

ТЕРМОДЕСОРБЕР ТДС-1

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

214.2.393.004РЭ

Редакция 04.07.2022

Оглавление

Важные указания 4

1 Описание и работа 5

1.1 Назначение 5

1.2 Технические характеристики и комплектность 5

1.3 Устройство и работа 5

2 Использование по назначению 11

2.1 Меры безопасности 11

2.2 Подготовка к работе и порядок работы 11

2.2.1 Подготовка сорбционных трубок 11
2.2.2 Установка термодесорбера 12
2.2.3 Порядок работы 15

2.3 Проверка готовности к использованию 16

2.4 Градуировка хроматографа при работе с термодесорбером 18

2.4.1 Градуировка по стандартным газовым смесям 18
2.4.2 Градуировка по жидким смесям 19

2.5 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению 21

3 Техническое обслуживание 22

3.1 Виды технического обслуживания 22

3.2 Текущее техническое обслуживание 22

3.3 Периодическое техническое обслуживание 23

4 Транспортирование и хранение 25

5 Сведения о рекламациях 25

6 Приложение 26

Важные указания

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для ознакомления с термодесорбером ТДС-1 214.2.393.004-00.02 (далее – термодесорбер) и обеспечения его правильной эксплуатации.

Приведенные в руководстве технические характеристики и описание принципа работы **распространяются на термодесорберы, выпущенные после 2022 г. и имеющие заводской номер выше 2210218**.

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

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

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



Данный символ предупреждает об опасности ожога.

1 Описание и работа

1.1 Назначение

Термодесорбер предназначен для термического извлечения летучих веществ из сорбционной трубки потоком инертного газа.

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

- при температуре окружающего воздуха от 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.

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

Присоединительная резьба нагреваемой колонки термодесорбера для установки на испаритель хроматографа – внутренняя М12×1.

1.2 Технические характеристики и комплектность

Технические характеристики и комплектность в соответствии с паспортом на термодесорбер ТДС-1 214.2.393.004ПС.

1.3 Устройство и работа

Схема электрическая структурная термодесорбера приведена на рисунке 1.

Термодесорбер состоит из блока питания А1 и нагреваемой колонки А2. Нагрев колонки А2 происходит при пропускании через нагреватель ЕК электрического тока.

Блок питания А1 формирует и поддерживает в соответствии с сигналом датчика Д напряжение на нагревателе ЕК колонки А2, необходимое для ее нагрева до заданной температуры.

Датчик температуры Д колонки подключается к блоку питания через разъем Х2, установленный в корпусе колонки.

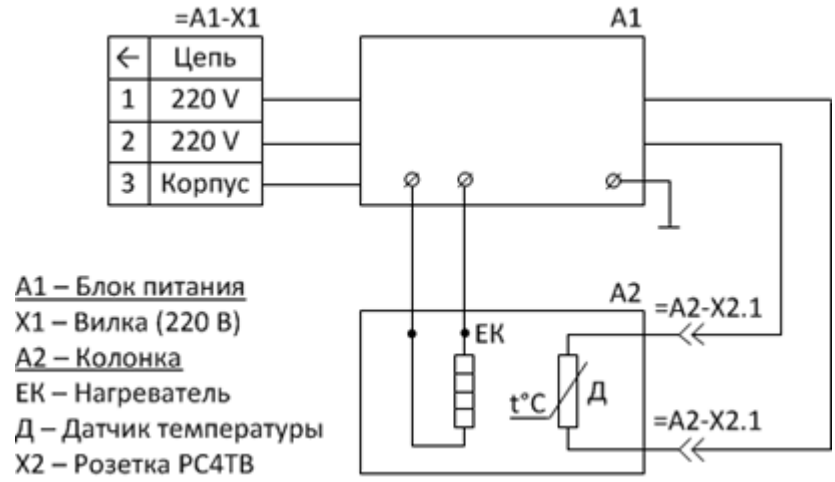


Рисунок 1 – Термодесорбер. Схема электрическая структурная

Конструкция термодесорбера показана на рисунке 2.

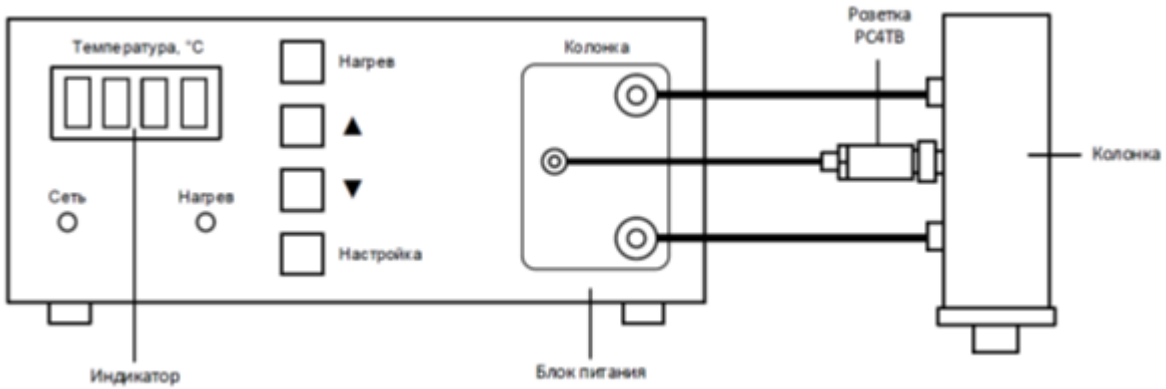


Рисунок 2 – Конструкция термодесорбера

На передней панели блока питания термодесорбера расположены кнопки задания температуры и времени нагрева, кнопка включения нагрева, индикатор, контакты для подключения силовых кабелей.

На задней панели блока питания расположены тумблер "Сеть", предохранители, разъем "Старт" и клемма дополнительного заземления.

