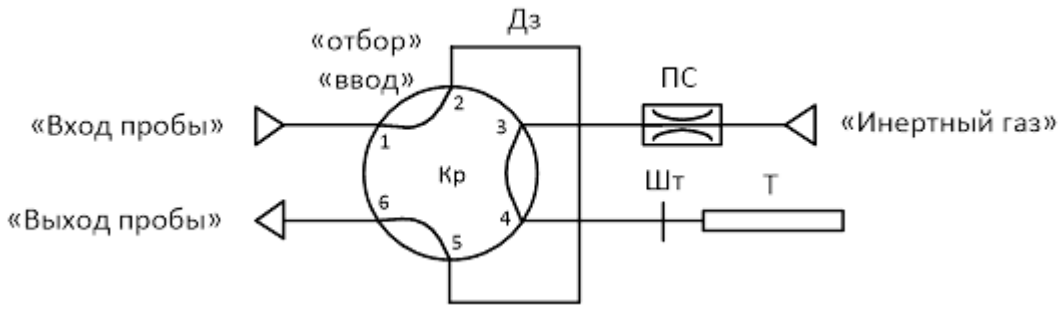
Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем прокачивания через них точно известного объема стандартной газовой смеси, например, 100 мл, 200 мл, 400 мл, 1 л, 2 л, 4 л или 10 л. Схема подключения сорбционной трубки приведена на рисунке ниже. При этом объем смеси не должен превышать объема "проскока".



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

Рисунок 3.16 – 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. Принципиальная схема устройства для ввода пробы на сорбционную трубку с помощью крана-дозатора изображена на рисунке ниже.



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

Рисунок 3.17 – Схема устройства для ввода газовой смеси на сорбционную трубку

3.11.2 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 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.

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 ниже (Таблица 3.7).

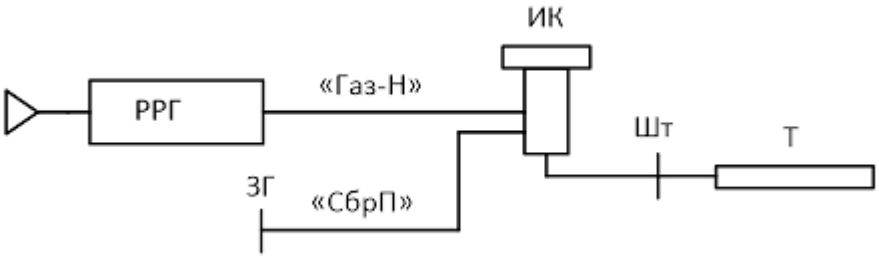
Таблица 3.7 – Объем газа, необходимый для отдувки растворителя

Растворитель	**Объем газа, л**
Ацетон	1,2
н-Гексан	6,4
Дихлорметан	0,9
1,1-Дихлорэтилен	0,9
Метанол	0,1
Метилэтилкетон	6,4
н-Пентан	1,0
Хлороформ	3,8
Этанол	0,4
Этилацетат	7,2

Градуировка по жидким смесям может выполняться двумя способами: ввод жидкости через испаритель и введение раствора напрямую в трубку.

Ввод жидкости через испаритель

Сорбционную трубку подсоединяют к испарителю хроматографа, через который пропускают чистый газ со скоростью 100 мл/мин. Принципиальная схема приведена на рисунке ниже. Если используется капиллярный испаритель, то сброс пробы необходимо заглушить или задать расход 0 мл/мин. Температура испарителя должна быть немного ниже температуры кипения растворителя. С помощью микрошприца через мембрану вводят от 1 до 5 мкл градуировочного раствора. По истечении заданного времени трубку отсоединяют и герметично закрывают.



РРГ – Регулятор расхода газа; ИК – Испаритель капиллярный; ЗГ – Заглушка; Шт – Штуцер; Т – Трубка сорбционная.

