ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ ПОРТАТИВНЫЙ ХРОМАТЭК-ГАЗОХРОМ 2000

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

214.2.840.077РЭ

Редакция 18.12.2025

Оглавление

ВВОДНАЯ ЧАСТЬ 7

1 Назначение 9

2 Технические характеристики 10

3 Комплектность 14

4 Устройство и работа 16

4.1 Конструктивное исполнение 16

4.2 Расположение функциональных узлов хроматографа исполнения 1 17

4.3 Расположение функциональных узлов хроматографа исполнения 2 19

4.4 Термостат колонок 21

4.4.1 Термостат колонок, хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 23
4.4.2 Термостат колонок, программируемый хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2 24

4.5 Термодесорбер двухстадийный 25

4.5.1 Описание и работа 25
4.5.2 Технические характеристики ТДС 25
4.5.3 Устройство термодесорбера 26
4.5.4 Установка сорбционной трубки 28
4.5.5 Работа термодесорбера 29
4.5.5.1. Ожидание ТДС 29
4.5.5.2. Подготовка 29
4.5.5.3. Готовность 29
4.5.5.4. Проверка герметичности 29
4.5.5.5. Продувка трубки 30
4.5.5.6. Десорбция 30
4.5.5.7. Анализ 31
4.5.5.8. Очистка трубки 32

4.6 Аспиратор 32

4.7 Электрические платы хроматографа 33

4.7.1 Электрические платы хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 33
4.7.2 Электрические платы хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2 36

4.8 Регуляторы расхода и давления газа 41

4.8.1 Типы регуляторов 41
4.8.2 Регуляторы давления механические 42
4.8.3 Регуляторы расхода газа и давления электронные 45

4.9 Фильтры 48

4.9.1 Фильтр 5.886.001 48
4.9.2 Фильтр 5.884.048 49
4.9.3 Фильтр 5.884.064 50
4.9.4 Фильтр 5.884.065 50
4.9.5 Испарители 51
4.9.6 Типы испарителей 51
4.9.7 Ввод проб микрошприцами с иглами различной толщины 51
4.9.8 Испаритель 7.2 насадочный 53
4.9.9 Испаритель 7.2 капиллярный 55

4.10 Детекторы 59

4.10.1 Детектор по теплопроводности 59
4.10.2 Детектор термохимический 64
4.10.3 Детектор пламенно-ионизационный 68
4.10.4 Фотоионизационный детектор 73
4.10.5 Пламенно-фотометрический детектор 77
4.10.6 Электрохимический детектор 79
4.10.7 Пульсирующий разрядный детектор 80
4.10.8 Плазменно-эмиссионный детектор 82

4.11 Газовые краны 82

4.11.1 Введение 82
4.11.2 Общие сведения 83
4.11.3 Кран 6-портовый двухпозиционный 86
4.11.4 Кран 10-портовый 87
4.11.5 Автоматические / термостатируемые краны 88
4.11.6 Подключение газов 89
4.11.7 Работа с краном-дозатором 89

4.12 Клапаны 90

4.13 Насос 91

4.14 Источник резервного питания 92

4.14.1 Введение 92
4.14.2 Требования безопасности при работе с источником резервного питания 92
4.14.3 Технические характеристики 93
4.14.4 Подключение источника резервного питания 94
4.14.5 Работа от электрической сети переменного тока 94
4.14.6 Работа в автономном режиме 94

4.15 Рама 95

5 Использование по назначению 97

5.1 Меры безопасности 97

5.2 Условия использования 98

5.2.1 Условия эксплуатации хроматографа 98
5.2.2 Электрическое питание хроматографа исп. 1 98
5.2.3 Электрическое питание хроматографа исполнения 2 99
5.2.4 Электромагнитная совместимость 99
5.2.5 Газовое питание 99

5.3 Подготовка к работе 100

5.4 Кондиционирование колонок 103

5.5 Подготовка проб 104

5.6 Работа с хроматографом 106

5.7 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению 108

6 Техническое обслуживание 110

6.1 Общие указания 110

6.2 Проверка работоспособности 110

6.3 Виды и параметры технического обслуживания 111

6.4 Операции технического обслуживания 113

6.4.1 Обслуживание фильтров 113
6.4.2 Обслуживание испарителя 113
6.4.3 Проверка герметичности 115
6.4.4 Проверка расходов газов 115
6.4.5 Проверка давлений газов 116

6.5 Обслуживание детекторов 117

6.5.1 Детектор по теплопроводности 117
6.5.2 Детектор термохимический 119
6.5.3 Пламенно-ионизационный детектор 123
6.5.4 Фотоионизационный детектор 128
6.5.5 Пламенно-фотометрический детектор 130
6.5.6 Пульсирующий разрядный детектор 131

6.6 Обслуживание кранов 133

6.7 Обслуживание ТДС 137

6.7.1 Перенабивка и замена сорбционной трубки 137
6.7.2 Замена уплотняющих колец 137
6.7.3 Замена ловушки и колец уплотнения ловушки 140

7 Консервация 144

8 Хранение 144

9 Транспортирование 144

10 Правила утилизации 145

Приложение А (справочное). Перечень документов 146

Приложение В. Порядок работы с термодесорбером двухстадийным 148

ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для лиц, работающих с хроматографом газовым портативным "Хроматэк-Газохром 2000" (далее – хроматограф) и обслуживающего его персонала. Руководство служит для ознакомления с устройством хроматографа и его составных частей, обеспечения правильной эксплуатации хроматографа и поддержания его в постоянной готовности к работе.

При эксплуатации хроматографа необходимо дополнительно руководствоваться эксплуатационными документами согласно ведомости 214.2.840.077ВЭ.

Сведения об устройстве и принципе действия хроматографа ориентированы на специалистов, ознакомленных с основами газовой хроматографии и с принципами построения газохроматографических приборов. Для эксплуатации и обслуживания хроматографа необходимы навыки работы на компьютере на уровне пользователя.

Хроматограф выпускается в двух вариантах конструктивного исполнения:

- 214.2.840.077 – исполнение 1.
- 214.2.840.077-01 – исполнение 2.

Хроматограф исполнения 1 – переносной, с питанием от источника постоянного тока. Может использоваться как в стационарных лабораториях, так и в качестве переносного прибора.

Хроматограф исполнения 2 предназначен для встраивания в 19 дюймовую стойку. Может использоваться в стационарных условиях и в передвижных лабораториях, не работающих на ходу.

Отличия исполнений хроматографа описаны в соответствующих разделах РЭ.

Пример записи хроматографа исполнения 1 в других документах или при его заказе:

"Хроматограф "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1

ТУ 4215-013-12908609-08".

Пример записи хроматографа исполнения 2 в других документах или при его заказе:

"Хроматограф "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2

ТУ 4215-013-12908609-08".

Перечень документов, на которые даны ссылки в настоящем РЭ, приведен в приложении А.

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

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



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



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



Данный символ предупреждает об опасности взрыва при использовании водорода.

На двери термостата наносится надпись:

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

Принятые сокращения:

Сокращение	**Расшифровка**
ДТП	Детектор по теплопроводности;
ДТХ	Детектор термохимический;
ПИД	Пламенно–ионизационный детектор;
ПРД	Пульсирующий разрядный детектор;
ПЭД	Плазменно-эмиссионный детектор;
ПФД	Пламенно-фотометрический детектор;
ЭХД	Электрохимический детектор;
ФИД	Фотоионизационный детектор;
ПО	Программное обеспечение;
РД	Регулятор давления;
РРГ	Регулятор расхода газа;
СКО	Среднее квадратическое отклонение;
ТДС	Термодесорбер.

1 Назначение

Хроматограф предназначен для качественных и количественных анализов широкого спектра органических и некоторых неорганических соединений в жидкой и газовой фазах методом газовой хроматографии.

С хроматографом может работать оператор, имеющий опыт работы с аналитическими приборами, в частности, с хроматографами, ознакомленный с принципами построения газохроматографических приборов и допущенный к работе с ними.

Измерения с использованием хроматографа должны выполняться в соответствии с методиками выполнения измерений (аттестованными МВИ или другими документами, допущенными к применению в установленном порядке).

Градуировка хроматографа осуществляется потребителем с учетом конкретной аналитической задачи и методики хроматографического анализа.

Поверки хроматографа (первичная и периодические) выполняются в соответствии с инструкцией "Хроматограф газовый портативный "Хроматэк-Газохром 2000". Методика поверки".

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

2 Технические характеристики

Эксплуатация хроматографа осуществляется при:

- температуре окружающего воздуха от +5 до +40 °С;
- верхнем значение относительной влажности 75% при температуре 30 °С без конденсации влаги;
- атмосферном давление от 84 до 106 кПа;
- в условиях, в которых горючие газы и легковоспламеняющиеся жидкости могут быть в количествах, недостаточных для создания взрывопожароопасной смеси:
- при содержании примесей в окружающем воздухе в пределах санитарных норм, регламентированных ГОСТ 12.1.005-88.

По стойкости к механическим воздействиям исполнение хроматографа вибропрочное – группа L3 по ГОСТ Р 52931-2008.

Электрическое питание хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 осуществляется от источника постоянного тока напряжением от 10 до 17 В.

Потребляемая мощность хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 в установившемся режиме не более 70 Вт. Максимальная потребляемая мощность хроматографа не более 150 Вт.

Электрическое питание хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2 осуществляется от сети переменного тока напряжением 230^{+23}_{-23} В, частотой (50±1) Гц.

Максимальная потребляемая мощность хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2 не более 750 Вт.

Хроматограф имеет уровень устойчивости к электромагнитным помехам, обеспечивающий его функционирование в лабораторных зонах или зонах для испытаний и измерений в условиях контролируемой электромагнитной обстановки.

Хроматограф при применении его по назначению и выполнении требований к монтажу, эксплуатации, хранению, транспортированию и техническому обслуживанию не создает электромагнитных помех, влияющих на функционирование средств связи и других технических средств в соответствии с их назначением.

Газовое питание хроматографа: азот, аргон, гелий. В качестве вспомогательных газов используются водород и воздух.

Рабочее давление газов:

- газа-носителя – от 0,36 до 0,700 МПа;
- водорода – от 0,14 до 0,64 МПа;
- воздуха – от 0,17 до 0,64 МПа.

Хроматограф соответствует требованиям технических условий

ТУ 4215-013-12908609-08 и комплекту документации согласно спецификации 214.2.840.077.

Детекторы хроматографа:

- детектор по теплопроводности (ДТП);
- детектор термохимический (ДТХ);
- пламенно-ионизационный детектор (ПИД);
- фотоионизационный детектор (ФИД);
- пламенно-фотометрический детектор (ПФД);
- пульсирующий разрядный детектор (ПРД);
- пульсирующий разрядный детектор (ПЭД);
- электрохимический детектор (ЭХД).

Объемы доз вводимых проб:

- газовой – 0,125; 0,25; 0,50; 1,0; 2,0 мл краном-дозатором;
- жидкой – от 0,5 до 5,0 мкл микрошприцем.

Колонки хроматографа – насадочные или капиллярные.

Уровни флуктуационных шумов нулевого сигнала не более:

- ДТП $2 \cdot 10^{-7}$ В;
- ДТХ $6 \cdot 10^{-6}$ В;
- ПИД $3 \cdot 10^{-14}$ А;
- ФИД $2 \cdot 10^{-13}$ А;
- ПФД $3 \cdot 10^{-11}$ А;
- ПРД $2 \cdot 10^{-4}$ В;
- ПЭД $2 \cdot 10^{-4}$ В;
- ЭХД $4 \cdot 10^{-6}$ В.

Пределы детектирования, не более:

- ДТП $3 \cdot 10^{-9}$ г/см^3 по гептану или пропану;
- ДТП $2 \cdot 10^{-9}$ г/см^3 по водороду;
- ДТХ $5 \cdot 10^{-10}$ г/см^3 по водороду;
- ПИД $3 \cdot 10^{-12}$ г/с по углероду в углеводородах (гептане или пропане);
- ФИД $1 \cdot 10^{-12}$ г/с по бензолу или ацетилену;
- ПФД $2 \cdot 10^{-12}$ г/с по сере в серосодержащих соединениях;
- ПРД $5 \cdot 10^{-13}$ г/см^3 по метану или водороду;
- ПЭД $5 \cdot 10^{-11}$ г/см^3 по азоту
- ПЭД $2 \cdot 10^{-11}$ г/см^3 по неону, водороду, кислороду, метану, оксиду углерода, диоксиду углерода
- ЭХД $2 \cdot 10^{-11}$ г/см^3 по сероводороду.

Пределы допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала (высота или площадь пика и время удерживания):

- ДТП 2 %;
- ДТХ 2 %;
- ПИД 2 %;
- ФИД 5 %;
- ПФД 5 %;
- ПРД 2 %;
- ПЭД 2 %;
- ЭХД 3 %.

Предел допускаемой основной приведенной погрешности задания расхода воздуха встроенного аспиратора (хроматограф исполнения 2) для диапазона от 20 до 200 $см^3$/мин должен быть не более $\pm$ 5 %.

Ход часов встроенного аспиратора (хроматограф исполнения 2) должен быть не более $\pm$ 5 с/ч.

Количество независимых термостатируемых зон хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 – шесть.

Количество независимых термостатируемых зон хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2 – шесть.

Диапазон рабочих температур термостатов хроматографических колонок, испарителя, детекторов ПИД, ДТП, ФИД, ПФД, ПРД, ПЭД от (tокр.+10) °С (где tокр. – температура окружающей среды) до 250 °С .

Диапазон рабочих температур детектора ДТХ 214.5.184.023-01.00 от (tокр.+10) (где tокр. – температура окружающей среды) до 250 °С .

Диапазон рабочих температур детектора ДТХ 214.5.184.023-02.00 от (tокр.+10) (где tокр. – температура окружающей среды) до 80 °С .

Диапазон рабочих температур детектора ЭХД 214.2.840.099 от (tокр.+10) (где tокр. – температура окружающей среды) до 50 °С .

Диапазон рабочих температур термостата обогреваемого крана от (tокр.+10) °С до 100 °С.

Относительное отклонение среднего установившегося значения температуры термостатов от заданного значения температуры находится в пределах ±0,5 %.

Время выхода хроматографа на режим не более 0,5 ч.

Газовые линии герметичны при давлении газов на входе 800 кПа; при этом падение давления в течение 30 мин не превышает 2 % от установленного давления.

Диапазон расходов газов от 5 до 250 мл/мин.

Диапазон формируемых давлений газа-носителя от 20 до 600* кПа.

Количество каналов регулирования расхода и давления газов – 6.

Габаритные размеры хроматографа (длинна, ширина, высота), мм, не более:

- исполнение 1: 490×250×350;
- исполнение 2: 600×490×270.

Масса хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 не более 15 кг.

Масса хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2 не более 30 кг.

Хроматограф в транспортной упаковке выдерживает без повреждений воздействие следующих климатических и механических факторов:

- температуры окружающего воздуха от минус 50 до 50 °С;
- относительной влажности до (95±3) % при температуре 35 °С.
- вибраций в соответствии с группой L1 по ГОСТ Р 52931-2008;
- свободного падения с высоты 100 мм.

*при комплектовании регуляторами для работы на высоком давлении.

3 Комплектность

Комплект поставки хроматографа определяется заказом потребителя из составных частей, приведенных в таблице 3.1.