Наконечники силовых кабелей нагреваемой колонки крепятся к блоку питания с помощью резьбовых элементов блока питания.

Сверху к колонке термодесорбера подключается байонет со штуцером подвода газа-носителя от регулятора газа хроматографа. С помощью байонета осуществляется герметизация сорбционной трубки.

Индикатор СЕТЬ загорается при включении питания тумблером "Сеть".

Индикатор НАГРЕВ загорается при нажатии кнопки "Нагрев". После достижения заданной температуры колонки термодесорбера блок питания переходит в режим поддержания

температуры. Индикатор НАГРЕВ при этом загорается периодически (включается – выключается).

Функциональное предназначение кнопок на лицевой панели описано в таблице 1.

Таблица 1 – Кнопки термодесорбера

Кнопка	**Описание**
Нагрев	Включает нагрев колонки. Повторное нажатие кнопки отключает нагрев колонки.
▲	Выбор значений в меню "Настройка". В рабочем режиме при нажатии отображает заданное значение температуры десорбции.
▼	Выбор значений в меню "Настройка". В рабочем режиме при нажатии отображает время нагрева.
Настройка	Вход в меню настройки параметров термодесорбера.

Описание параметров меню "Настройка" приведено в таблице 2.

Таблица 2 – Меню "Настройка"

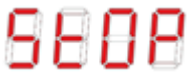
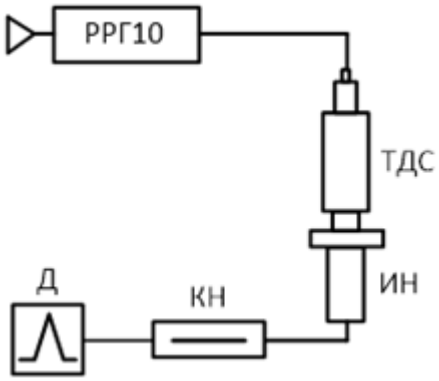
	Параметр	**Описание**
	Температура нагрева	Заданная температура десорбции. Диапазон значений от 50 до 400 °С.
	Скорость нагрева	Выбор значений:  Высокая  Средняя  Низкая
	Время нагрева	Заданное время нагрева. Диапазон значений от 1 до 60 мин.  Неограниченное время нагрева.
	Сохранение	Выбранные параметры сохраняются в памяти термодесорбера.
	Старт нагрева	Позволяет запустить нагрев с выбранными параметрами без их сохранения в памяти термодесорбера.
	Остановка нагрева	Останавливает нагрев колонки.
	Выход из меню	Выход из меню без сохранения измененных параметров.

Схема подключения термодесорбера к газовым линиям хроматографа зависит от типа используемой колонки (насадочная или капиллярная).

При работе с насадочной колонкой и анализе проб с небольшим количеством компонентов возможно применение схемы без крана-переключателя (Рисунок 3).



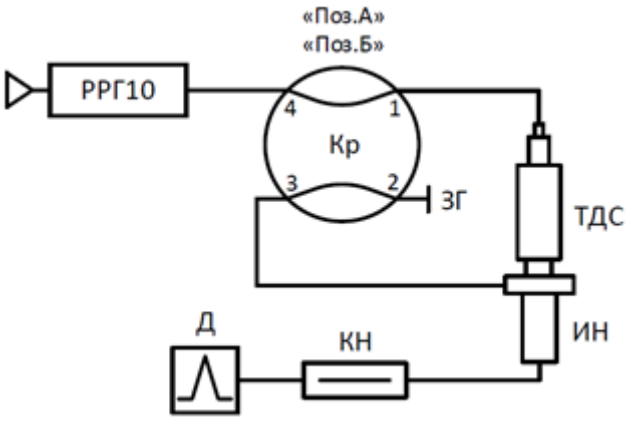
Д – детектор; ИН – испаритель насадочный; КН – колонка насадочная; РРГ10 – регулятор расхода газа; ТДС – термодесорбер.

Рисунок 3 – Подключение термодесорбера при работе с насадочной колонкой

Особенности схемы подключения термодесорбера при работе с насадочной колонкой:

- Нагреваемая колонка термодесорбера может быть установлена на насадочный испаритель.
- При отключении байонета от нагреваемой колонки термодесорбера происходит разгерметизация испарителя. Не следует отключать байонет от нагреваемой колонки на длительное время. Рекомендуется, чтобы в нагреваемой колонке термодесорбера все время находилась сорбционная трубка.
- Рекомендуется применять насадочные колонки, не изменяющие свойств при попадании в них кислорода воздуха на рабочих режимах.
- Рекомендуется задавать рабочие температуры насадочных колонок не выше 150 °С.
- Рекомендуется применять насадочные колонки, на входе которых создается давление газа-носителя не выше 100 кПа (при рабочем расходе газа-носителя и рабочей температуре насадочной колонки).
- Регулятор расхода стабилизирует расход газа через 5 с после установки сорбционной трубки в колонку термодесорбера. При этом продувка сорбционной трубки начинается непосредственно после подключения байонета. Поэтому необходимо выдерживать временные продолжительности операций при смене сорбционных трубок.
- Возможно включение нагрева термодесорбера через некоторое время (достаточное для установки расхода) после установки сорбционной трубки в нагреваемую колонку термодесорбера. Стабилизацию расхода газа-носителя можно контролировать по световому индикатору ДОПУСК на лицевой панели хроматографа. Эту возможность можно использовать только в том случае, когда анализируемые вещества без нагрева колонки термодесорбера не уносятся газом-носителем в насадочную колонку.

Подключение термодесорбера и крана-переключателя при работе с насадочной колонкой показано на рисунке 4.