Рисунок 3.18 – Схема устройства для градуировки с испарителем

Прямой ввод жидкости в трубку

С помощью микрошприца в трубку со стороны отбора пробы (отсутствия маркировки) вводят от 1 до 5 мкл градуировочного раствора. Жидкость вносят на начальный слой сорбента.

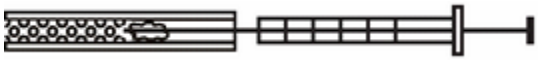
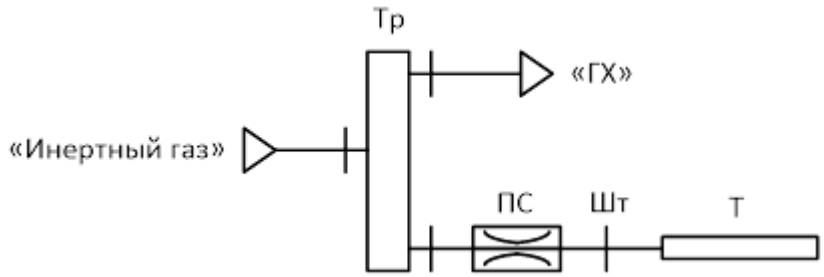


Рисунок 3.19 – Ввод жидкой смеси в сорбционную трубку

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.

Для ввода жидких смесей в сорбционную трубку и последующей отдувки растворителя может быть использовано устройство ввода в сорбционную трубку 214.5.885.023.

Кроме устройства ввода в сорбционную трубку 214.5.885.023 прокачку трубки после введения в нее градуировочного раствора можно организовать газом-носителем, который используется для питания хроматографа. Для этого перед входом в газовый хроматограф устанавливается тройник и пневмосопротивление 5.150.015-02. Для соединения с сорбционной трубкой используют переходной штуцер 8.652.506. Схема подключения сорбционной трубки приведена на рисунке ниже. Если градуировка не проводится, штуцер может быть закрыт заглушкой.



Тр – Тройник 6.454.022-01; ПС – пневмосопротивление 5.150.015-02; Шт – Штуцер 8.652.506; Т – Трубка сорбционная.

Рисунок 3.20 – Схема устройства для прокачки трубки инертным газом

3.12 Общие рекомендации по проведению анализа

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

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

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.

4 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению

В ходе работы могут встречаться следующие виды неисправностей:

- Неудовлетворительная сходимость результатов между параллельными измерениями.
- Размытие пиков, их уширение или появление "хвостов".
- Наличие ложных пиков.
- Отсутствие пиков на хроматограмме.

При возникновении неисправностей проверьте соответствие режима работы термодесорбера тем аналитическим задачам, которые Вы решаете. Описание разработки методики анализа и выбор оптимальных параметров приведены в разделе 3.

4.1 Неудовлетворительная сходимость результатов между параллельными измерениями.

Контроль сходимости результатов производится согласно п. 2.4.

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

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

4.1.1 Аналитические требования

Объем отбираемой на сорбционную трубку пробы должен быть точно отмерен и повторяться от анализа к анализу.

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

4.1.2 Аппаратные несоответствия

- Негерметичность установки сорбционной трубки или ловушки.
- Негерметичность коммутирующих трубопроводов.
- Негерметичность уплотнения иглы, поломка иглы.
- Неисправность хроматографа.

4.1.3 Проверка герметичности установки сорбционной трубки и ловушки

Негерметичность установки сорбционной трубки или ловушки может влиять на высоту пиков анализируемых компонентов или приводить к их отсутствию на хроматограмме.

Перед проведением десорбции сорбционная трубка и ловушка автоматически проверяются на герметичность. Проверка производится по падению давления в газовой линии. Установка допустимого значения падения давления производится в меню "Конфигурация" (п. 1.6).

При обнаружении негерметичности на индикаторе выводится сообщение "Тест на герметичность не пройден".

Действия:

- Заменить кольца уплотнения сорбционной трубки.
- Если замена колец сорбционной трубки не решает проблему, то заменить уплотняющие кольца ловушки.
- Если указанные действия не приводят к положительному результату, то проверяют герметичность коммутирующих трубопроводов.