Таблица 3.1– Комплект поставки

Обозначение	**Наименование**	**Количество**
214.2.840.077	Хроматограф газовый портативный "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1	По заказу
214.2.840.077-01	Хроматограф газовый портативный "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2	По заказу
214.00045-51	Программное обеспечение "Хроматэк Аналитик" (на компьютерных носителях информации)	1
	Компьютер	По заказу
214.4.060.105	Комплект ЗИП "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 согласно формуляру 214.2.840.077ФО	1 комплект
214.4.060.317	Комплект ЗИП "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2 согласно формуляру 214.2.840.077ФО	1 комплект
214.6.122.116	Рама	1
214.5.087.046	Источник резервного питания	1
214.4.171.070	Упаковка	1
	Сменные части хроматографа	
214.2.840.005	Детектор ДТП	По заказу
214.5.184.023	Детектор ДТХ	По заказу
214.2.840.042	Детектор ПИД	По заказу
214.2.840.014	Детектор ФИД	По заказу
214.2.840.044	Детектор ПФД	По заказу
214.2.840.079	Детектор ПРД	По заказу
214.2.840.101	Детектор ПЭД	По заказу
214.2.840.099	Детектор ЭХД	По заказу
214.5.886.000	Испаритель капиллярный	По заказу
214.5.886.002	Испаритель насадочный	По заказу
214.4.464.024-01.03	Кран 6-ти портовый	По заказу
214.4.464.025-01.03	Кран 10-ти портовый	По заказу
214.2.393.009	Термодесорбер	По заказу
214.4.471.003	Аспиратор	По заказу

	Колонки	
	Колонки насадочные металлические	По заказу
	Колонки капиллярные	По заказу
	Эксплуатационная документация	
214.2.840.077ВЭ	Ведомость эксплуатационных документов и документы согласно 214.2.840.077ВЭ на компьютерных носителях информации (по заказу потребителя – на бумажных носителях информации)	Комплект

4 Устройство и работа

4.1 Конструктивное исполнение

Хроматограф конструктивно представляет собой прибор, состоящий из функциональных узлов, размещенных в едином корпусе.



Рисунок 4.1 – Хроматограф исполнение 1

Хроматограф исполнения 1 – переносной, с питанием от источника постоянного тока напряжением от 10 до 17 В (например, от аккумулятора) или от сети переменного тока с соответствующим адаптером (преобразователем напряжения). Может использоваться как в стационарных лабораториях, так и в качестве переносного прибора.

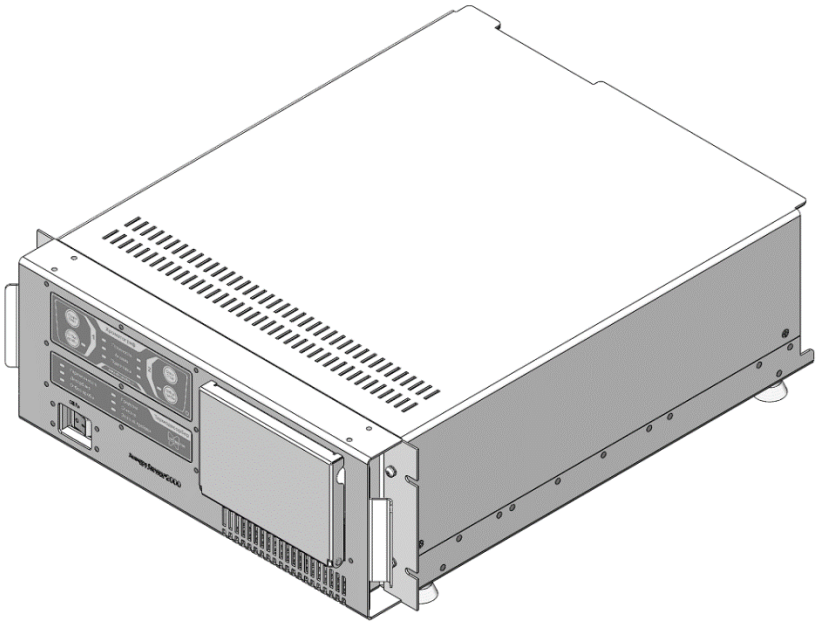


Рисунок 4.2 – Хроматограф исполнение 2

Хроматограф исполнения 2 предназначен для встраивания в 19 дюймовую стойку. Может использоваться в стационарных условиях и передвижных лабораториях, не работающих на ходу. Электрическое питание хроматографа исполнения 2 осуществляется от сети переменного тока 230±23 В, частотой (50±1) Гц.

4.2 Расположение функциональных узлов хроматографа исполнения 1

В корпусе хроматографа расположены: термостат колонок, регуляторы расхода и давления газа (электронные или механические), электрические платы. В одном отсеке с термостатом колонок установлены детекторы и устройства ввода (испаритель или кран-дозатор).

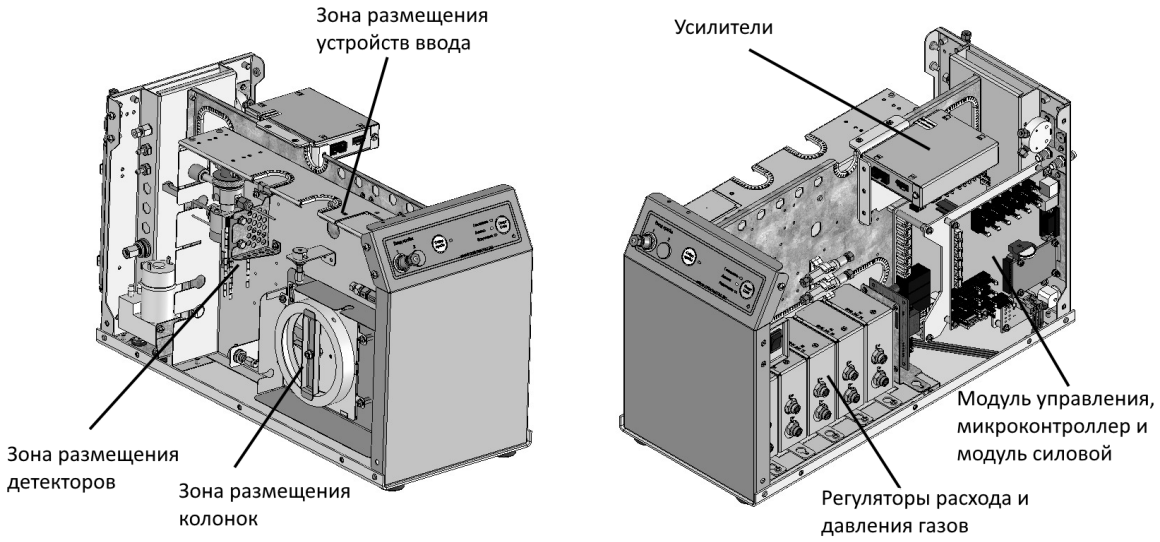


Рисунок 4.3 – Расположение узлов внутри хроматографа

Панель управления предназначена для контроля состояния хроматографа, запуска/остановки анализа и для включения/выключения насоса (микронасоса), прокачивающего пробу (если насос установлен в хроматограф).

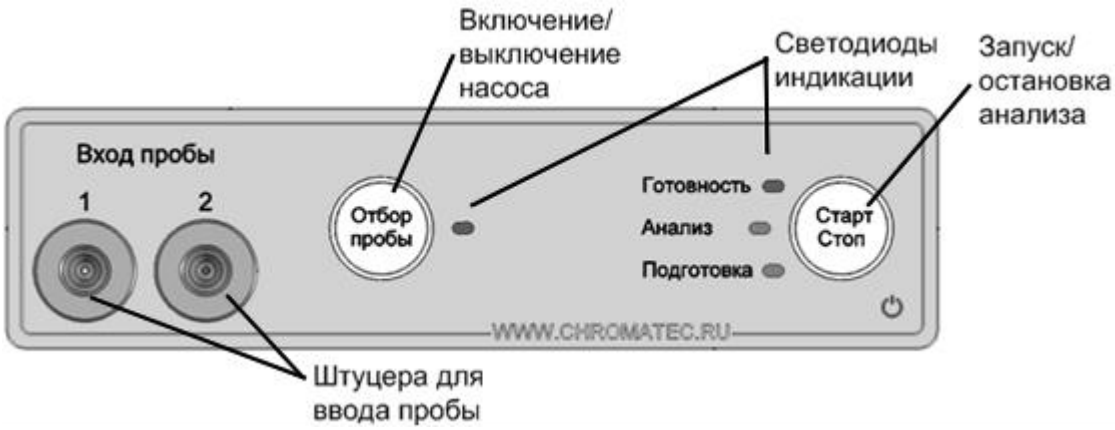


Рисунок 4.4 – Внешний вид панели управления

На правой боковой стенке хроматографа расположен выключатель питания.



Рисунок 4.5 – Внешний вид хроматографа справа

На задней стенке хроматографа расположены: разъем подключения к блоку (источнику) питания "ПИТАНИЕ 10…17 В", разъем DET подключения старта внешних устройств, разъем PC для связи с компьютером по интерфейсу USB, разъем AUX для подключения внешних устройств, разъем LAN для связи с компьютером по интерфейсу Ethernet, штуцеры подключения к газовым линиям.

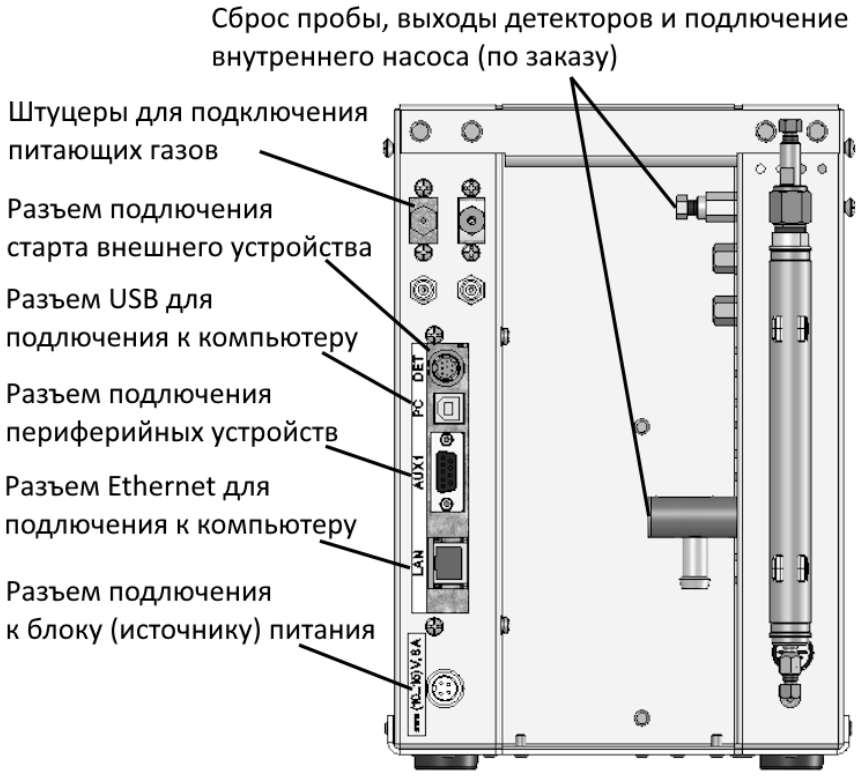


Рисунок 4.6 – Расположение узлов на задней стенке хроматографа

4.3 Расположение функциональных узлов хроматографа исполнения 2

Хроматограф конструктивно представляет собой прибор, состоящий из функциональных узлов, размещенных в едином металлическом корпусе.

В аналитическом узле расположены устройства ввода, один или два термостата колонок и детекторы.

В газовом узле расположены регуляторы расхода и давления газа (электронные или механические), клапаны и насос прокачки пробы.

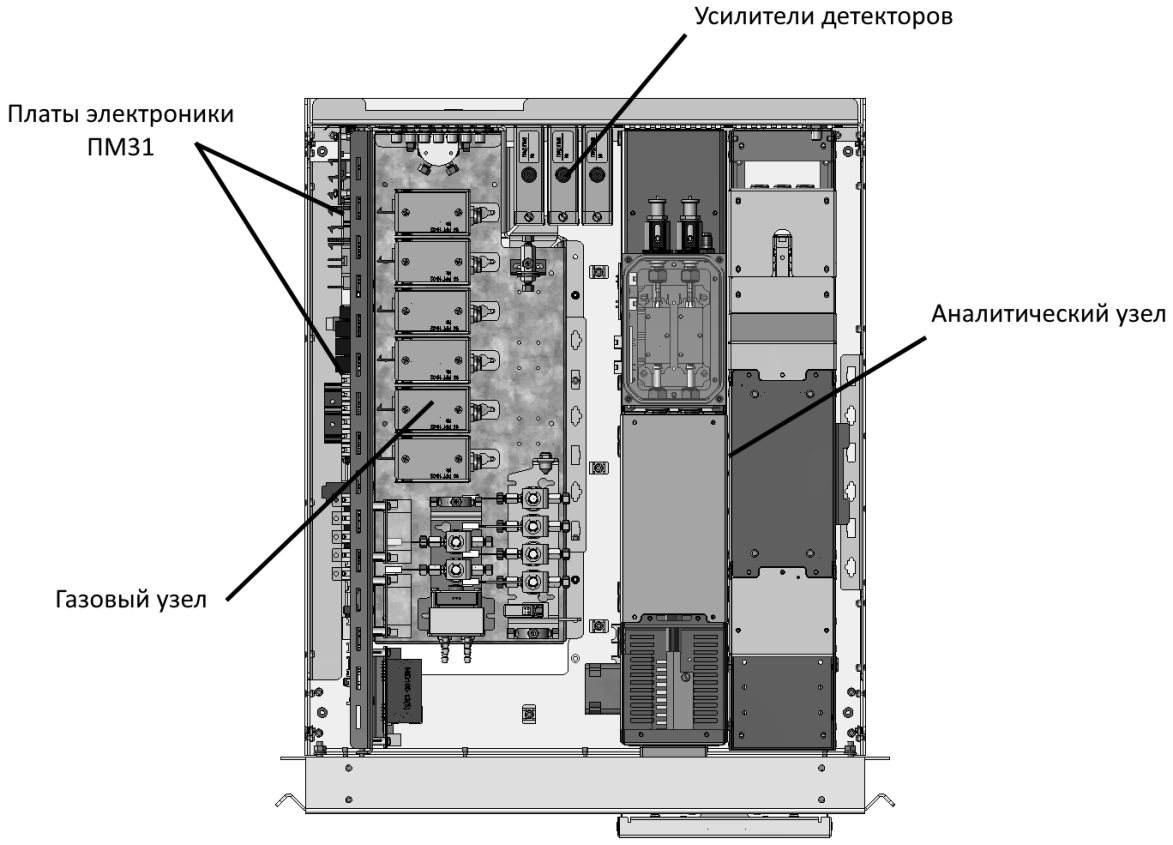


Рисунок 4.7 – Расположение узлов внутри хроматографа

На лицевой панели расположена панель управления, индикатор режимов работы термодесорбера, крышка, кнопка "Сеть" и две ручки для извлечения хроматографа из стойки.