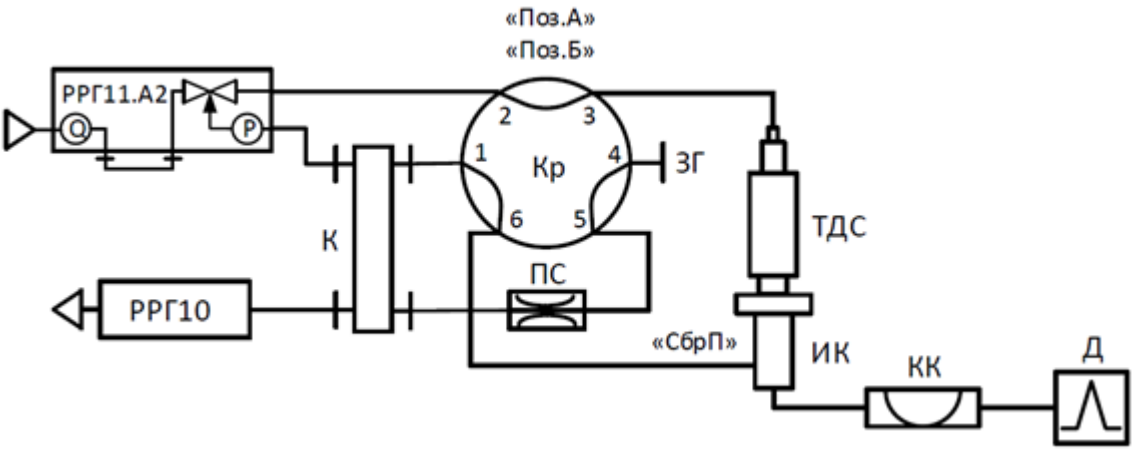
Д – детектор; ЗГ – заглушка; ИН – испаритель насадочный; КН – колонка насадочная; Кр – кран-переключатель 4-х портовый; РРГ10 – регулятор расхода газа; ТДС – термодесорбер.

Рисунок 4 – Подключение термодесорбера при работе с насадочной колонкой

Особенности схемы подключения термодесорбера с краном-переключателем:

- Назначение крана – уменьшение влияния разбалансировки регуляторов расхода газа-носителя при установке или замене трубки с сорбентом из-за нарушения герметичности газовой линии испарителя. Возмущения газа-носителя при переключении крана сводятся к минимуму.
- Кран-переключатель показан в положении продувки сорбционной трубки (Поз.А). В противоположном положении кран подключает газ-носитель непосредственно в насадочную колонку.

Подключение термодесорбера при работе с капиллярной колонкой производится согласно схеме, приведенной на рисунке 5.

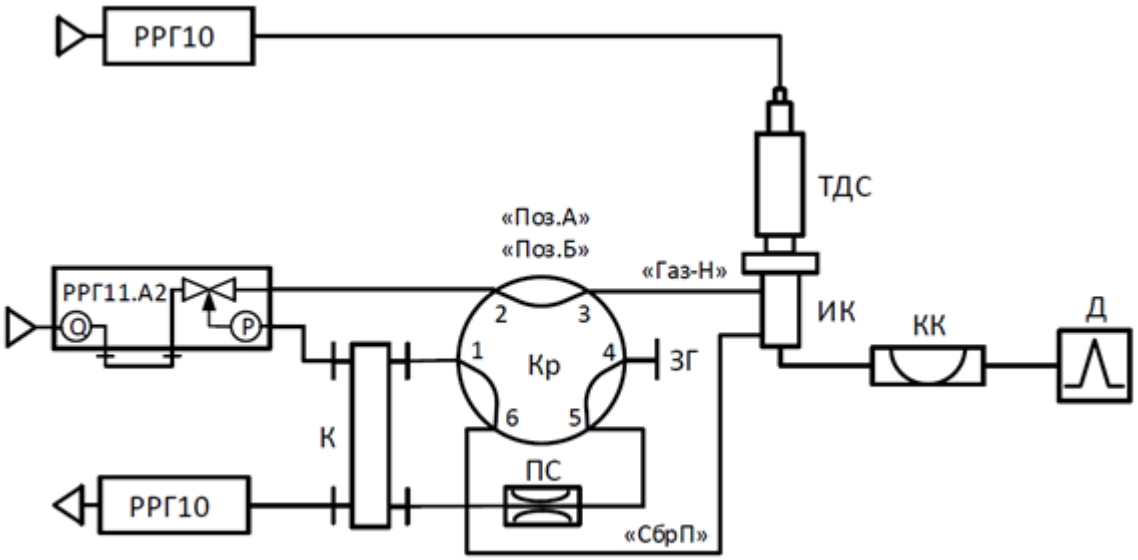


Д – детектор; ЗГ – заглушка; ИК – испаритель капиллярный; КК – колонка капиллярная; К – коллектор; Кр – кран-переключатель 6-ти портовый; ПС – пневмосопротивление 5.150.015; РРГ10 – регулятор расхода газа; РРГ11А2 – регулятор давления газа; ТДС – термодесорбер.

Рисунок 5 – Подключение термодесорбера при работе с капиллярной колонкой

На рисунке 5 кран-переключатель показан в положении продувки сорбционной трубки и направлении потока газа-носителя через испаритель с капиллярную колонку. В противоположном положении крана небольшой поток газа-носителя через пневмосопротивление подается в капиллярную колонку. Это положение крана используется для установки или замены сорбционной трубки в термодесорбере.

В случае установки дополнительного регулятора РРГ-10 подключение газа-носителя к испарителю осуществляется напрямую, а продувка сорбционной трубки в термодесорбере обеспечивается дополнительным потоком газа (Рисунок 6).



Д – детектор; ЗГ – заглушка; ИК – испаритель капиллярный; КК – колонка капиллярная; К – коллектор; Кр – кран-переключатель 6-ти портовый; ПС – пневмосопротивление 5.150.015; РРГ10 – регулятор расхода газа; РРГ11А2 – регулятор давления газа; ТДС – термодесорбер.

Рисунок 6 – Подключение термодесорбера при работе с капиллярной колонкой и дополнительным регулятором

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.