4.1.4 Проверка герметичности коммутирующих трубопроводов

Проводится согласно п. 5.2.

4.1.5 Проверка целостности иглы и герметичности ее уплотнения

При отсутствии герметичности иглы может наблюдаться снижение высот пиков анализируемых соединений.

Действия:

- Иглу переходной линии заглушить с помощью резиновой заглушки.
- Подать на "Вход ГН" термодесорбера давление инертного газа от 0,4 до 0,44 МПа.
- Включить термодесорбер.
- Задать расход газа-носителя 100 мл/мин.
- Поместить заглушенную иглу вместе с уплотняющей гайкой в воду. При наличии пузырьков газа устранить течь путем подтягивания гайки 8.930.161 или заменить иглу при ее повреждении согласно п. 5.3.4.

4.1.6 Проверка исправности хроматографа

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

4.2 Размытие пиков, их уширение или появление "хвостов"

Размытие пиков может быть вызвано следующими причинами:

- 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. 3.10.12.
- Ловушка заполнена сильным сорбентом. Подобрать более слабый сорбент в соответствии с рекомендациями, приведенными в п. 3.10.4, и заполнить им ловушку.
- При десорбции с сорбционной трубки на ловушке сконцентрировалось большое количество воды или растворителя. В результате при высокой скорости нагрева ловушки происходит мгновенное испарение воды или растворителя, что приводит к образованию широкой хроматографической зоны. Увеличить нижнюю температуру ловушки, чтобы вода или растворитель концентрировались минимально или установить скорость нагрева от 500 до 1000 °С/мин.
- Перегрузка хроматографической колонки. Емкость колонки зависит от толщины неподвижной жидкой фазы и составляет от 20 до 1000 нг. Увеличить деление потока в испарителе хроматографа.
- Старение хроматографической колонки. Заменить хроматографическую колонку.

Появление "хвостов" у хроматографических пиков летучих компонентов является свидетельством окончания срока службы сорбента в ловушке. Заменить ловушку согласно п. 5.3.3.

4.3 Наличие ложных пиков

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, могут появляться в результате неполной десорбции веществ из трубки или ловушки. Также возможно накопление веществ в газовых каналах. Наиболее вероятная

причина данной неисправности заключается в неправильно заданных параметрах режима работы термодесорбера (температуры, расходы газов и время выполнения каждого этапа).

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

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. Если на полученной хроматограмме отсутствуют ложные пики, то причина в неполной десорбции анализируемых веществ с сорбента или недостаточной очистки сорбционных трубок после анализа. В соответствии с методикой анализа подобрать температуру десорбции, расход продувочного газа и время десорбции таким образом, чтобы проходила полная десорбция веществ и при повторной десорбции отсутствовали пики.
- Холостой анализ при нижней температуре ловушки 30 °С. Если на полученной хроматограмме отсутствуют ложные пики, то причина в недостаточной чистоте продувочного газа. Использовать продувочный газ с чистотой не хуже 99,999 %, заменить фильтры по линии продувочного газа.
- 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 подобрать 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. 5.3.4.
- Наличие загрязнений в каналах крана. Тщательно продуть каналы крана чистым инертным газом.
- Наличие загрязнений в трубопроводе переходной линии. Тщательно продуть переходную линию чистым инертным газом. В случае присутствия в трубопроводе трудно удаляемых загрязнений допускается его промывание перхлорэтиленом, толуолом, этанолом или этилацетатом.
- Наличие загрязнений в трубопроводах по линии газа-носителя или продувочного газа. Тщательно продуть трубопроводы чистым инертным газом. В случае присутствия в трубопроводе трудно удаляемых загрязнений допускается его промывание перхлорэтиленом, толуолом, этанолом или этилацетатом.