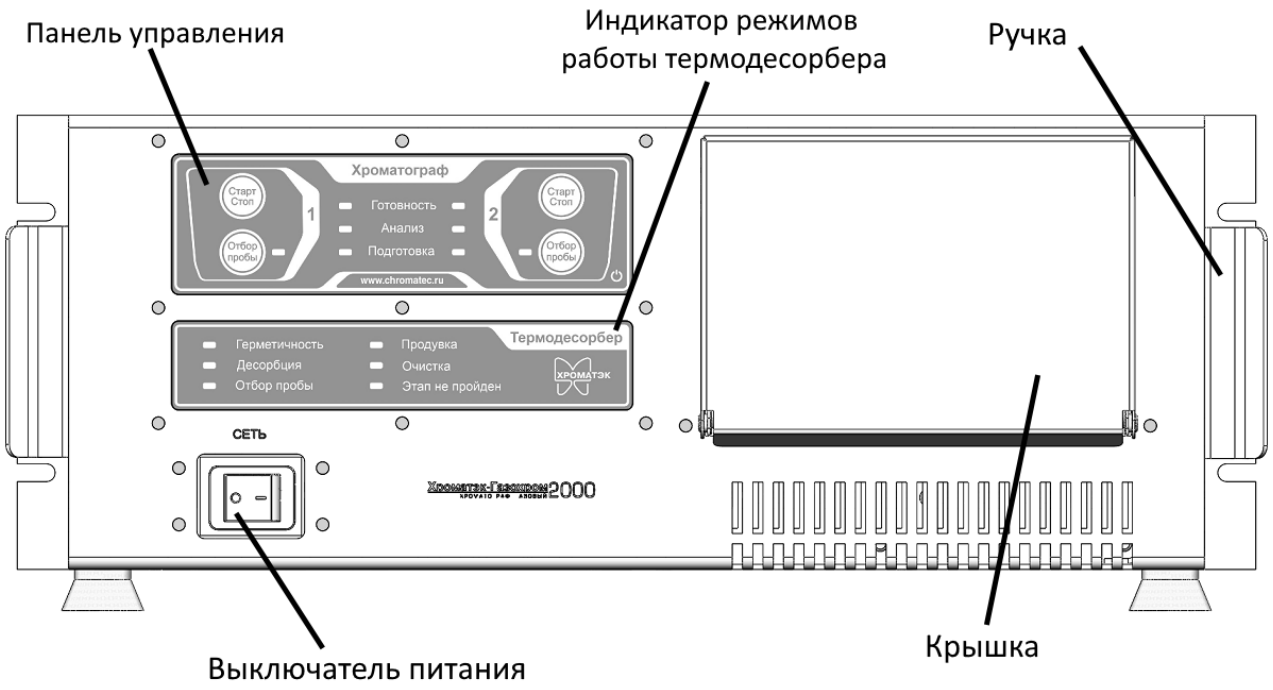


Рисунок 4.8 – Хроматограф лицевая панель

Панель управления предназначена для контроля состояния хроматографа, запуска/остановки анализа и для включения/выключения насоса, прокачивающего пробу (если насос установлен в хроматограф).

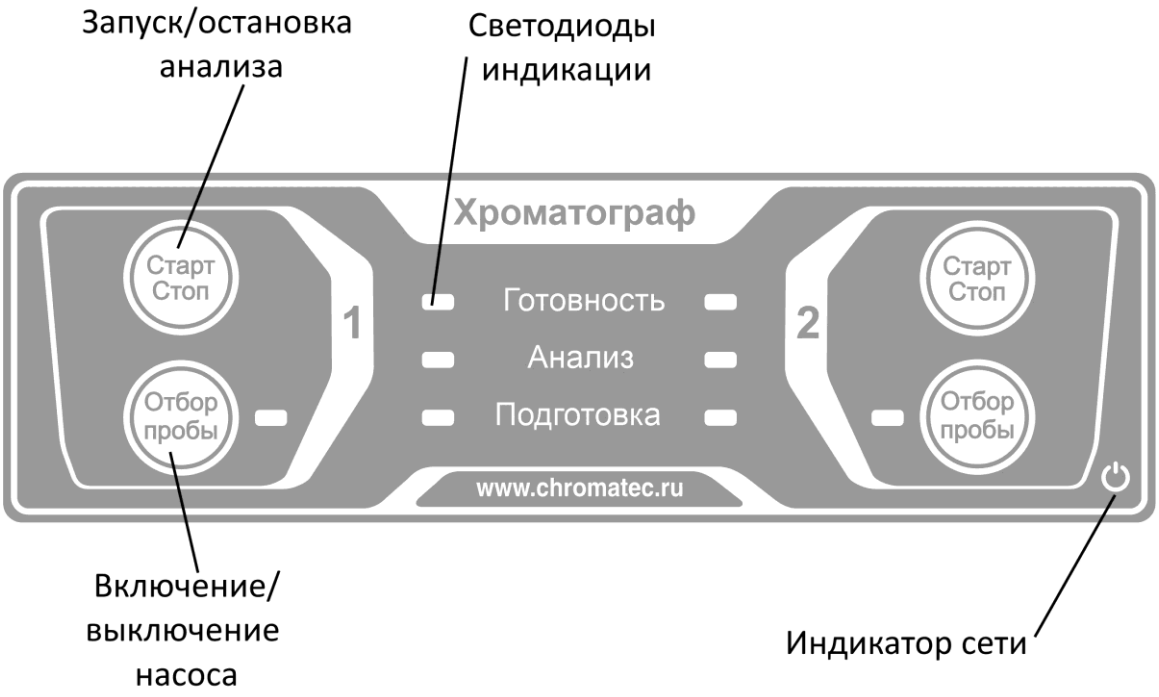


Рисунок 4.9 – Внешний вид панели управления.



Рисунок 4.10 – Внешний вид индикации этапов работы термодесорбера.

Индикатор режимов работы термодесорбера предназначен для контроля состояния этапов работы встроенного термодесорбера.

На задней стенке хроматографа расположены: разъем подключения к сети переменного тока 230 В, разъемы для связи с компьютером по интерфейсу USB и Ethernet, разъем для подключения внешней периферий, штуцеры подключения к газовым линиям.

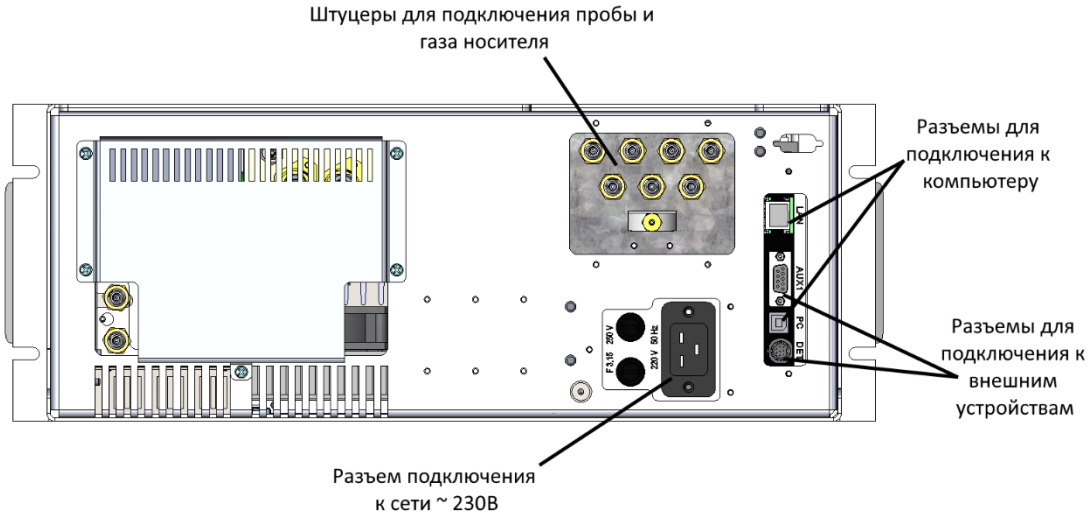


Рисунок 4.11 – Задняя стенка хроматографа.

4.4 Термостат колонок

Термостат колонок предназначен для поддержания заданной температуры одной или двух колонок.

Существует два типа термостата колонок:

- плоский, для установки насадочных и капиллярных колонок не требующих высоких скоростей нагрева;

- кассетный, для капиллярных колонок.

Конструктивно плоский термостат состоит из нагревателя, на который устанавливают колонки. В нагревателе установлен нагревательный элемент, датчик температуры и изоляторы. Колонки прижимаются к нагревателю с двух сторон с помощью швеллеров.

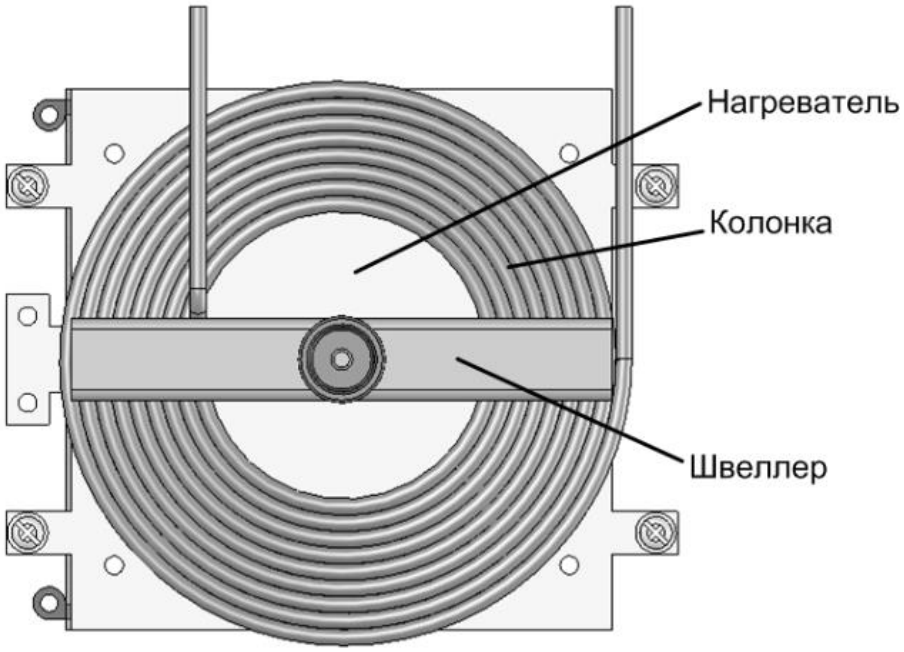


Рисунок 4.12 – Плоский термостат колонок.

Конструктивно кассетный термостат состоит из кассеты, внутри которой расположена капиллярная колонка. Нагреватель намотан поверх кассеты, на которой размещены кронштейны крепления и датчик температуры.

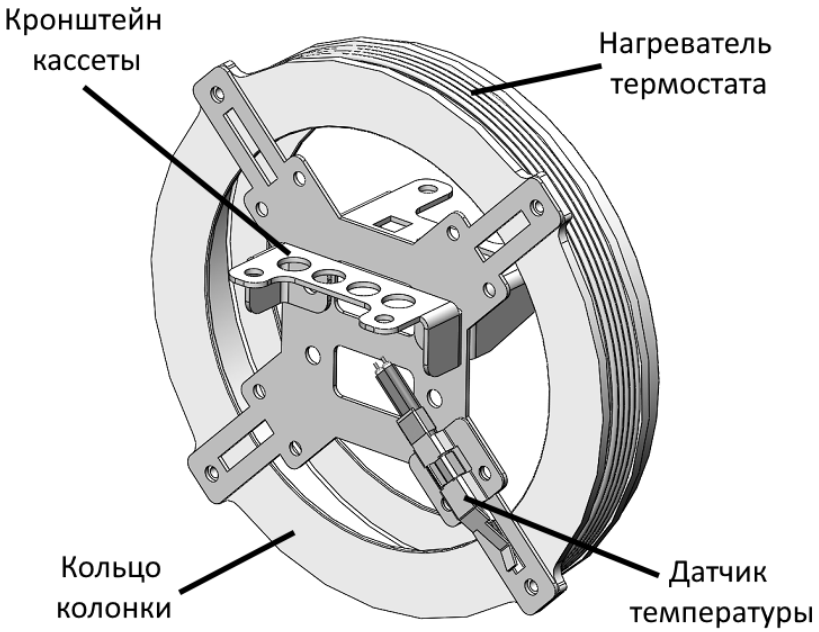


Рисунок 4.13 – Кассетный термостат капиллярных колонок.

Управление термостатом (задание и поддержание требуемой температуры) осуществляется контроллером хроматографа.

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

4.4.1 Термостат колонок, хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1

Конструктивно хроматограф "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 может поставляться с двумя видами термостатов колонок: изотермическим (с поддержанием постоянной температуры) и программируемым (Рис. 4.14).

Программируемый термостат колонок предназначен для поддержания заданной температуры одной или двух колонок с возможностью их быстрого охлаждения.

Конструктивно термостат состоит из пластины нагревателя, на который устанавливают кольцо колонок. Охлаждение термостата колонок осуществляется с помощью вентилятора, который обеспечивает беспрерывную циркуляцию воздуха. Вывод нагретого воздуха осуществляется через перфорацию на кожухе.

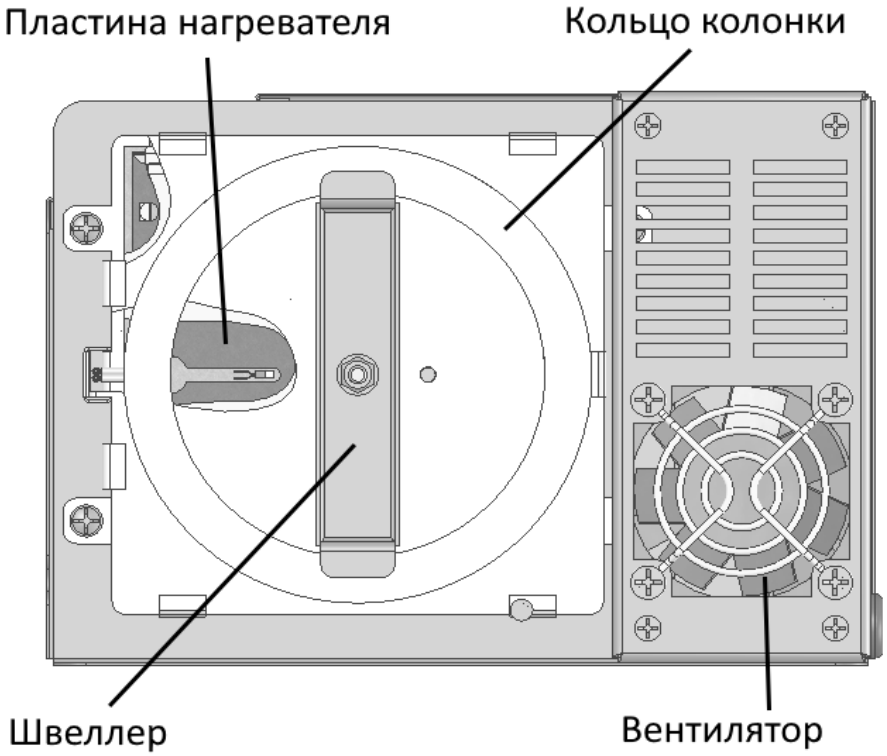


Рисунок 4.14 – Термостат колонок программируемый

Для доступа к программируемому термостату колонок в хроматографе исполнения 1 необходимо открыть левую боковую крышку.

4.4.2 Термостат колонок, программируемый хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2

Конструктивно термостат может оснащаться двумя видами нагревателей колонок плоским и кассетным. Охлаждение термостата колонок осуществляется с помощью вентилятора.

Плоский нагреватель состоит из пластины, на которую устанавливают колонки. В нагревателе установлен нагревательный элемент, датчик температуры и изоляторы. Колонки расположены в специальном кольце и прижимаются к нагревателю с двух сторон с помощью швеллера.

Кассетный нагреватель состоит из специального кольца, по внешней стороне которого расположен нагревательный элемент, датчик температуры и кронштейн кассеты. Колонка расположена внутри специального углубления кассеты.