Установку термодесорбера на хроматограф допускается проводить только при отключении электрического и газового питания.

Во избежание получения ожога отсоединять байонет и извлекать сорбционные трубки из колонки термодесорбера следует не ранее чем через 5 мин после отключения нагрева.

2.2 Подготовка к работе и порядок работы

2.2.1 Подготовка сорбционных трубок

Сорбционная трубка показана на рисунке 7. На бирке нанесено условное обозначение сорбента (см. раздел 6).

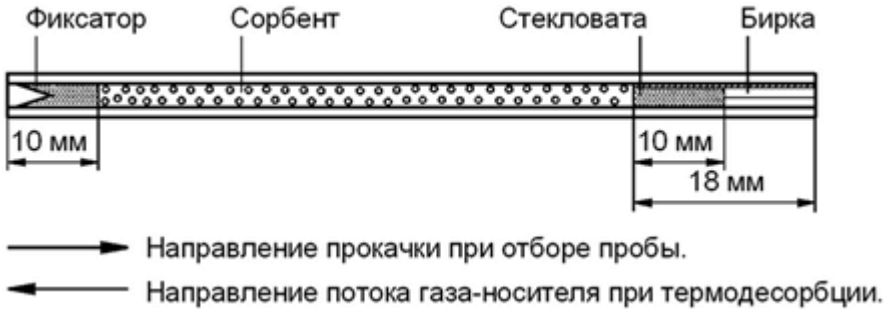


Рисунок 7 – Сорбционная трубка 6.236.224

Перед использованием сорбционные трубки необходимо прокондиционировать в термодесорбере ТДС-1 или десорбере 214.5.886.045. Кондиционирование сорбционных трубок осуществляется при температуре, указанной в таблице 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 300 °С. Время кондиционирования составляет не менее 4 ч при расходе инертного газа (гелий или азот) 30-100 мл/мин.

Повторное кондиционирование осуществляют при температуре на 10-20 °С выше, чем температура десорбции в течение 10-30 мин.

Рекомендуется раз в год или после 100 анализов перенабивать сорбент в сорбционной трубке.

Таблица 3 – Рабочие температуры сорбентов

Сорбент	**Темп. десорб., °С**	**Темп. кондиц., °С**	**Макс. рабочая темп., °С**
Tenax TA	250 – 280	300	350
Tenax GR	250 – 280	300	350
Carbopack B	280 – 300	350	400
Carboxen 1000	280 – 300	350	400
Carbosieve S III	280 – 300	350	400
Chromosorb 102	200	200	250
Chromosorb 106	200	200	250
Porapak N	150	150 – 170	180
Porapak Q	200	200	250
Уголь АГ-3	200	200	250
Уголь АГ-5	200	200	250

2.2.2 Установка термодесорбера

В случае работы термодесорбера по газовым схемам согласно рисункам 3–5 адаптер испарителя заменяют на адаптер 5.889.015. При работе по газовой схеме, показанной на рисунке 6, следует установить адаптер 5.889.021-08.

Перед размещением термодесорбера на хроматографе следует установить лайнер 7.352.066 в испаритель. Вместо стандартной мембраны следует использовать мембрану AG3, в которую предварительно установить трубку 8.626.959 (Рисунок 8).

При анализе высококипящих компонентов ($T_{кип}$ > 350 °С) для предотвращения их конденсации в испарителе рекомендуется устанавливать капиллярную колонку непосредственно в трубку 8.626.959, выставив ее на 0,5-1 мм выше конца трубки, а также отключить вентилятор обдува испарителя.

Колонку термодесорбера навинчивают на испаритель. При наличии декоративной панели на верхней крышке хроматографа, рекомендуется ее снять (Рисунок 8).

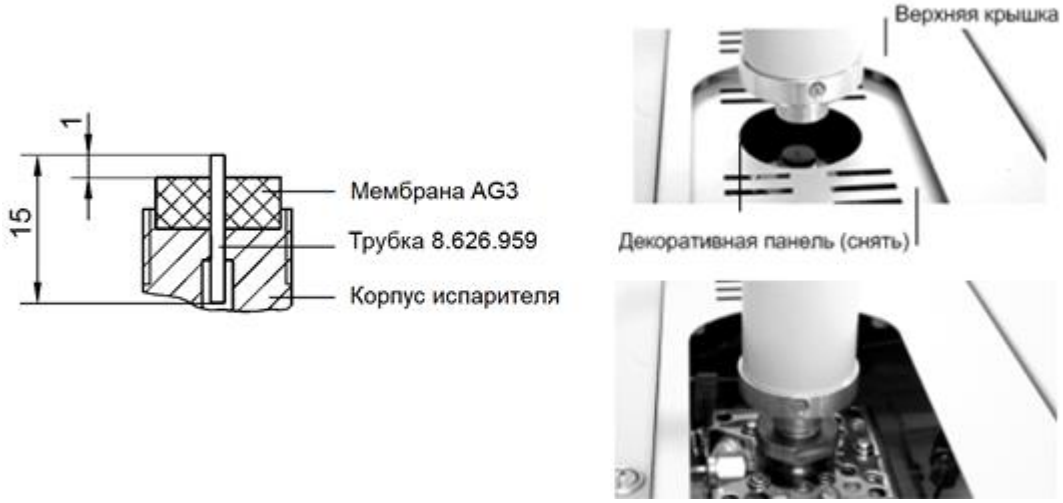


Рисунок 8 – Подготовка к установке термодесорбера

При установке на испаритель нагреваемую колонку термодесорбера следует повернуть на 360 градусов от начала деформации мембраны. Этим обеспечивается необходимая степень сжатия прокладки и исключается перемещение нагреваемой колонки термодесорбера при подключении байонета.

В нагревательную колонку термодесорбера устанавливают пустую сорбционную трубку.

Блок питания термодесорбера располагают на верхней крышке хроматографа и выполняют необходимые электрические и газовые соединения.