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

4.4 Отсутствие пиков на хроматограмме

Возможны следующие причины неисправности:

- Негерметичность трубопроводов по линии газа-носителя. Проверить герметичность согласно п. 5.2.
- Сорбционная трубка или ловушка установлены не герметично. Проверить герметичности установки сорбционной трубки и ловушки согласно п. 5.2.
- Если на этапе "Подготовка" расход газа-носителя не выходит на заданное значение, то возможно кран недоворачивается до конечного положения, перекрывая газовые каналы. Для устранения данной неисправности следует обратиться к изготовителю.

5 Техническое обслуживание

5.1 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, или обслуживающий персонал предприятия, эксплуатирующего термодесорбер.

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.

5.2 Текущее техническое обслуживание

Операции текущего технического обслуживания приведены в таблице ниже.

Таблица 5.1 – Операции текущего технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Общие оценки: стабильность поддержания заданных расходов газов и температур узлов термодесорбера.	Ежедневно
Текущие операции: проверка чистоты отверстия иглы переходной линии.	При подключении переходной линии к испарителю

Общие оценки в большинстве случаев являются субъективными и достоверность их, в большой степени, зависит от опыта оператора. Тем не менее, в совокупности с оцениваемыми техническими параметрами термодесорбера, совместно с хроматографом данные оценки могут учитываться в последующих действиях по устранению неисправности.

Стабильность поддержания заданных расходов газов и температур может быть оценена по измеренным значениям на индикаторе термодесорбера.

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 игле необходимо осторожно удалить их с помощью иглы 6.054.005 из комплекта ЗИП хроматографа, или любой другой тонкой иглы.
- При попадании кусочков резины внутрь иглы необходимо ее снять, тщательно прочистить и установить обратно согласно п. 5.3.4.

5.3 Периодическое техническое обслуживание

Операции периодического технического обслуживания приведены в таблице ниже.

Таблица 5.2 – Операции периодического технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Проверка состояния мембраны испарителя	Раз в месяц
Проверка герметичности газовых линий	Раз в полгода
Замена сорбционной трубки	Раз в год или после 100 анализов, а также при возникновении неисправностей
Замена уплотняющих колец сорбционной трубки	Каждые 500 анализов или при негерметичности
Замена ловушки	Раз в год или после 200 анализов, а также при возникновении неисправностей
Замена иглы переходной линии	При возникновении неисправностей

Проверка состояния мембраны испарителя.

Мембрана испарителя изнашивается при операциях установки переходной линии в испаритель. Замена мембраны испарителя производится при выключенных термодесорбере и хроматографе.

Действия:

Для замены мембраны вынуть из испарителя переходную линию, снять втулку 8.223.879 или отвернуть гайку 8.936.107. Установить новую мембрану из ЗИП хроматографа и собрать все в обратном порядке.

Проверка герметичности газовых линий.

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

Проверка герметичности по линии "ГН".

- Иглу переходной линии заглушить с помощью резиновой заглушки.
- Подать на "Вход ГН" термодесорбера давление инертного газа от 0,4 до 0,44 МПа.
- Включить термодесорбер.
- Кран-переключатель находится в положении "Десорбция".
- Задать расход газа-носителя 100 мл/мин.
- Через 1 мин зафиксировать показания измеренного расхода газа-носителя. Допустимая утечка должна быть не более 1 мл/мин. При превышении допустимого значения утечки установить место утечки путем прокапывания спиртом мест соединений и штуцеров и устранить негерметичность.

Проверка герметичности по линии "ПГ".

- На штуцер "Выход пробы" установить заглушку 6.432.002.
- Установить в термодесорбер пустую сорбционную трубку.
- Подать на "Продув" термодесорбера давление инертного газа от 0,15 до 0,2 МПа.
- Включить термодесорбер.
- Кран-переключатель находится в положении "Десорбция", клапаны 1 и 2 открыты.
- Задать расход продувочного газа 100 мл/мин.
- Через 1 мин зафиксировать показания измеренного расхода продувочного газа. Допустимая утечка должна быть не более 1 мл/мин. При превышении допустимого значения утечки установить место утечки путем прокапывания спиртом мест соединений и штуцеров и устранить негерметичность.