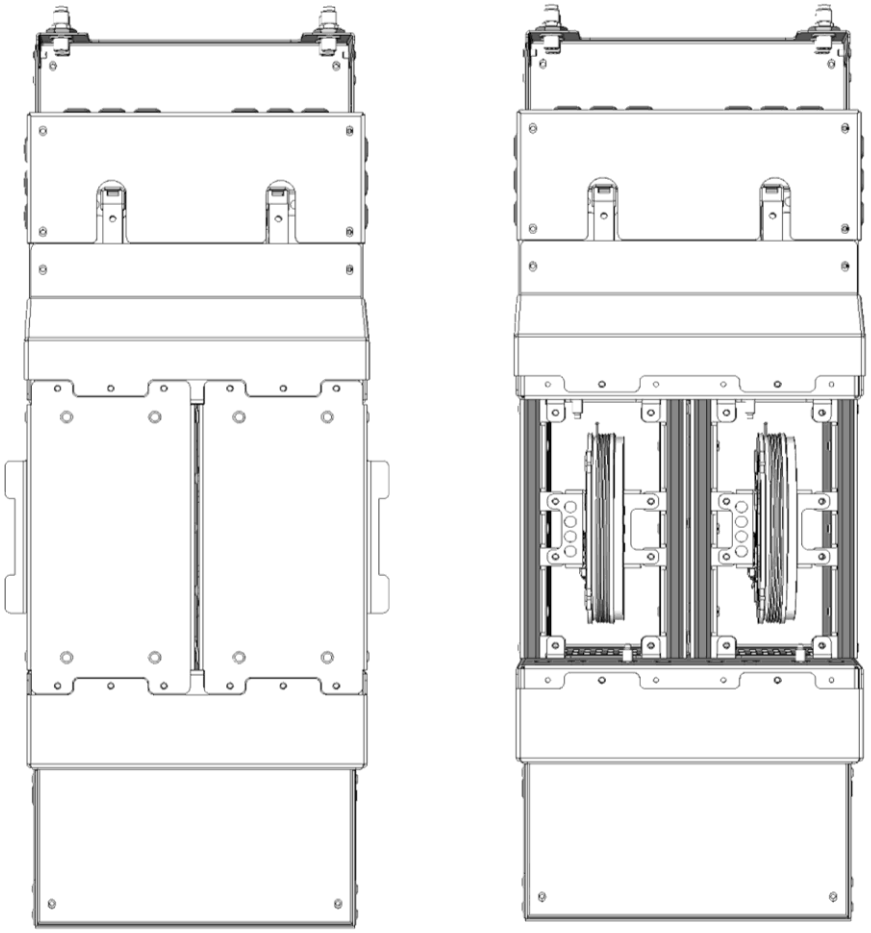


Рисунок 4.15 – Установка термостатов колонок в хроматографе исполнения 2

Для доступа к термостату колонок в хроматографе исполнения 2 необходимо снять верхнюю крышку хроматографа, открутить 4 винта крышки термостата колонок и потянув верх снять ее.

4.5 Термодесорбер двухстадийный

4.5.1 Описание и работа

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.

ТДС работает в двух режимах:

- извлечение летучих веществ происходит из сорбционной трубки, с последующей фокусировкой в ловушке. Сфокусированные вещества из ловушки попадают в хроматографическую колонку.

- летучие вещества собираются и фокусируются непосредственно в ловушке.

4.5.2 Технические характеристики ТДС

Таблица 4.1 – Технические характеристики ТДС

Параметр	**Значение**
Размер сорбционной трубки (наружный диаметр, длина), мм	6,35; 89.
Температура сорбционной трубки, °С	от ($t_{окр}$*+10) до 400.
Температура испарителя, °С	от ($t_{окр}$*+10) до 400.
Температура ловушки, °С	от минус 10 до 400.
Температура крана, °С	от 150 до 350.
Температура переходной линии, °С	от 40 до 350.
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

* $t_{окр}$ – температура окружающей среды

4.5.3 Устройство термодесорбера

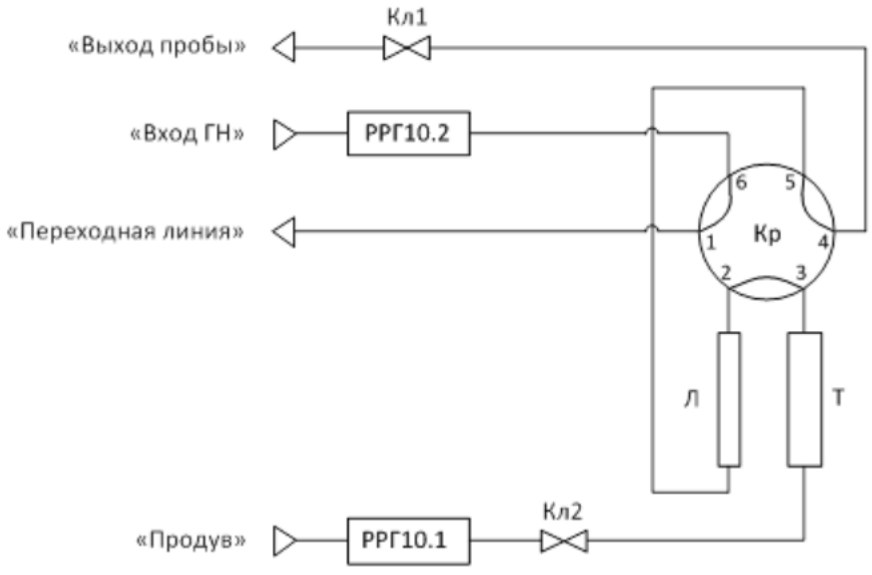
Термодесорбер может содержать непринципиально модернизированные части в соответствии с новыми разработками или могут быть подвергнуты несущественным непринципиальным доработкам, не влияющим на требования безопасности, неотраженным в настоящем документе.

Основные функциональные узлы термодесорбера:

- термостат сорбционной трубки/испарителя;
- ловушка;
- кран-переключатель;
- переходная линия;
- регулятор расхода;
- клапаны;
- датчик падения давления;
- электрическая плата модуля термодесорбера;

Термодесорбер состоит из трех частей: аналитической, расположенной в аналитическом блоке хроматографа, газовой, расположенной в газовом узле прибора и электрической расположенной в отсеке для электроники.

Схема газовая принципиальная термодесорбера:



Кл1 – клапан сброса; Кл2 – клапан продувочного газа; Кр – кран-переключатель; РРГ1– регулятор расхода продувочного газа; РРГ2– регулятор расхода газа-носителя; Л – Ловушка; Т – Трубка сорбционная.

Рисунок 4.16 – Схема газовая принципиальная

Представленная типовая газовая схема может быть подвигнута несущественным доработкам, в зависимости от методики выполнения конкретной задачи, неотраженных в настоящем документе.

Аналитическая часть термодесорбера содержит термостат сорбционной трубки/ испарителя, ловушку, переходную линию и кран. Газовая часть содержит газовый регулятор продувочного газа и сборку клапанов. Электрическая часть содержит электронный модуль термодесорбера. На лицевой панели хроматографа расположена индикация этапов работы термодесорбера.

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 адаптер, к которому подсоединяется байонет с герметично установленной сорбционной трубкой. В байонете предусмотрены каналы, через которые подводится продувочный газ от регулятора расхода газа в сорбционную трубку.

Ловушка. Обеспечивает концентрирование анализируемых компонентов. Ловушка представляет собой стеклянную трубку, внутри заполненную сорбентом, а с наружи установленным нагревательным элементом. 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 10 до 35 °С, во время ввода пробы в хроматографическую колонку – от 35 до 400 °С в зависимости от используемого сорбента.

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

Температура крана задается в диапазоне от 150 до 350 °С и остается постоянной на всех этапах работы термодесорбера.

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

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 продувки, десорбции и очистки сорбционной трубки.

Клапаны. Обеспечивают переключение потоков продувочного газа для проверки герметичности. Нормальное положение клапанов (без подачи напряжения) – закрытое.

Основные этапы работы, настройка режимов, выбор сорбентов с двухстадийным термодесорбером указаны в Приложении В.

4.5.4 Установка сорбционной трубки

Замену сорбционной трубки следует выполнять после охлаждения термостата сорбционных трубок до температуры не более 50-60 градусов.

Для установки сорбционной трубки необходимо:

- Открыть крышку на лицевой панели.
- Отсоединить байонет, слегка надавив на него и повернув против часовой стрелки до характерного щелчка.

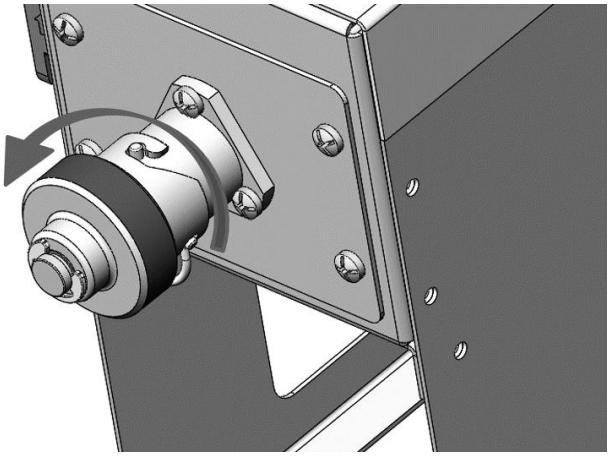


Рисунок 4.17 – Направление вращения байонета для снятия сорбционной трубки

- Вставить сорбционную трубку в байонет, стрелка на трубке должна быть направлена от себя.

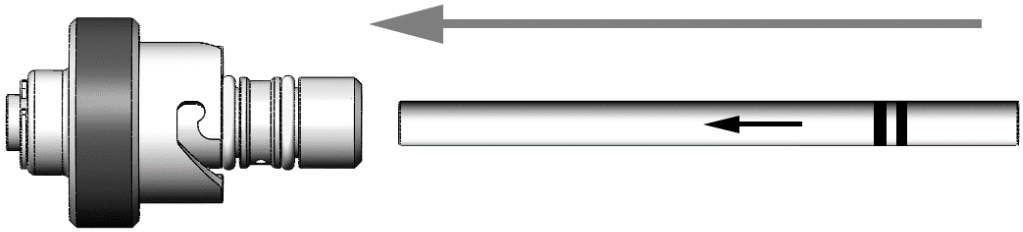


Рисунок 4.18 – Направление установки сорбционной трубки в байонет

- Вставить байонет с сорбционной трубкой в термостат сорбционной трубки, слегка надавив на него и повернув по часовой стрелке до характерного щелчка.

4.5.5 Работа термодесорбера

В зависимости от выбора источника ввода пробы в термодесорбер, осуществляется следующая последовательность этапов работы термодесорбера:

Таблица 4.1– Последовательность этапов работы термодесорбера в зависимости от источника ввода пробы

	«Сорбционная трубка»	«Аспиратор»	«Испаритель»
1		Ожидание ТДС	
2		Подготовка ТДС	
3		Готовность ТДС	
4		Герметичность ТДС	
5	Продувка трубки ТДС	Отбор пробы аспиратором	-
6	Десорбция ТДС	Продувка после отбора аспиратором	-
7		Анализ ТДС	

4.5.5.1. Ожидание ТДС

При включении хроматографа, прибор находится в нулевом режиме, до передачи заданного режима работы.

4.5.5.2. Подготовка

На этапе "Подготовка" устанавливаются заданные значения: температура сорбционной трубки/испарителя, температура крана, температура переходной линии и нижняя температура ловушки. Продувочный газ через сорбционную трубку не идет.

4.5.5.3. Готовность

На этапе "Готовность" термодесорбер готов к проведению анализа.

4.5.5.4. Проверка герметичности

Перед проведением анализа 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".

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

Для отключения проверки герметичности термодесорбера перед анализом, необходимо в поле "Падение давление" в режиме работы ТДС, установить значение 0 (По умолчанию 1, для проведения проверки герметичности).

4.5.5.5. Продувка трубки

Продувка перед десорбцией используется для выдувания воздуха из сорбционной трубки. Для удаления воздуха задают расход продувочного газа 20 мл/мин, время продувки составляет 1 мин (для полимерных или угольных сорбентов) или 2 мин (для молекулярных сит).

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

4.5.5.6. Десорбция

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

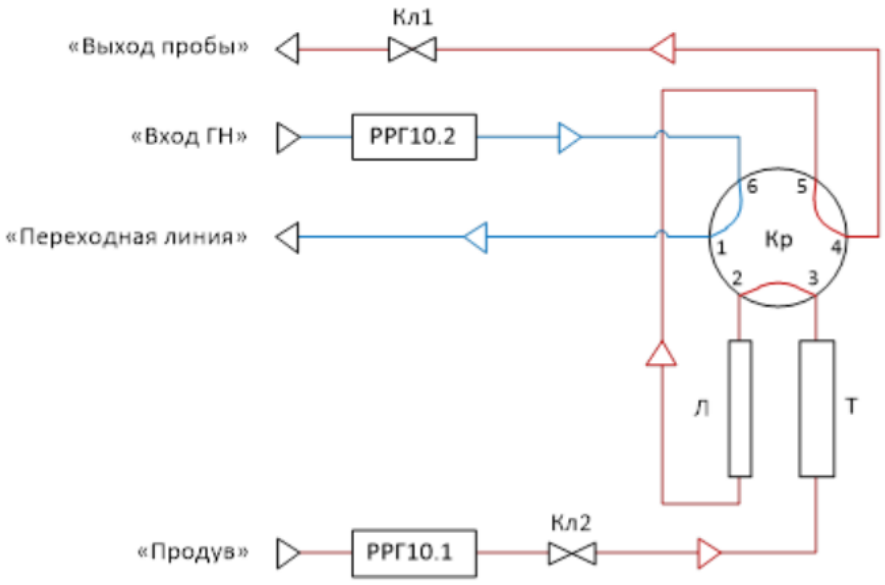


Рисунок 4.19 – Десорбция пробы из трубки и ее улавливание в ловушке

Температура десорбции выбирается таким образом, чтобы добиться полного извлечения компонентов с сорбента. В идеале температура должна быть максимально высокой и ограничена рабочей температурой сорбента. 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 десорбции.

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.

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.

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).

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

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

4.5.5.7. Анализ

Кран переходит в положение "Анализ", устанавливается верхняя температура ловушки и поддерживается в течение заданного времени. На этом этапе нагрев сорбционной трубки прекращается, включается вентилятор охлаждения трубки 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.

Скорость нагрева ловушки 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.

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.

В большинстве случаев для улавливания летучих органических соединений устанавливают температуру ловушки минус 10 °С. При анализе очень влажных проб возможно "закупоривание" ловушки льдом. В этом случае измеренный расход продувочного газа будет составлять 0 мл/мин. Для предотвращения "закупоривания" ловушки при анализе образцов, содержащих значительное количество воды, рекомендуется задавать температуру ловушки выше 4 °С.

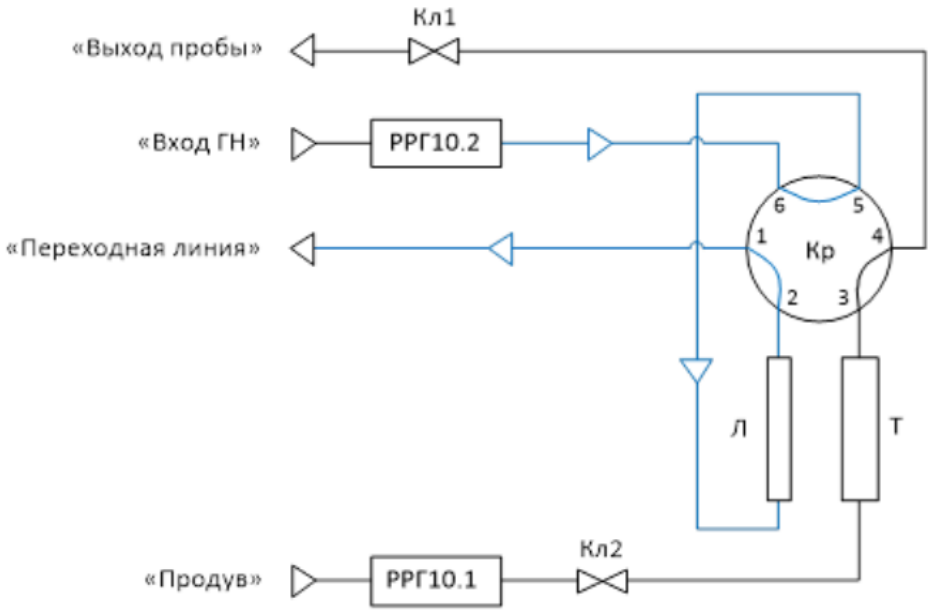


Рисунок 4.20 – Десорбция пробы из ловушки и ее ввод в хроматографическую колонку

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.

4.5.5.8. Очистка трубки

Устанавливается заданный расход продувочного газа, температура термостата сорбционной трубки и термостата ловушки. 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.