Для синхронизации сигнала старта соединить кабелем 6.644.146 термодесорбер и хроматограф.

Кабели с клеммами от нагревательной колонки подключают к блоку питания. После этого проверяют надежность крепления клемм к нагревательной колонке. Следует обратить внимание на подтягивание гаек при подключении клемм кабелей к блоку питания и нагревательной колонке. В случае свободного хода клемм подтягивают гайки крепления клемм (рисунок 9). Недостаточное подтягивание гаек может вызвать уменьшение скорости нагрева колонки термодесорбера.

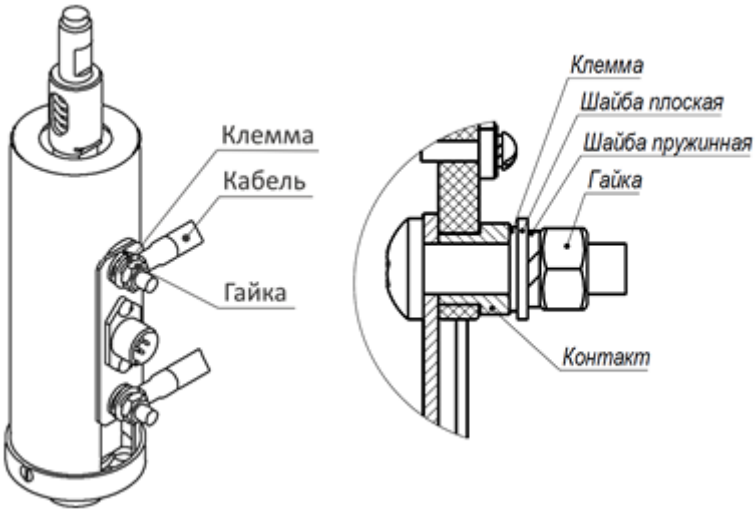


Рисунок 9 – Подключение клемм к нагревательной колонке

В байонет устанавливают трубку 8.626.076 и втулку 8.220.009 (рисунок 10). Для установки втулки с трубкой в байонет можно использовать пустую сорбционную трубку.

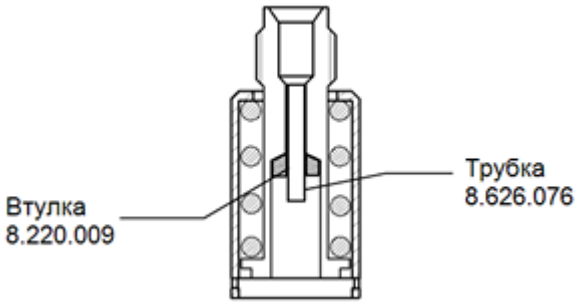


Рисунок 10 – Съемный байонет

После установки на испаритель нагреваемой колонки термодесорбера и подключения газовых линий следует проверить герметичность газовых линий испарителя.

Процедура проверки герметичности:

- Установить заглушку на выход газовой линии или устройства (Рисунок 11).
- Задать расход на регуляторе расхода не менее 100 мл/мин. После натекания газа в заглушенную полость показания регулятора расхода должны понизиться до значения не более 0,5 мл/мин.

При больших значениях рекомендуется воспользоваться подтягиванием возможных мест утечки, или последовательно исключать предполагаемые места утечек.

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

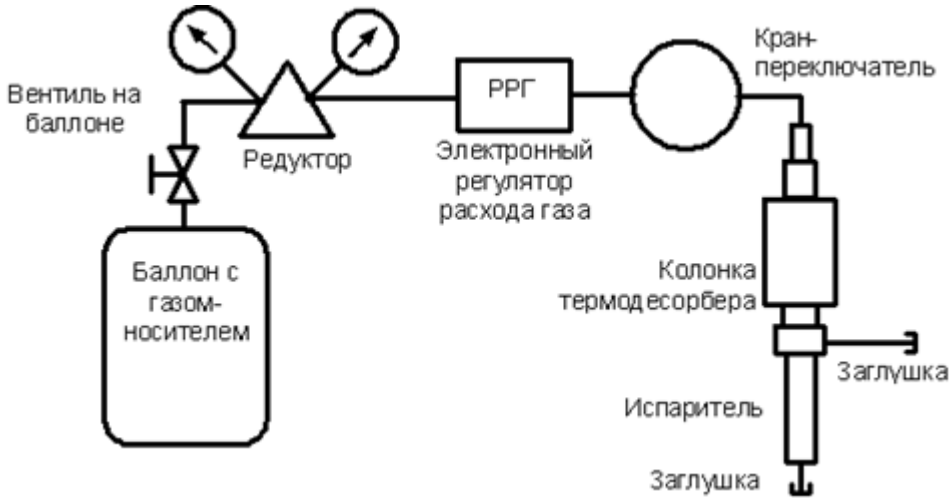


Рисунок 11 – Проверка герметичности с помощью электронных регуляторов расхода

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

При наличии значительных емкостей в проверяемых линиях, фильтрах или колонках, наполненных молекулярными ситами, время натекания газа значительно увеличивается и может доходить до 10 мин и более.

2.2.3 Порядок работы

Настройка параметров термодесорбера.

Нажимают кнопку "Настройка".



Для задания температуры десорбции нажимают кнопку "Настройка". Кнопками ▲ и ▼ выбирают значение температуры. Подтверждают выбор кнопкой "Настройка".

▼



Для задания скорости нагрева нажимают кнопку "Настройка". Кнопками ▲ и ▼ выбирают скорость нагрева:

 Высокая

 Средняя

 Низкая

Подтверждают выбор кнопкой "Настройка".

▼



Для задания времени нагрева нажимают кнопку "Настройка". Кнопками ▲ и ▼ выбирают значение времени нагрева. Параметр соответствует неограниченному времени нагрева.

Подтверждают выбор кнопкой "Настройка".

▼



Подтверждают сохранение заданных параметров кнопкой "Настройка".