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

При подтягивании штуцерных соединений не прилагать усилий, превышающих значения, приведенные в п. 1.4.

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

5.3.1 Замена сорбционной трубки

Замена сорбционной трубки производится при изменении типа используемого сорбента или окончании срока его эксплуатации.

Порядок заполнения сорбционной трубки сорбентом описан в п. 3.5.

5.3.2 Замена уплотняющих колец сорбционной трубки

Уплотняющие кольца сорбционной трубки меняются при наличии на них видимых следов деформации или при неплотном уплотнении сорбционной трубки.

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

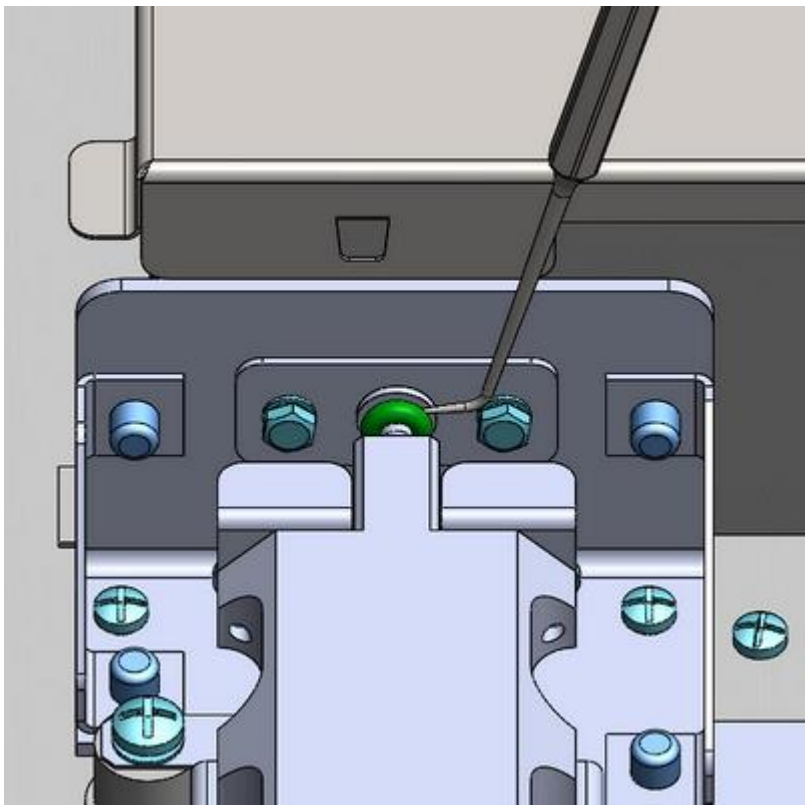
Уплотняющие кольца расположены в задней части термостата сорбционной трубки и в байонете.

Для уплотнения сорбционной трубки устанавливайте только кольца 8.685.177.

Замена кольца в задней части термостата

Действия:

- Снять верхнюю крышку термодесорбера.
- Крючком 6.461.001 зацепить кольцо и снять его.



- Очистить место установки кольца от механических частиц ватной палочкой.
- Аккуратно руками установить новое кольцо.

Замена кольца байонета

Действия:

- Отсоединить байонет уплотнения сорбционной трубки на лицевой панели прибора.
- Крючком 6.461.001 зацепить кольцо и снять его с фланца.



- Очистить место установки кольца от механических частиц ватной палочкой.
- Аккуратно руками установить новое кольцо.
- Используйте крючок 6.461.001 только для снятия колец. Устанавливайте новые кольца руками, без применения каких-либо инструментов.

5.3.3 Замена ловушки

Замена ловушки производится при изменении типа используемого сорбента или окончании срока его эксплуатации.

Действия:

Снять кожух ловушки, отвернуть гайки 8.936.078, убрать кольца 8.683.132 и вынуть ловушку. Установить новую ловушку сужением в сторону крана и собрать все в обратном порядке.

Затягивание гаек 8.936.078 производите "от руки" и не применяйте инструменты, поскольку это может повредить ловушку.