4.6 Аспиратор

Встроенный аспиратор предназначен для отбора проб на сорбционную трубку разовых проб воздуха определенного объема, рассчитываемого по измеренному расходу и времени отбора.

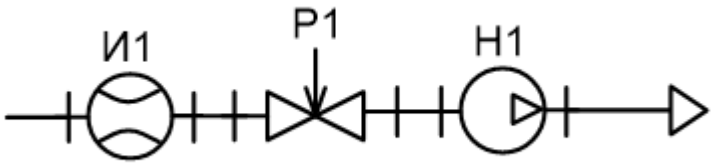
Аспиратор может содержать непринципиально модернизированные части в соответствии с новыми разработками или могут быть подвергнуты несущественным непринципиальным доработкам, не влияющим на технические характеристики и требования безопасности, неотраженным в настоящем документе.

Основными функциональными узлами аспиратора являются насос, измеритель расхода и регулятор расхода газа.

Функциональные узлы аспиратора такие как: насос, измеритель расхода, регулятор расхода газа расположены в газовой части хроматографа. Плата управления расположена на боковой панели хроматографа в электрической части.

Все функциональные узлы аспиратора расположены в газовой части хроматографа.

Схема газовая принципиальная аспиратора показана на рисунке 4.28.



И1 – Измеритель расхода; Р1 – Регулятор расхода; Н1 – Насос.

Рисунок 4.21 - Схема газовая принципиальная аспиратора

Принцип работы аспиратора заключается в прокачивании пробы воздуха через сорбционную трубку с помощью насоса. Задание расхода и времени отбора осуществляется при помощи программы "Хроматэк Аналитик 3.1".

Измерение и поддержание заданного расхода воздуха проводится измерителем и регулятором расхода. Аспиратор имеет встроенный контроллер, обеспечивающий хранение алгоритма работы и управление работой узлов аспиратора.

4.7 Электрические платы хроматографа

4.7.1 Электрические платы хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1

Состав и назначение электрических плат приведены в таблице 4.8.

Таблица 4.2– Состав и назначение электрических плат

Название	**Назначение**
Процессорный модуль ПМ31	Управление (через модуль управления МУ и модуль силовой МС) системами автоматического регулирования температуры, расходов или давлений газов, контроль исправности устройств хроматографа, хранение в ПЗУ методик анализа, а также связь с персональным компьютером.
Модуль силовой (МС)	Обеспечение электропитанием всех устройств хроматографа, управление кранами, клапанами, компрессорами и свечой поджига детектора ПИД.
Модуль поджига	Подача напряжения на свечу поджига ПИД (устанавливается в модуль силовой, опционально)
Панель управления (ПУ)	Контроль состояния хроматографа, запуск/остановка анализа, включение/выключение компрессора

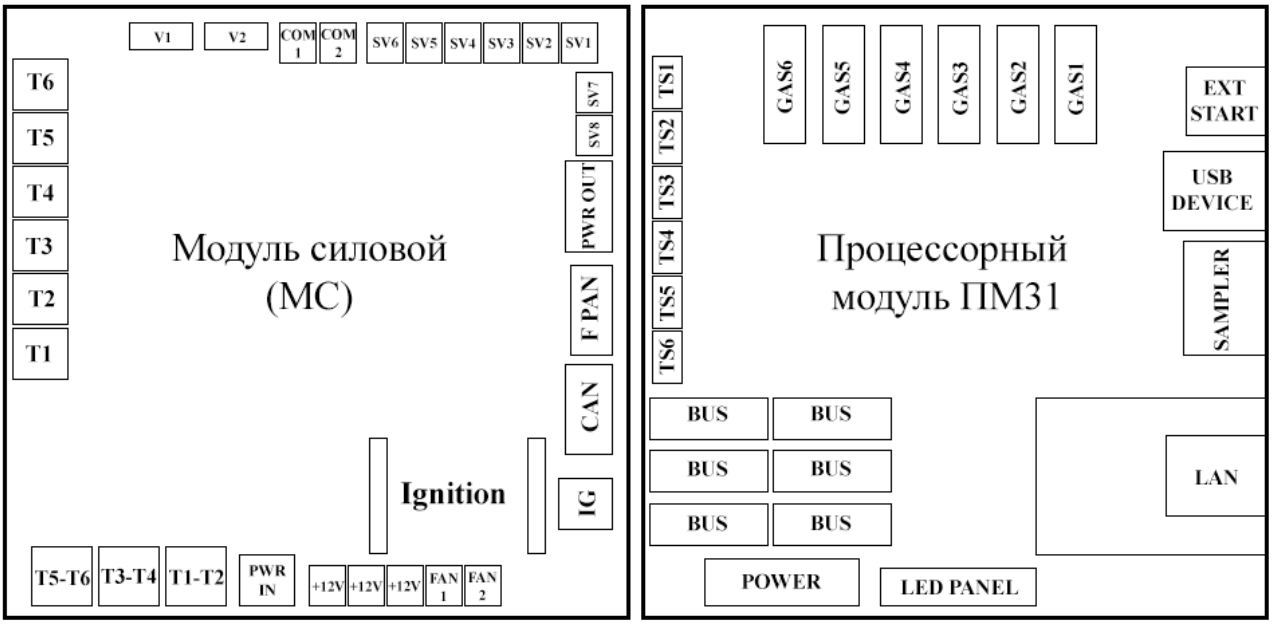


Рисунок 4.22 – Подключение электронных плат

Таблица 4.3– Описание разъемов процессорного модуля ПМ31

Обозначение	**Расшифровка**
GAS1..GAS6	Разъемы подключения газовых регуляторов
EXT START	Разъем подключения старта внешнего устройства (автономной периферии, стороннего производства);
USB DEVICE	Подключение хроматографа к компьютеру по интерфейсу USB
SAMPLER	Подключение к хроматографу периферийных устройств производства СКБ “Хроматэк”;
LAN	Подключение к компьютеру по интерфейсу Ethernet
LEDPANEL	Подключение клавиатуры и световой индикации хроматографа
POWER	Подключение питания контроллера
BUS	Цифровая шина. Подключение силового модуля, усилителей
TS1 – TS6	Подключение датчика температуры термостата

Таблица 4.4– Описание разъемов силового модуля

Обозначение	**Расшифровка**
V1, V2	Подключение приводов кранов
COM1, COM2	Подключение компрессоров
SV1…SV8	Подключение электромагнитных клапанов
PWR OUT	Питание контроллера ПМ31
F PAN	Подключение панели управления (используется опционально)
CAN	Подключение процессорного модуля ПМ31
IG	Подключение свечей поджига пламенных детекторов
Ignition	Подключение силовой микроплаты поджига
FAN1, FAN2	Подключение вентиляторов
12V	Неуправляемые выходы +12 В
PWRIN	Питание силовой платы напряжением 10…17 В
T1-T2	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей
T3-T4	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей
T5-T6	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей
T1, T2, T3, T4, T5, T6	Подключение нагревателей термостатов испарителей

1. Подключение температурных датчиков к процессорному модулю ПМ31:

Соответствие маркировки каналов температурных датчиков и маркировки позиционных обозначений разъемов следующее: TS1 (канал 1); TS2 (канал 2); TS3 (канал 3); TS4 (канал 4); TS5 (канал 5); TS6 (канал 6).

Температурные датчики термостатируемых зон, входящих в состав хроматографа, подключаются к каналам (TS1 - TS6) процессорной платы по порядку, без пропусков, начиная с канала TS1. Порядок подключения температурных датчиков должен быть следующим: термостаты колонок; детекторы; испарители; краны; метанатор; обогреваемые трубопроводы и другие термостатируемые модули. Термостатируемые зоны с одинаковым функциональным назначением подключать в порядке возрастания порядкового номера. Например: детектор №1, детектор №2, детектор №3.

2. Подключение нагревателей к силовому модулю:

Соответствие маркировки каналов нагрева и маркировки позиционных обозначений разъемов следующее: T1 (канал 1); T2 (канал 2); T3 (канал 3); T4 (канал 4); T5 (канал 5); T6 (канал 6).

Нагреватели термостатируемых зон, входящих в состав хроматографа, подключаются к каналам (T1 - T6) модуля силового по порядку, без пропусков, начиная с канала T1. Порядок подключения нагревателей должен быть следующим: термостаты колонок; детекторы; испарители; краны; метанатор; обогреваемые трубопроводы и другие термостатируемые модули. Термостатируемые зоны с одинаковым функциональным назначением подключать в

порядке возрастания порядкового номера. Например: детектор №1, детектор №2, детектор №3.

3. Настройка термостатов:

После подключения нагревателей и датчиков температур в панели управления в экспертных параметрах силового модуля производится настройка термостатов. Порядок присвоения термостатам функционаыльного назначения должен соответствовать порядку подключенных термостатируемых зон см. выше.

4.7.2 Электрические платы хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 2

Состав и назначение электрических плат приведены в таблице 4.11.

Таблица 4.5– Состав и назначение электрических плат

Название	**Назначение**
Процессорный модуль ПМ31	Управление (через модуль управления МУ и модуль силовой МС) системами автоматического регулирования температуры, расходов или давлений газов, контроль исправности устройств хроматографа, хранение в ПЗУ методик анализа, а также связь с персональным компьютером.
Модуль силовой (МС)	Обеспечение электропитанием нагревателей хроматографа, управление кранами, клапанами, компрессорами и свечой поджига детектора ПИД.
Модуль аспиратора	Обеспечивает измерение и управление расходом воздушных проб
Модуль ТДС	Управление температурой, кранами, клапанами и расходом газов.
Модуль поджига	Подача напряжения на свечу поджига ПИД (устанавливается в модуль силовой, опционально)
Модуль источника питания	Обеспечение электропитанием всех устройств хроматографа, силового модуля, модуля аспиратора модуля ТДС.
Панель управления (ПУ)	Контроль состояния хроматографа, запуск/остановка анализа, включение/выключение компрессора
Модуль LAN	Обеспечение связи между хроматографом и персональным компьютером по интерфейсу Ethernet

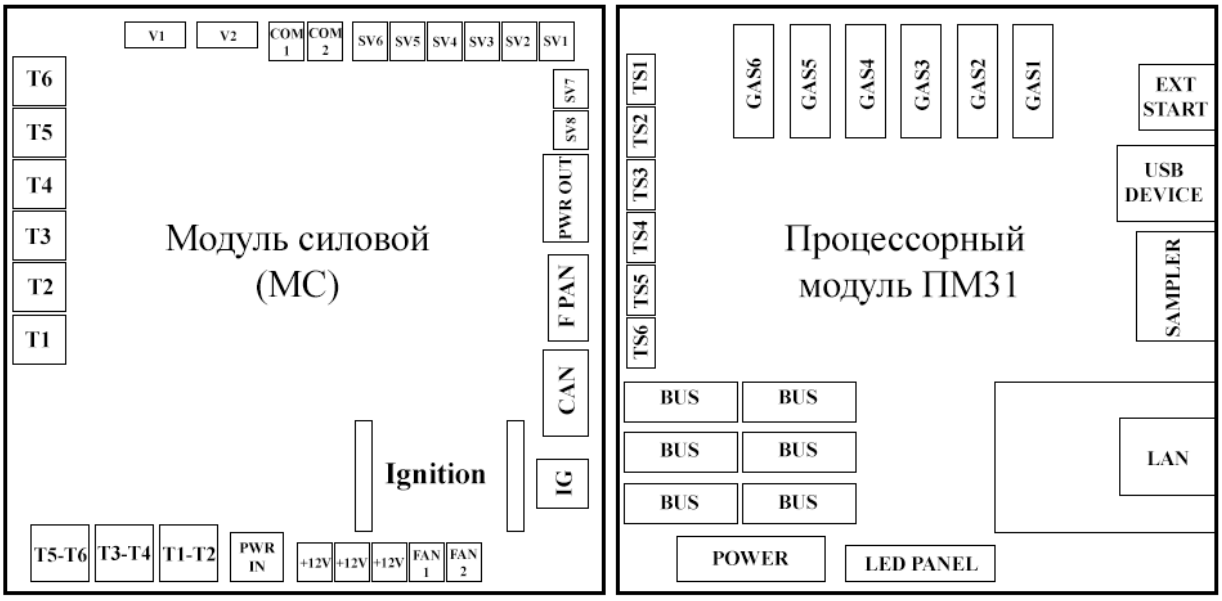


Рисунок 4.23 – Подключение электронных плат

Таблица 4.6– Описание разъемов процессорного модуля ПМ31

Обозначение	**Расшифровка**
GAS1..GAS6	Разъемы подключения газовых регуляторов
EXT START	Разъем подключения старта внешнего устройства (автономной периферии, стороннего производства);
USB DEVICE	Подключение хроматографа к компьютеру по интерфейсу USB
SAMPLER	Подключение к хроматографу периферийных устройств производства СКБ “Хроматэк”;
LAN	Подключение к компьютеру по интерфейсу Ethernet
LEDPANEL	Подключение клавиатуры и световой индикации хроматографа
POWER	Подключение питания контроллера
BUS	Цифровая шина. Подключение силового модуля, усилителей
TS1 – TS6	Подключение датчика температуры термостата

Таблица 4.7– Описание разъемов силового модуля

Обозначение	**Расшифровка**
V1, V2	Подключение приводов кранов
COM1, COM2	Подключение компрессоров
SV1…SV8	Подключение электромагнитных клапанов
PWR OUT	Питание контроллера ПМ31
F PAN	Подключение панели управления (используется опционально)
CAN	Подключение процессорного модуля ПМ31

IG	Подключение свечей поджига пламенных детекторов
Ignition	Подключение силовой микроплаты поджига
FAN1, FAN2	Подключение вентиляторов
12V	Неуправляемые выходы +12 В
PWRIN	Питание силовой платы напряжением 10…24 В
T1-T2	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей
T3-T4	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей
T5-T6	Вход напряжения от 10…24 В для питания нагревателей
T1, T2, T3, T4, T5, T6	Подключение нагревателей термостатов испарителей

Подключение температурных датчиков к процессорному модулю ПМ31:

Соответствие маркировки каналов температурных датчиков и маркировки позиционных обозначений разъемов следующее: TS1 (канал 1); TS2 (канал 2); TS3 (канал 3); TS4 (канал 4); TS5 (канал 5); TS6 (канал 6).

Температурные датчики термостатируемых зон, входящих в состав хроматографа, подключаются к каналам (TS1 - TS6) процессорной платы по порядку, без пропусков, начиная с канала TS1. Порядок подключения температурных датчиков должен быть следующим: термостаты колонок; детекторы; испарители; краны; метанатор; обогреваемые трубопроводы и другие термостатируемые модули. Термостатируемые зоны с одинаковым функциональным назначением подключать в порядке возрастания порядкового номера. Например: детектор №1, детектор №2, детектор №3.

Подключение нагревателей к силовому модулю:

Соответствие маркировки каналов нагрева и маркировки позиционных обозначений разъемов следующее: T1 (канал 1); T2 (канал 2); T3 (канал 3); T4 (канал 4); T5 (канал 5); T6 (канал 6).

Нагреватели термостатируемых зон, входящих в состав хроматографа, подключаются к каналам (T1 - T6) модуля силового по порядку, без пропусков, начиная с канала T1. Порядок подключения нагревателей должен быть следующим: термостаты колонок; детекторы; испарители; краны; метанатор; обогреваемые трубопроводы и другие термостатируемые модули. Термостатируемые зоны с одинаковым функциональным назначением подключать в порядке возрастания порядкового номера. Например: детектор №1, детектор №2, детектор №3.

Настройка термостатов:

После подключения нагревателей и датчиков температур в панели управления в экспертных параметрах силового модуля производится настройка термостатов. Порядок присвоения термостатам функционаыльного назначения должен соответствовать порядку подключенных термостатируемых зон см. выше.