Последовательность действий по проведению анализа.

- После выхода хроматографа на заданный режим поворотом ручки переводят кран-переключатель в положение "Отбор" ("Поз.Б") и снимают байонет.
- В колонку термодесорбера устанавливают сорбционную трубку.
- Подключают байонет.

При подключении байонета нагреваемую колонку следует придерживать рукой.

Сорбционную трубку устанавливают в нагреваемую колонку биркой вверх.

- Кран-переключатель поворотом ручки переводят в положение "Анализ" ("Поз.А").
- Включают нагрев колонки термодесорбера нажатием кнопки "Нагрев" и нажимают кнопку СТАРТ на панели управления хроматографа. Если блок управления термодесорбером и хроматограф соединены кабелем внешнего старта, то для запуска нагрева термодесорбера нажимают кнопку СТАРТ на панели управления хроматографа.



По избежание получения ожога отсоединять байонет и извлекать сорбционную трубку следует не ранее, чем через 5 мин после отключения нагрева колонки термодесорбера.

2.3 Проверка готовности к использованию

Проверка готовности термодесорбера к использованию заключается в контроле относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала хроматографа. Для контроля СКО задают режимы термодесорбера и хроматографа в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 – Режимы термодесорбера и хроматографа для контроля СКО

Детектор ПИД	
Температура, °С:	
колонки	60±20
детектора	160±10
испарителя	150±10
десорбции (колонки термодесорбера)	250
Расход газа-носителя, мл/мин:	25±10
Контрольная проба, концентрация	Гептан в октане (нонане), 1 мг/мл
Объем пробы	1 мкл
Газ-носитель: азот особой чистоты или высшего сорта ГОСТ 9293-74 или аргон газообразный высший сорт ГОСТ 10157-76 или гелий газообразный марки А ТУ 51-940-80	
Детектор ЭЗД	
Температура, °С:	
колонки	изотерма (40-70)
Детектора	250±20
Испарителя	250±20
десорбции (колонки термодесорбера)	250

Расход газа-носителя, мл/мин:	25±10
Контрольная проба, концентрация	Четыреххлористый углерод в ацетоне, (10^{-4}-10^{-3}) мг/мл
Объем пробы	1 мкл
Газ-носитель – азот особой чистоты или высшего сорта по ГОСТ 9293-74	
Детектор ФИД	
Температура, °С:	
колонки	60±20
детектора	180±20
испарителя	160±20
десорбции (колонки термодесорбера)	250
Расход газа-носителя, мл/мин:	25±10
Контрольная проба, концентрация	Бензол (или толуол) в ацетоне, (0,1-1,0) мг/мл
Объем пробы	1 мкл
Газ-носитель: азот особой чистоты или высшего сорта ГОСТ 9293-74 или аргон газообразный высший сорт ГОСТ 10157-76 или гелий газообразный марки А ТУ 51-940-80	

Примечания.

- Расходы вспомогательных газов (воздух, водород, поддув газа-носителя) задают в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации хроматографа для соответствующих детекторов.
- Разделительная колонка – стеклянная или металлическая длиной (1-3) м, внутренним диаметром (2–3) мм, наполнение – 5% SE-30 на Хроматоне N-AW 0,16/0,2 мм или капиллярная колонка длиной (30-60) м, внутренним диаметром (0,25-0,53) мм, неподвижная фаза – диметилполисилоксан, либо любая другая колонка, обеспечивающая необходимое разделение компонентов пробы. При работе с капиллярными колонками устанавливается скорость газа-носителя от 20 до 30 см/с, деление потока 1:20, либо другие условия, обеспечивающие необходимое деление и чувствительность.
- Наполнение сорбционной трубки – Tenax TA (или Tenax GR).

Способ ввода пробы для проверки СКО.

- Пробу микрошрицом вводят в сорбционную трубку в направлении, совпадающем с направлением прокачки при пробоотборе.
- Трубку продувают инертным газом в направлении отбора пробы. Объем прокачиваемого газа подбирается таким образом, чтобы происходила отдувка основного количества растворителя из сорбционной трубки.

- Сорбционная трубка устанавливается в нагревательную колонку термодесорбера и проводится анализ в соответствии с рекомендуемой в п. 2.2.3 последовательностью.
- Проводится анализ пробы не менее пяти раз.

СКО рассчитывается по формулам, указанным в соответствующих разделах руководства по эксплуатации на хроматограф либо с помощью диалога "Поверка" программы "Хроматэк Аналитик". СКО должно соответствовать требованиям, указанным в паспорте на термодесорбер.

2.4 Градуировка хроматографа при работе с термодесорбером

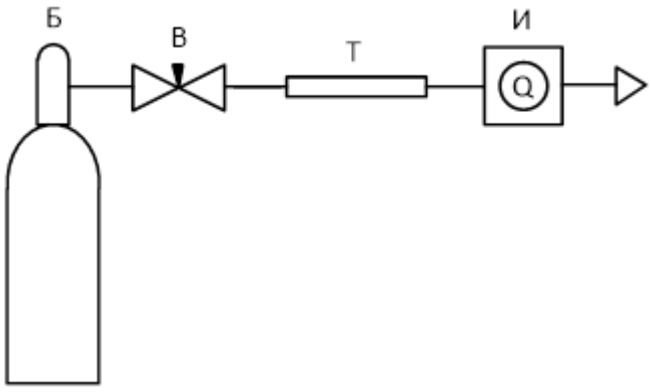
Процедура градуировки должна максимально приближаться к реальным условиям анализа. Для получения правильных результатов необходимо вводить стандарт на сорбционную трубку и полностью повторять все этапы анализа.

Градуировку можно проводить по стандартным газовым смесям или по жидким смесям.

2.4.1 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.