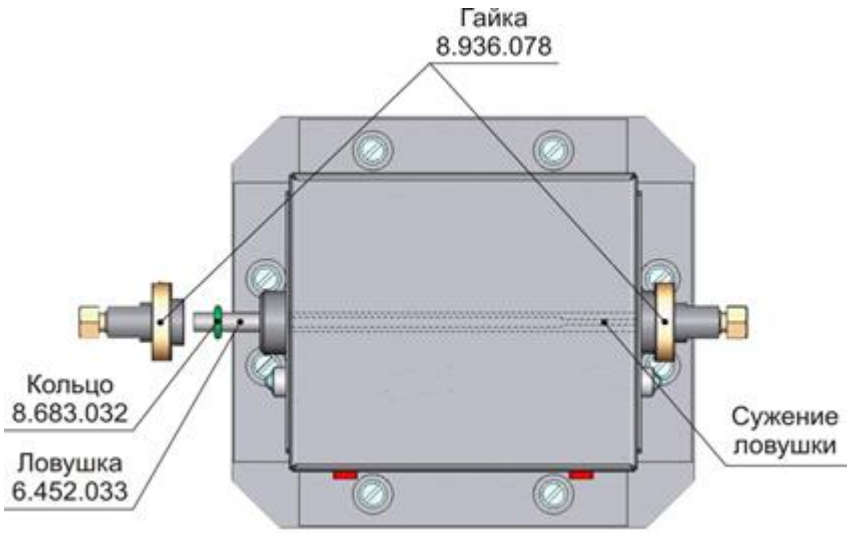


Рисунок 5.1 – Установка ловушки

Порядок заполнения ловушки сорбентом описан в п. 3.10.4.

5.3.4 Замена иглы переходной линии

Замена иглы переходной линии производится при ее засорении или поломке.

Для замены иглы переходной линии используется комплект 6.054.025, который состоит из иглы 6.054.006-01, муфты 8.658.017 и гайки 8.930.111.

Действия:

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

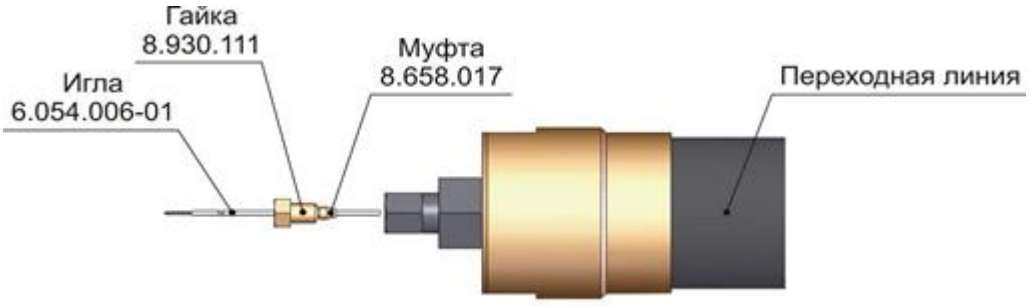


Рисунок 5.2 – Установка иглы

После установки иглы проверить герметичность по п. 5.2.

6 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.

7 Гарантии изготовителя

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

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

8 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 подразделе 1.2;
- сделать выписки из раздела "Свидетельство о приемке";
- указать дату ввода в эксплуатацию, организацию или лицо, производившую пусконаладочные работы;
- указать проведенные мероприятия по техническому обслуживанию.

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

АКТ следует направить по адресу:

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

Телефон/факс: (8362) 68-59-16.

Телефоны:

Технический директор	68-59-04.
Конструкторский отдел	68-59-09, 68-59-37.
Отдел маркетинга	68-59-18.
Ремонтно-эксплуатационная служба	68-59-19, 68-59-32.
Коммерческий отдел	68-59-69, 68-59-70.

E-mail: mail@chromatec.ru.

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

9 Приложение

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

Таблица 9.1 – Сорбенты и их условные обозначения

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