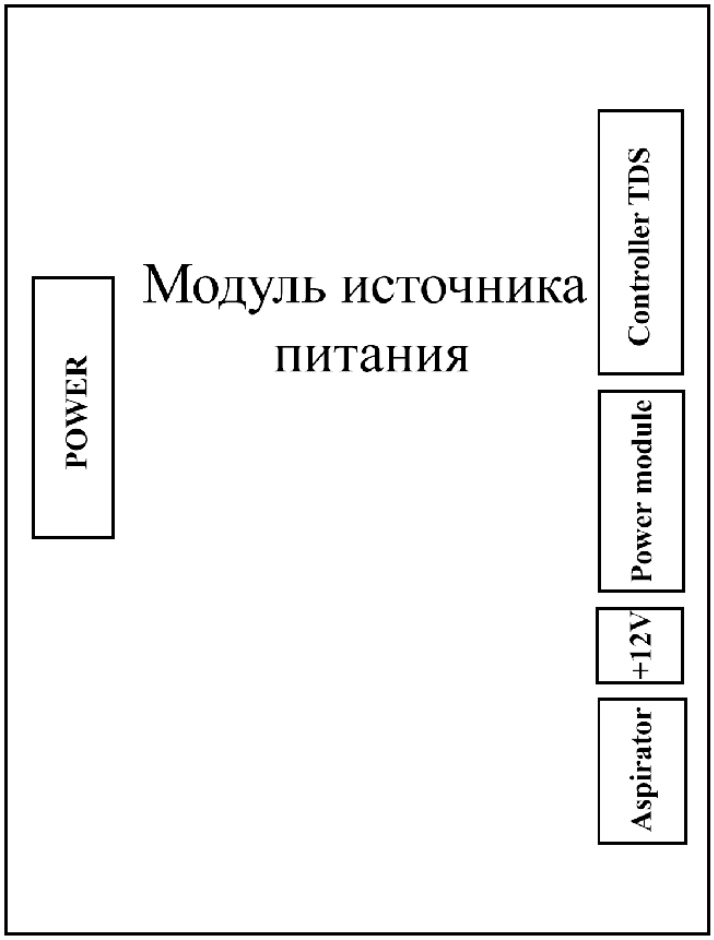


Рисунок 4.24 – Подключение модуля источника питания

Таблица 4.8– Описание разъемов модуля источника питания

Обозначение	**Расшифровка**
POWER	Подключение блока питания
Aspirator	Подключение питания аспиратора
+12V	Выход +12 В для питания силовой платы
Power module	Подключение питания силового модуля
Controller TDS	Подключение питания ТДС

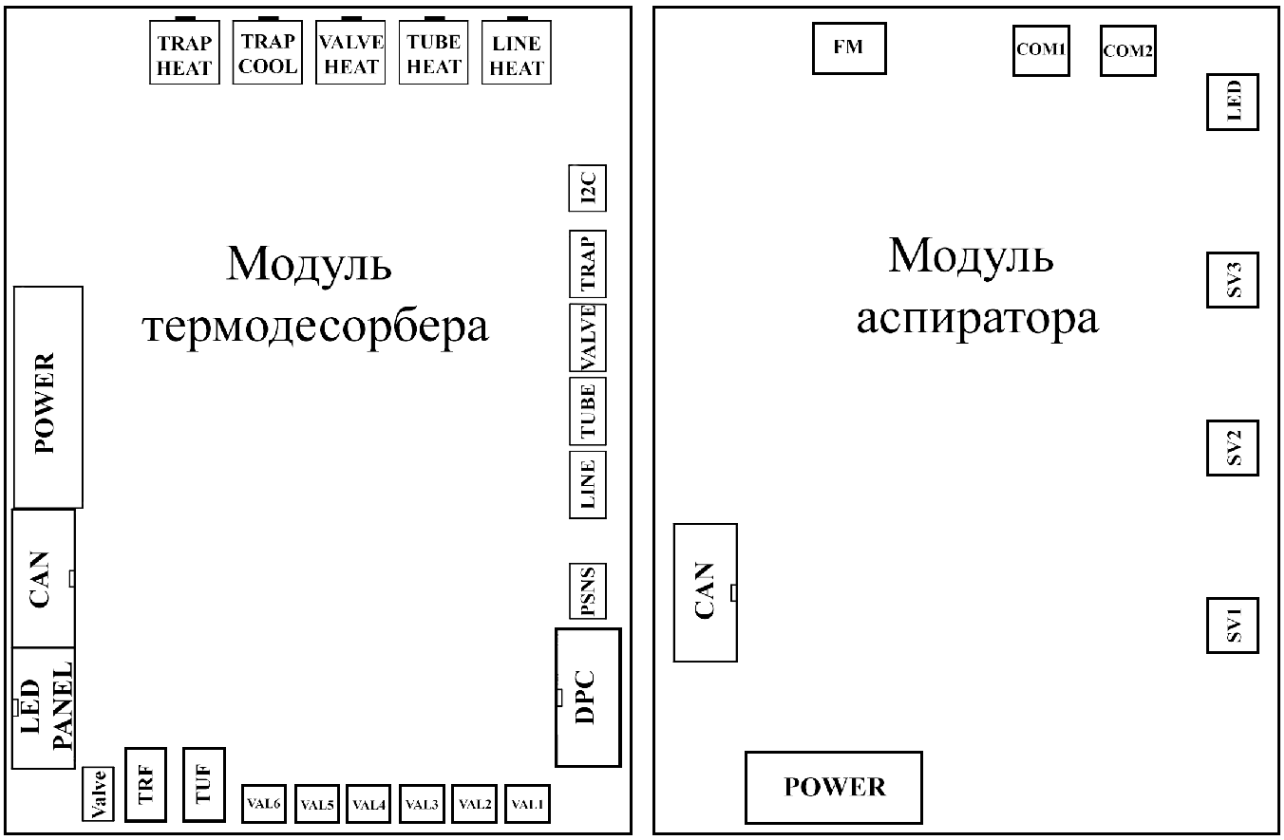


Рисунок 4.25 – Подключение вспомогательных модулей

Таблица 4.9–Описание разъемов модуля термодесорбера

Обозначение	**Расшифровка**
POWER	Подключение питания термодесорбера
CAN	Подключение процессорного модуля ПМ31
LED PANEL	Подключение световой индикации термодесорбера
Valve	Подключение крана RS232
TRF	Подключение вентилятора ловушки
TUF	Подключение вентилятора сорбционнай трубки
VAL1-VAL6	Подключение клапанов
DPC	Подключение газового регулятора
PSNS	Подключение аналогового датчика падения давления
LINE	Подключение датчика температуры термостата линии
TUBE	Подключение датчика температуры термостата сорбционной трубки/испарителя
VALVE	Подключение датчика температуры термостата крана
TRAP	Подключение датчика температуры термостата ловушки
I2C	Подключение цифрового датчика падения давления
LINE HEAT	Подключение нагревателя термостата линии

TUBE HEAT	Подключение нагревателя термостата трубки/ испарителя
VALVE HEAT	Подключение нагревателя термостата крана
TRAP COOL	Подключение охлаждения термостата ловушки
TRAP HEAT	Подключение нагревателя термостата ловушки

Таблица 4.10– Описание разъемов модуля аспиратора

Обозначение	**Расшифровка**
PWR	Подключение питания аспиратора
SV1-SV3	Подключение клапанов аспиратора
LED	Подключение светодиода индикации отбора
COM1-COM2	Подключение компрессоров
FM	Подключение измерителя расхода газа

4.8 Регуляторы расхода и давления газа

4.8.1 Типы регуляторов

Регуляторы расхода и давления газа предназначены для стабилизации расхода и давления газа–носителя, водорода и воздуха. Регуляторы расхода и давления разделяются на механические и электронные.

Таблица 4.11– Типы регуляторов расхода и давления

Тип и обозначение	**Режим работы**	**Входное давление**	**Диапазон регулирования (коэффициент преобразования)**	**Примечание**
Регулятор расхода РРГ-10-02 электронный 5.002.021	Расход	(360–700) кПа	От 5 до 500 мл/мин; (10 мВ/мл/мин)	Расход до 800 мл/мин на канале "Газ 6".
Регулятор расхода РРГ-10Д-02 электронный 5.002.021-05	Расход	(360–700) кПа	От 5 до 500 мл/мин; (10 мВ/мл/мин)	"Быстрый" регулятор. Расход до 800 мл/мин на канале "Газ 6".
Регулятор расхода и давления РРГ-11-02 электронный 5.002.021-02	Давление	(360–700) кПа	От 10 до 350 кПа (10 мВ/кПа)	

Регулятор давления РРГ-11-02Б электронный 5.002.021-04	Давление	(50–700) кПа	От 10 до 350 кПа (10 мВ/кПа)	Регулировка давления "до себя". С отдельным штуцером для датчика давления (обратная связь).
Регулятор расхода и давления РРГ–11А2-02 электронный 5.002.021-03	Давление	(360–700) кПа	От 10 до 350 кПа (10 мВ/кПа)	С отдельным штуцером для датчика давления (обратная связь).
Регулятор давления механический 5.157.004	Давление	(360–700) кПа	От 20 до 300 кПа	
Регулятор давления механический 5.157.004–01	Давление	(360–700) кПа	От 20 до 300 кПа	Комплектуется ручкой.

4.8.2 Регуляторы давления механические

Регулятор давления (РД) предназначен для стабилизации давления перед каким–либо пневматическим устройством, например, перед пневмосопротивлением, электронным регулятором расхода, фильтром и другими устройствами.

Газ с входа поступает через сопло в выходную полость, связанную через герметичную гибкую мембрану с пружиной.

Давление газа на выходе компенсирует силу сжатия пружины до тех пор, пока заслонка не перекроет сопло на входе.

На выходе установится давление газа, соответствующее силе сжатия пружины.

Пружина сжимается при помощи регулировочного винта.

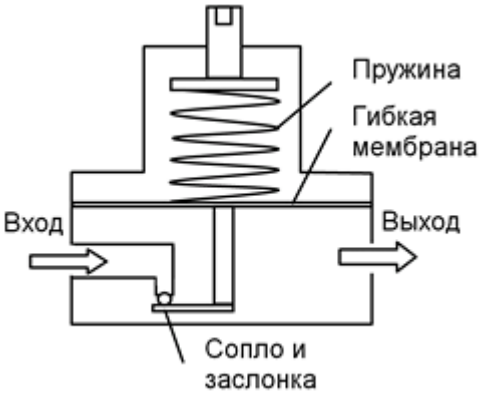


Рисунок 4.26 – Регулятор давления. Принцип действия



Рисунок 4.27 – Регулятор давления. Общий вид

С помощью механических регуляторов давления можно регулировать расход газа, если на выход РД подключить пневмосопротивление (ПС) в качестве нагрузки.

Для настройки получившейся пары РД-ПС можно воспользоваться датчиком расхода РРГ в качестве измерителя, задав регулятору режим, при котором его клапан максимально откроется (500 мл/мин для РРГ-10-02, РРГ-10Д-02 или 500 кПа для РРГ-11-02 и РРГ-11А2-02, 0 кПа для РРГ-11Б-02).

Таблица 4.12– Пневмосопротивления

Тип и обозначение	**Расход, мл/мин (азота при 20 °С)**	**Давление, кПа (азота)**	**Примечание**
5.150.010	20	100	Поддув в детектор
5.150.010-01	200	100	
5.150.010-02	20	400	Обдув оболочки крана
5.150.010-03	400	100	
5.150.010-04	20	200	
5.150.010-05	100	100	Подача Водорода в ПФД
5.150.010-05	500	100	Подача Воздуха в ПИД

Данные по расходам газов приведены для температуры 20 °С.

Температурная зависимость в диапазоне указанных на графике значений равна 0,25 % от значения расхода на 1 °С.

(или температурная зависимость для расхода 20 мл/мин азота, воздуха, гелия равна 0,05 мл/мин на 1 °С; для расхода водорода 20 мл/мин равна 0,1 мл/мин на 1 °С).

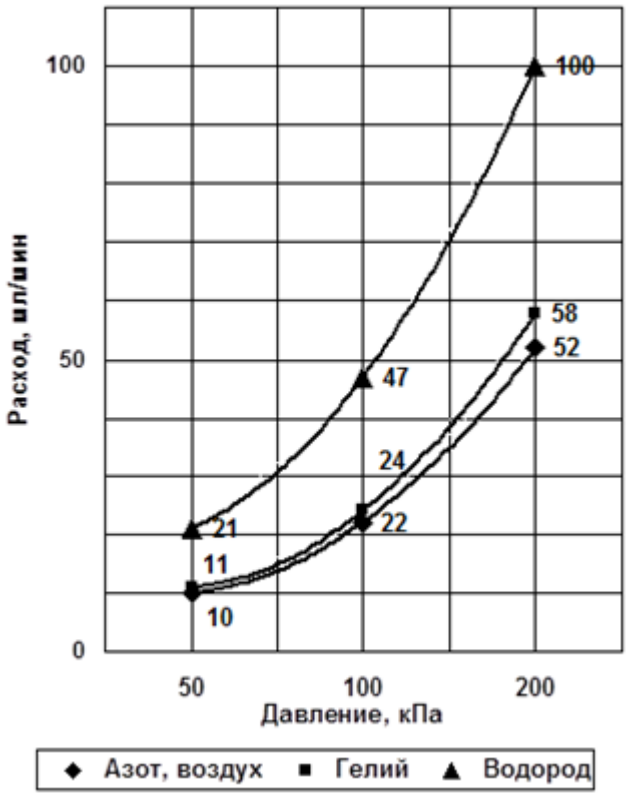
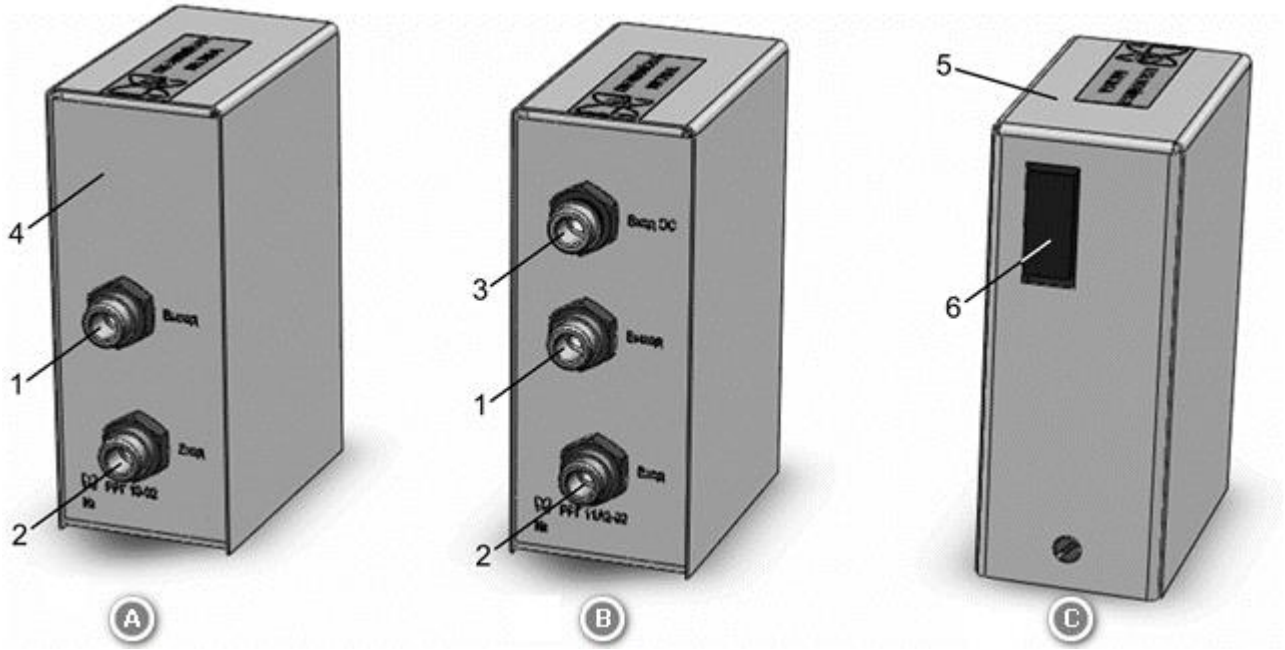


Рисунок 4.28 – Зависимость расхода газа от давления для пневмосопротивления 5.150.010

4.8.3 Регуляторы расхода газа и давления электронные

Электронные регуляторы расхода газа (РРГ) РРГ-10-02 (5.002.021), РРГ-10Д-02 (5.002.021-05); давления газа РРГ-11-02 (5.002.021-02), РРГ-11А2-02 (5.002.021-03), давления газа "до себя" РРГ-11Б-02 (5.002.021-04) предназначены для автоматического регулирования газовых потоков.