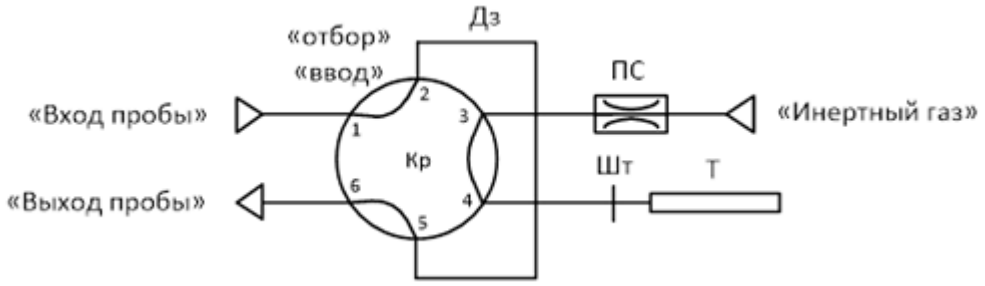
Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем прокачивания через них точно известного объема стандартной газовой смеси, например, 100 мл, 200 мл, 400 мл, 1 л, 2 л, 4 л или 10 л. Схема подключения сорбционной трубки приведена на рисунке 14. При этом объем смеси не должен превышать объема "проскока".



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

Рисунок 14 – 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 6.454.010-02, 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 15.



Кр – кран-дозатор; Дз – Доза (калиброванная петля); ПС – пневмосопротивление 6.454.010-02; Шт – Штуцер 8.652.016; Т – трубка сорбционная.

Рисунок 15 – Схема устройства для ввода газовой смеси на сорбционную трубку

2.4.2 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.

Градуировка по жидким смесям выполняется путем ввода раствора напрямую в трубку.

С помощью микрошприца в трубку со стороны отбора пробы (конец трубки без бирки) вводят около 1 мкл градуировочного раствора. Жидкость вносят на слой стекловаты (Рисунок 16).



Рисунок 16 – 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 он не должен превышать объем проскока анализируемых соединений.

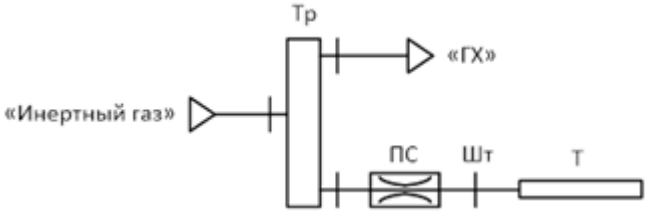
Объем инертного газа, необходимый для отдувки некоторых растворителей из сорбционной трубки, заполненной Tenax TA, приведен в таблице 5.

Таблица 5 – Объем газа, необходимый для отдувки растворителя

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

Ввод жидких смесей в сорбционную трубку и отдувку растворителя осуществляют в устройстве ввода в сорбционную трубку 214.5.885.023.

При отсутствии устройства ввода в сорбционную трубку прокачку трубки можно организовать газом-носителем, который используется для питания хроматографа. Для этого перед входом в газовый хроматограф устанавливается тройник 6.453.016 и пневмосопротивление 5.150.015-02. Для соединения с сорбционной трубкой устанавливается переходной штуцер 8.652.016. Схема подключения сорбционной трубки приведена на рисунке 17. Если градуировка не проводится, штуцер может быть закрыт заглушкой.



Тр – Тройник 6.453.016; ПС – пневмосопротивление 5.150.015-02; Шт – Штуцер 8.652.016; Т – Трубка сорбционная.

Рисунок 17 – Схема устройства для прокачки трубки инертным газом

2.5 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению

В случае возникновения неисправности на индикаторе отображается сообщение вида Err с кодом ошибки. Описание ошибок и путей их устранения приведено в таблице 6.

Таблица 6 – Коды ошибок

Код	**Возможная причина**	**Рекомендации**
1	Замыкание датчика температуры	Обратитесь на предприятие–изготовитель или к его официальному представителю
2	Кабель датчика температуры не подключен к нагревательной колонке	Проверить подключение кабеля датчика температуры к нагревательной колонке
	Обрыв датчика температуры	Обратитесь на предприятие–изготовитель или к его официальному представителю
3	Неисправность АЦП	Обратитесь на предприятие–изготовитель или к его официальному представителю
4	Один из кабелей нагревателя не прикручен к блоку питания или нагревательной колонке	Проверить подключение кабелей нагревателя к блоку питания и нагревательной колонке
	Неисправность контроллера	Обратитесь на предприятие–изготовитель или к его официальному представителю
5	Заданная температура десорбции выше, чем фактическая температура нагревательной колонки	Выключить и повторно включить термодесорбер. Перед запуском нагрева дождаться, чтобы заданная температура десорбции была ниже, чем измеренная
	Неисправность контроллера	Обратитесь на предприятие–изготовитель или к его официальному представителю
6	Неисправность контроллера	Обратитесь на предприятие–изготовитель или к его официальному представителю

3 Техническое обслуживание

3.1 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 испарителей хроматографа;
- типа анализируемых проб.

3.2 Текущее техническое обслуживание

Операции текущего технического обслуживания приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Операции текущего технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Общие оценки: визуальная проверка работоспособности термодесорбера; стабильность поддержания заданных расходов газов	Ежедневно
Проверка состояния резиновой уплотняющей втулки байонета	Ежедневно

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

Действия:

- подтянуть гайки на присоединительных контактах;
- при отсутствии пиков на хроматограмме проверить состояние резиновой уплотняющей втулки байонета или провести периодическое техническое обслуживание и замену уплотнительных элементов.

Блок питания термодесорбера при подтягивании гаек на присоединительных контактах кабелей должен быть выключен.

При подтягивании гаек на присоединительных контактах кабелей сначала следует охладить нагреваемую колонку термодесорбера.

Колонка термодесорбера нагревается безопасным низким напряжением, тем не менее, не следует при проведении технического обслуживания касаться руками контактов при включенном нагреве колонки термодесорбера.

При подтягивании гаек не прилагать чрезмерных усилий, могущих вызвать изгибы конструктивных элементов блока питания и колонки термодесорбера.

При подтягивании гаек не пользоваться плоскогубцами.

Стабильность поддержания заданных расходов газов может быть оценена по изменению времен удерживания пиков.

Действия:

При изменении времен удерживания пиков на хроматограмме проверить состояние резиновой уплотняющей втулки байонета или провести периодическое техническое обслуживание и замену уплотнительных втулок.

Состояние резиновой уплотняющей втулки байонета. Следует проверять визуально перед установкой сорбционной трубки в нагревательную колонку термодесорбера.

Уплотнение сорбционной трубки происходит по ее торцевым поверхностям и поэтому важно проверить наличие возможных посторонних частиц на нижней поверхности втулки байонета.

Действия:

При наличии возможных посторонних частиц на нижней поверхности втулки байонета удалить ватного аппликатора или продуть воздухом.

При удалении возможных посторонних частиц на нижней поверхности втулки байонета следует проявить осторожность, чтобы не повредить поверхность втулки 8.220.009.

3.3 Периодическое техническое обслуживание

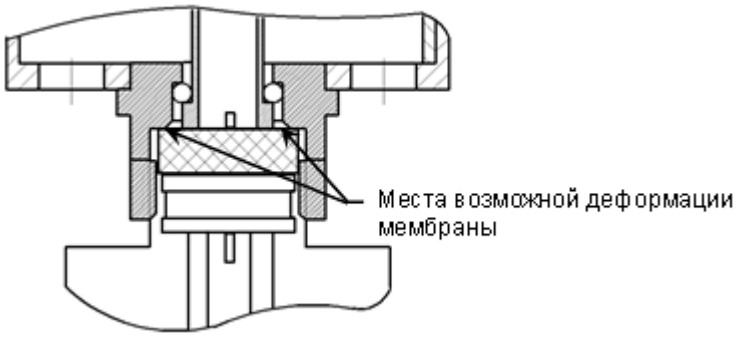
Операции периодического технического обслуживания приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Операции периодического технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Проверка состояния мембраны испарителя	Раз в месяц
Замена резиновой уплотняющей втулки 8.220.009 байонета	Раз в полгода
Перенабивка сорбционных трубок	Раз в год или после 100 анализов

Действия для проверки состояния мембраны испарителя:

- при выключенном блоке питания отсоединить гайки на присоединительных контактах кабелей
- снять нагреваемую колонку с испарителя;
- при наличии видимых следов загрязнений, деформаций, трещин на прилегающей к сменной стеклянной трубке поверхности мембраны, ее следует заменить.



При установке нагреваемой колонки руководствоваться п. 2.2. Не следует прикладывать значительных усилий при установке.

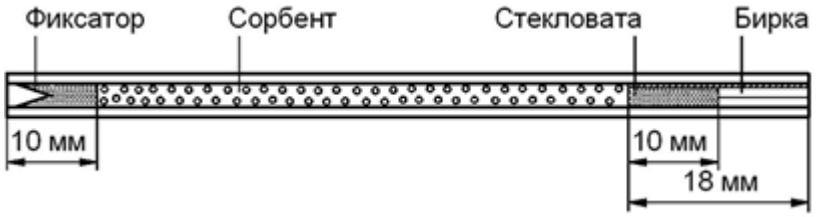
Действия для замены резиновой уплотняющей втулки 8.220.009:

- отсоединить байонет от газовых линий;
- извлечь резиновую втулку с помощью крючка 6.461.000 (из ЗИП хроматографа);
- установить из комплекта ЗИП новую втулку.

Для исключения выхода из строя хроматографических колонок при замене резиновой уплотняющей втулки 8.220.009 хроматограф и термодесорбер должны быть выключены.

Действия для перенабивки сорбционных трубок:

- извлечь фиксатор с помощью крючка 6.461.000 (из ЗИП хроматографа);
- извлечь стекловату;
- постукивая деревянной палочкой высыпать сорбент из сорбционной трубки;
- засыпать сорбент, не допуская образования пустот. Периодически постукивать деревянной палочкой по сорбционной трубке для уплотнения сорбента;
- установить слой стекловаты;
- установить фиксатор.



4 Транспортирование и хранение

При транспортировании должна быть обеспечена защита транспортной тары от атмосферных осадков.

Транспортирование и хранение при условиях 5 по ГОСТ 15150-69:

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

Упаковку хранить до истечения гарантийного срока.

Упаковку с изделием выдержать в течении не менее 4-х часов после транспортировки или хранения при отрицательных температурах.

5 Сведения о рекламациях

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

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

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

АКТ следует направить по адресу:

424000г. Йошкар-Ола, ул. Строителей 94, СКБ "Хроматэк" или
Для корр.: РФ, Марий Эл, 424000, г. Йошкар-Ола, главпочтамт а/я 84.
Телефон/факс: (8362) 68-59-16.
E-mail: mail@chromatec.ru

Телефоны служб:

Сервисная поддержка: тел. +7 (8362)68-59-19, 68-59-32, факс. + 7(8362)68-59-87, service@chromatec.ru

Коммерческий отдел: тел. +7 (8362)68-59-68, 68-59-69, факс 68-59-70, sales@chromatec.ru

6 Приложение

Сорбционная трубка имеет бирку с условным обозначением сорбента согласно таблице 9.

Таблица 9 – Сорбенты и их условные обозначения

Сорбент	**Условное обозначение**
Tenax TA	TTA
Tenax GR	TGR
Porapak N	PN
Porapak Q	PQ
Chromosorb 102	C102
Chromosorb 106	C106
Carbopack B	CB
Carbopack C	CC
Carbopack X	CX
Carboxen 1000	C1000
Carbosieve S III	CSIII
Уголь АГ-3	АГ-3
Уголь АГ-5	АГ-5
Силохром С-80	C80
Силохром С-120	C120