A – РРГ-10-02, РРГ-10Д-02, РРГ11-02;

B – РРГ-11А2-02, РРГ-11Б-02;

C – расположение разъёма.

1 – выходной штуцер, 2 – входной штуцер, 3 – дополнительный входной штуцер датчика давления (обратная связь), 4 – корпус, 5 – кожух, 6 – разъём.

Рисунок 4.29 – Регуляторы расхода газа

Штуцеры регуляторов рассчитаны на подключение трубопроводов внешним диаметром 1,6 мм, имеют присоединительную внутреннюю резьбу М6х0,75. Для подключения трубопроводов используются муфты

8.658.052 (резина) или 8.658.039 (латунь) и гайки 8.930.161 (М6х0,75).

Регулятор РРГ-10-02

Регулятор предназначен для поддержания заданного расхода газа. Он содержит электромагнитный пропорциональный клапан, преобразователь расхода газа в напряжение и схему управления. Измеренная преобразователем величина текущего расхода газа сравнивается схемой управления с заданной, и вырабатывается корректирующее воздействие, которое подается на клапан, закрывая или приоткрывая его.

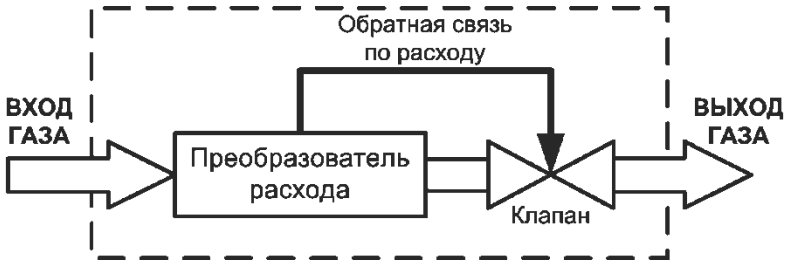


Рисунок 4.30 – Структурная схема регуляторов расхода газа РРГ-10-02, РРГ-10Д-02.

Электромагнитный клапан работает в диапазоне напряжений от 0 до 10 В: наименьшее значение соответствует закрытому положению клапана, наибольшее – максимально открытому. Работа клапана наиболее устойчива при напряжениях от 1,5 до 6,0 В.

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

Регулятор РРГ-10Д-02

Предназначение, структура и принцип работы РРГ-10Д-02 аналогичны регулятору РРГ-10-02. Основное отличие регулятора РРГ-10Д-02 – быстродействующий преобразователь расхода, за счет которого время выхода на режим удалось сократить до нескольких секунд.

Регулятор РРГ-11-02

Регулятор предназначен для поддержания заданного давления газа. Он содержит электромагнитный пропорциональный клапан, преобразователь расхода газа в напряжение, схему управления и датчик давления, который контролирует давление газа в выходном штуцере 1 регулятора.

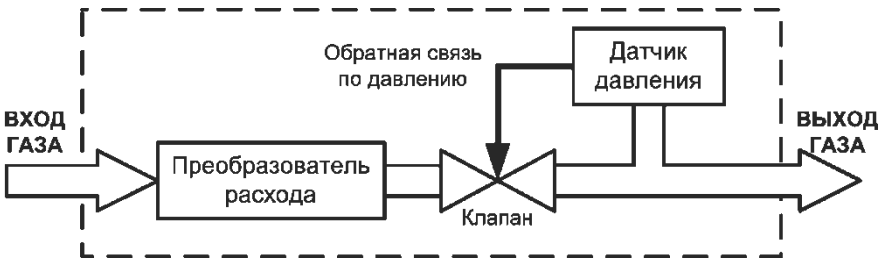


Рисунок 4.31 – Структурная схема регулятора расхода газа РРГ-11-02.

РРГ-11-02 может работать как в режиме поддержания давления газа, так и в режиме поддержания скорости, потока газа (расхода газа через капиллярную колонку).

В режиме поддержания давления РРГ-11-02 устанавливает на своем выходе заданное давление газа и измеряет его расход.

В режиме поддержания скорости или потока газа РРГ-11-02 устанавливает на своем выходе такое давление газа, чтобы скорость или поток газа через капиллярную колонку соответствовали заданным. Величина устанавливаемого давления рассчитывается специальной программой (газовым калькулятором), учитывающей параметры колонки, её температуру и давление на выходе.

Регулятор РРГ-11А2-02

Регулятор РРГ-11А2-02 в отличие от РРГ-11-02 имеет дополнительный датчик давления с отдельным входным штуцером 3, вынесенным на корпус РРГ. Данный регулятор может контролировать давление в любой точке газовой схемы хроматографа (при подключении этой точки к штуцеру 3).

По всем параметрам и режимам работы РРГ-11А2-02 аналогичен РРГ-11-02.

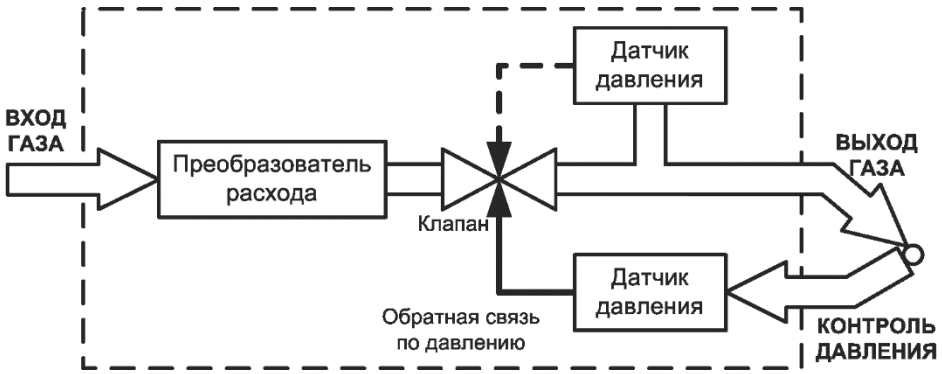


Рисунок 4.32 – Структурная схема регулятора расхода газа РРГ-11А2-02.

Регулятор РРГ-11Б-02

В регуляторе РРГ-11Б-02, как и в РРГ-11А2-02, датчик давления имеет собственный входной штуцер 3, вынесенный на корпус РРГ, и может контролировать давление в заданной точке газовой схемы хроматографа. Отличие заключается в том, что РРГ-11Б-02 регулирует давление газа до входного штуцера ("до себя", сбрасывая излишки давления через свой клапан).

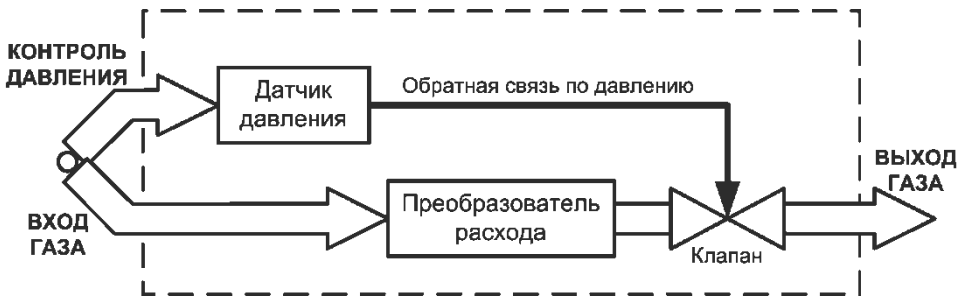


Рисунок 4.33 – Структурная схема регулятора расхода газа РРГ-11Б-02

Исполнения РРГ-11 настраиваются в диалоге **Конфигурация** программы **Панель управления** (см. руководство пользователя ПО "Хроматэк Аналитик").

4.9 Фильтры

Фильтры классифицируются по назначению:

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

Ниже приведены описания некоторых из применяемых в хроматографе фильтров.

4.9.1 Фильтр 5.886.001

Фильтр 5.886.001 заполненный молекулярными ситами (5.886.001, для улавливания влаги, углекислого газа и углеводородов) или активированным углем (5.886.001-01, для улавливания углеводородов). Рабочее положение фильтра вертикальное или под небольшим (до 10°) наклоном. Это необходимо для того, чтобы исключить протекание газа-носителя через полость фильтра минуя адсорбент. На выходе фильтра установлена пористая (5 мкм) нержавеющая сталь.



Рисунок 4.34 – Фильтр 5.886.001. Общий вид

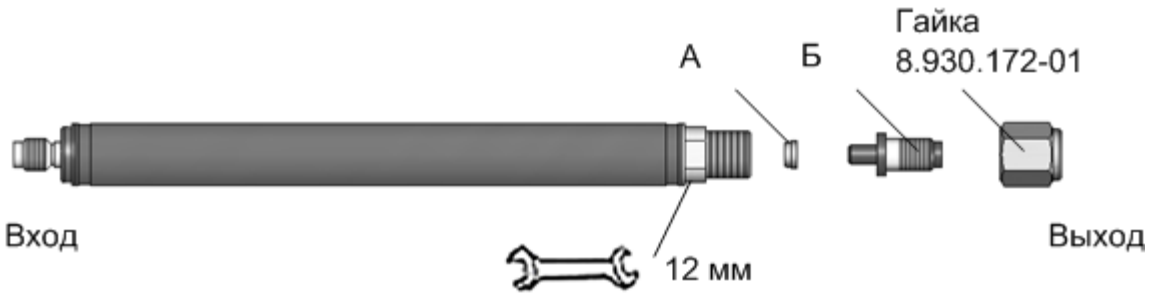
Фильтр 5.886.001 устанавливается в газовые линии на входе в хроматограф с помощью трубки 3мм (или 1/8”).



Рисунок 4.35 – Фильтр 5.886.001. Подключение к хроматографу

4.9.2 Фильтр 5.884.048

Фильтр 5.884.048 устанавливается в линию сброса пробы после испарителя капиллярного перед регулятором расхода. Предназначен для улавливания паров растворителя. Рабочее положение фильтра вертикальное.



Исполнение	**Обозначение на рисунке**	
	А	Б
Основное	Муфта 8.658.019	Штуцер 6.454.111
-01	Муфта 8.658.019	Штуцер 6.454.111-01
-02	Втулка 8.220.380	Штуцер 6.454.111
-03	Втулка 8.220.380	Штуцер 6.454.111-01

Рисунок 4.36 – Фильтр 5.884.048

4.9.3 Фильтр 5.884.064

Фильтр 5.884.064 устанавливается в линию газа-носителя или водорода на выходной штуцер регулятора расхода с помощью трубки 1,6мм.

Фильтр предназначен для дополнительной адсорбционной фильтрации газа-носителя или водорода. Установка фильтра рекомендуется при проведении анализов при программировании температуры колонки с полярными фазами.

Направление потока газа показано стрелкой. Сорбент в фильтре не заменяемый.

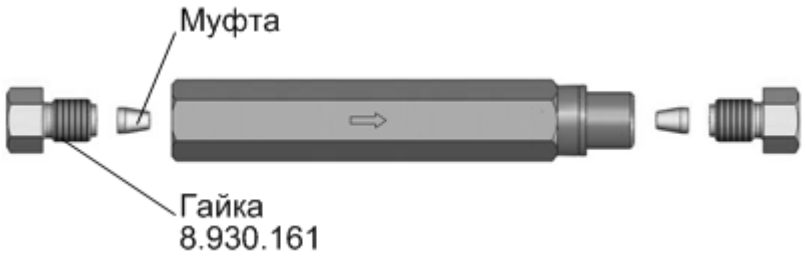


Рисунок 4.37 – Фильтры 5.884.064

4.9.4 Фильтр 5.884.065

Фильтр 5.884.065 устанавливается в линию газа после РРГ при создании потока в ячейку сравнения детектора ДТП, в линию поддува в детектор ДТХ. Фильтр на входе имеет фритту для выравнивания флуктуаций потока газа-носителя.

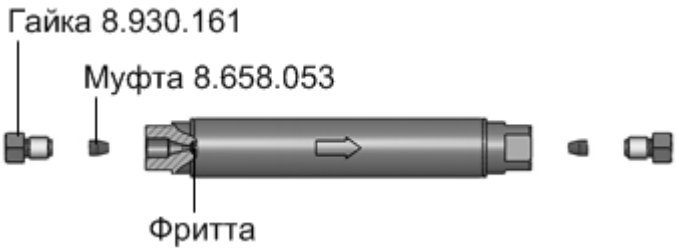


Рисунок 4.38 – Фильтр 5.884.065

4.9.5 Испарители

4.9.6 Типы испарителей

Типы испарителей и область их применения в зависимости от хроматографической колонки и режима работы.

Таблица 4.13– Типы испарителей и их применение

Тип испарителя	**Тип колонки**	**Режим**	**Применение**
Испаритель 7.2	Насадочная		Ввод в колонку всего объема пробы
	Капиллярная	С делением	Деление потока уменьшает объем пробы, вводимой в капиллярную колонку, для исключения ее перегрузки. Лучше всего подходит для качественного анализа образцов, содержащих термостабильные компоненты с концентрацией больше 50 ppm.
		Без деления	Большая часть пробы вводится в колонку при закрытом сбросе, после этого сброс открывается и лайнер продувается. Этот режим используется при концентрации компонентов пробы меньше 50 ppm.

4.9.7 Ввод проб микрошприцами с иглами различной толщины

Для всех типов испарителей существует два исполнения направляющей иглы на гайке мембраны для ввода проб микрошприцами с иглами различной толщины. При переходе с микрошприцов одного типа на другой следует заменить направляющую иглы.

Для замены направляющей необходимо выполнить следующие действия:

- отвернуть гайку мембраны;
- снять стопорную шайбу;
- заменить направляющую иглы;
- установить на место стопорную шайбу и завернуть гайку мембраны.

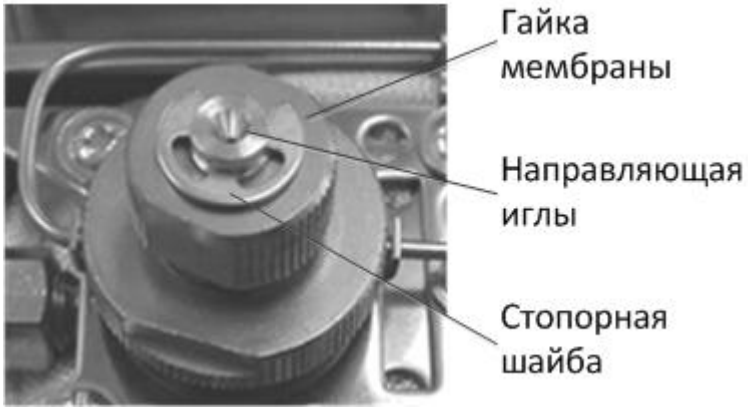


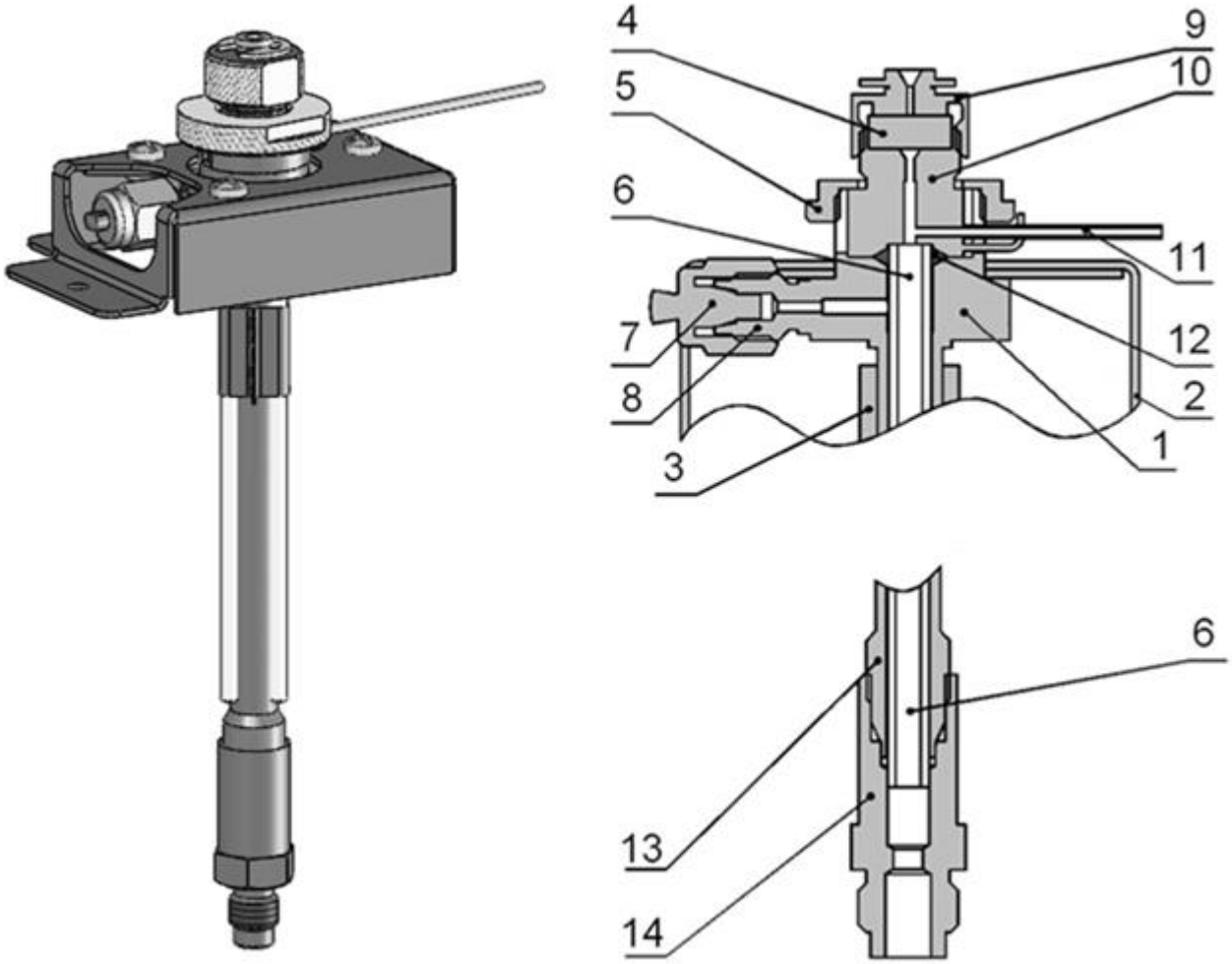
Рисунок 4.39 – Направляющая иглы на гайке мембраны

Таблица 4.14– Исполнения направляющей иглы

Типы микрошприцов	**Назначение микрошприцов**	**Диаметр иглы, мм**	**Исполнение направляющей иглы**	
			Децимальный номер	**Диаметр отверстия, мм**
Hamilton 701N, SGE-Chromatec Цвет МШ–10	Ввод жидких проб вручную	0,47	214.8.220.184	0,7
Hamilton 1000	Ввод газовых проб	0,72	214.8.220.184–01	1,1

4.9.8 Испаритель 7.2 насадочный

Конструкция



1 – корпус, 2 – кожух, 3 – нагреватель, 4 – мембрана, 5 – гайка адаптера (214.8.930.222), 6 – лайнер (214.7.352.054-01), 7 – заглушка (214.6.433.021), 8 – сбросной штуцер корпуса, 9 – гайка мембраны (214.6.482.013), 10 – адаптер (214.5.889.022), 11 – трубопровод газа-носителя, 12 – уплотнение лайнера (214.8.683.032), 13 – нижний штуцер корпуса испарителя, 14 – штуцер насадочной колонки (214.8.652.641).

Рисунок 4.40 – Конструкция испарителя 7.2 насадочного

Испаритель содержит корпус 1, на котором устанавливается нагреватель 3. Корпус 1 с нагревателем 3 крепится на платформе хроматографа посредством кожуха 2.

Корпус 1 имеет штуцер 8, предназначенный для подключения трубопровода сброса пробы при использовании насадочного испарителя в качестве капиллярного. Штуцер 8 заглушается заглушкой 7.

Лайнер 6, устанавливаемый внутри корпуса 1, представляет собой стеклянную трубку длиной 120 мм, внутри которой происходит испарение введенной пробы.

На корпусе 1 устанавливается адаптер 10, закрепляемый гайкой 5. Ввод пробы в испаритель осуществляется с помощью микрошприца через мембрану 4, устанавливаемую на адаптере 10. Для герметизации мембрана 4 прижимается гайкой 9.

Установка лайнера в испаритель насадочный

Перед установкой лайнера в испаритель, на лайнер 6 надевают резиновое кольцо 12 на расстоянии (4–5) мм от верхнего торца.

Лайнер устанавливается в корпус 1 испарителя и прижимается сверху адаптером 10. Адаптер удерживается навинчиваемой на испаритель гайкой 5.

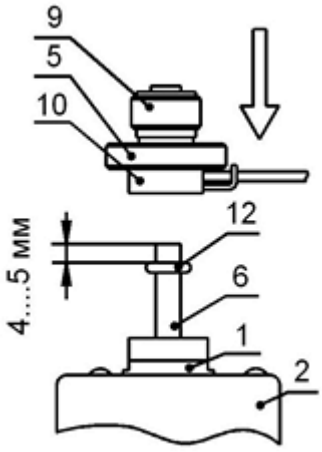


Рисунок 4.41 – Установка лайнера

4.9.9 Испаритель 7.2 капиллярный

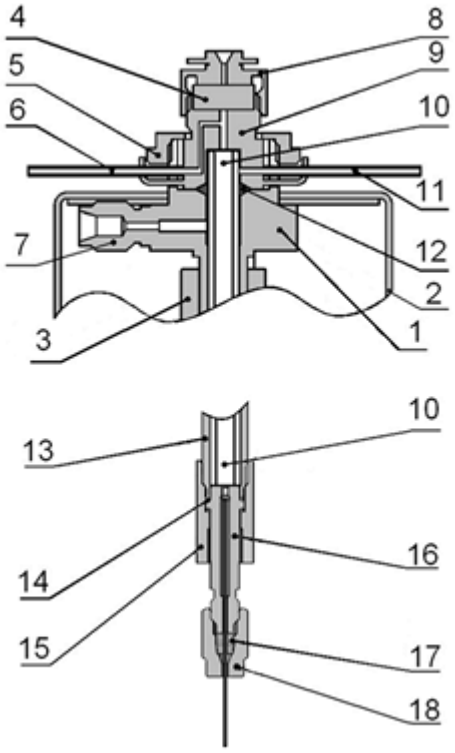
Конструкция

Испаритель содержит корпус 1, нагреватель 3, которые закрыты кожухом 2.

Корпус 1 имеет штуцер 7 для подключения трубопровода сброса пробы, и нижний штуцер 14 с упором 16 для подсоединения колонки. В корпус 1 вставляется лайнер 10. Лайнер уплотняется кольцом 12.

На корпус 1 устанавливается адаптер 9, закрепляемый гайкой 5. Ввод пробы в испаритель осуществляется с помощью микрошприца через мембрану 4. Мембрана 4 фиксируется гайкой 8.

Адаптер 9 имеет два симметрично расположенных трубопровода: газа-носителя (11) и сброса с мембраны (6). Отличие между ними – трубопровод сброса с мембраны (6) короче трубопровода газа-носителя (11). К трубопроводу 11 для подачи газа-носителя в испаритель подключается электронный регулятор газа. К трубопроводу 6 подключается формирователь потока обдува мембраны, в качестве которого может быть пневмосопротивление 5.150.017, или регулятор давления 5.157.012.



1 – корпус, 2 – кожух, 3 – нагреватель, 4 – мембрана, 5 – гайка адаптера (214.8.930.222), 6 – трубопровод сброса с мембраны, 7 – штуцер сброса пробы, 8 – гайка мембраны (214.6.482.013), 9 – адаптер (214.5.889.021-01), 10 – лайнер, 11 – трубопровод газа-носителя, 12 – кольцевое уплотнение лайнера (резиновое кольцо 214.8.683.032 или графитовое уплотнение Restek №20243), 13 – нижний штуцер корпуса испарителя, 14 – шайба (8.940.008), 15 – штуцер капиллярной колонки, 16 – упор (6.278.006 для лайнера 99мм или 8.278.006-01 для лайнера 113мм), 17 – феррула, 18 – гайка капиллярной колонки (8.930.339).

Рисунок 4.42 – Конструкция испарителя 7.2 капиллярного.

На время транспортировки хроматографа, трубопровод сброса с мембраны (6) закрепляется при помощи хомута на кожухе (2). После установки хроматографа на месте, необходимо освободить трубопровод (6), выкрутив винт хомута. В противном случае, снятие адаптера (9) с испарителя будет невозможно. При необходимости повторной транспортировки хроматографа, трубопровод снова следует закрепить.

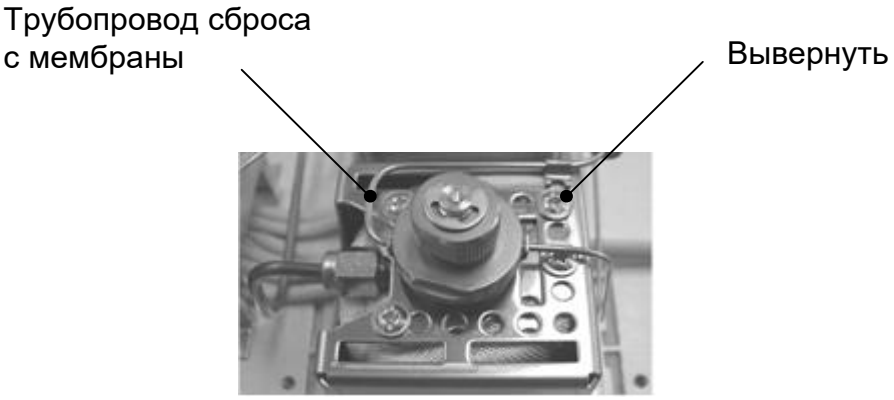


Рисунок 4.43 – Освобождение трубопровода от транспортной фиксации



Не прикасайтесь к верхней части испарителя (гайки 5, 8, адаптер 9) когда он нагрет. Это может привести к ожогам. Техническое обслуживание испарителя проводите после его охлаждения до температуры ниже 50 °С.

Установка лайнера в испаритель капиллярный

Порядок действий при установке лайнера:

- Перед установкой в испаритель на лайнер 10 надеть резиновое кольцо 12 (214.8.683.032) на (1–2) мм ниже верхнего торца лайнера.
- Лайнер вставить в корпус 1 испарителя.
- На испаритель установить адаптер 9 и гайку 5, прижимающую адаптер к корпусу. При навинчивании гайки адаптер проталкивает резиновое кольцо вниз; при этом лайнер остается прижатым к упору 16.

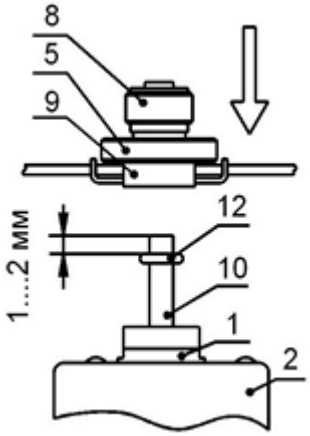


Рисунок 4.44 – Установка лайнера

Рекомендации по использованию мембраны

Мембрана испарителя представляет собой резиновый диск диаметром 10 или 11 мм, толщиной 3 или 4 мм. В случае замены стандартных мембран, поставляемых СКБ "Хроматэк" на иные, предпочтительно использовать мембраны из мягкой и эластичной резины, имеющей низкое газовыделение.

Мембрана уплотняется при затягивании прижимающей ей гайки. Начальное уплотнение мембраны обеспечивается при навинчивании гайки на (120-180)° после соприкосновения гайки и мембраны, то есть после начала ощутимого сопротивления завинчиванию гайки.

Герметичность уплотнения мембраной в процессе работы достигается периодическим (через каждые 100 вколов) подкручиванием гайки на угол приблизительно 30°; при этом максимальный угол завинчивания гайки не превышает 360° (приблизительно 0,5 оборота после начала уплотнения). Таким образом, мембрана обеспечивает герметичность уплотнения при шестистах и более проколах иглой шприца.

При использовании мембраны диаметром 11 мм вместо мембраны диаметром 10 мм периодичность подкручивания гайки может быть увеличена до 150 вколов, что позволит увеличить общее количество проколов иглой шприца без потери герметичности испарителя.

Следует иметь в виду, что герметичность уплотнения мембраной, достигнутая на горячем испарителе (при температуре 150 °С и выше) вследствие специфических свойств резины может исчезнуть при его охлаждении. Это может привести к существенным потерям газа-носителя.

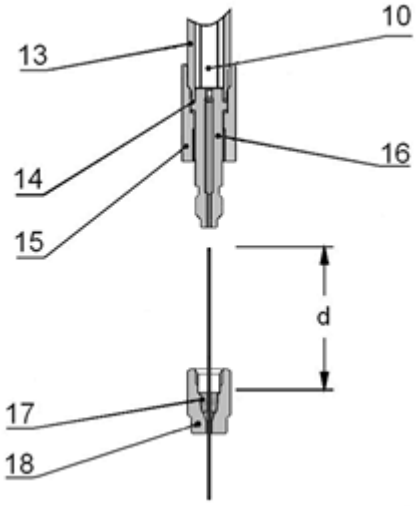
После снижения температуры испарителя, во избежание утечек газа-носителя через мембрану, необходимо проверить герметичность уплотнения, и при необходимости, подтянуть гайку мембраны.

Установка капиллярной колонки в испаритель

Капиллярная колонка уплотняется в упоре 16 испарителя с помощью феррулы 17 и гайки 18.

При работе в режиме без деления потока с применением лайнера длиной 99 мм кат. №20860 (Restek) расстояние d должно составлять 43±1мм.

При работе в режиме с делением потока с применением лайнеров длиной 113 мм расстояние d должно составлять 32±1мм мм.



10 – лайнер, 13 – нижний штуцер корпуса испарителя, 14 – шайба (8.940.008), 15 – штуцер капиллярной колонки, 16 – упор (6.278.006 для лайнера 99мм или 8.278.006-01 для лайнера 113мм), 17 – феррула, 18 – гайка капиллярной колонки (8.930.339).

Рисунок 4.45 – Установка капиллярной колонки

Порядок установки колонки в испаритель:

Надеть гайку 18 и феррулу 17 (конусом вниз) на конец колонки, устанавливаемой в испаритель;

Отрезать конец колонки (5–20мм). Это позволит избежать попадания частиц феррулы в колонку. Срез должен быть ровным, без сколов и трещин;

Срезанный конец колонки протереть кусочком безворсовой ткани, смоченной в этаноле, для удаления пыли и других загрязнений;

Расположить гайку 18 и феррулу 17 на требуемом расстоянии (d) от конца колонки. Для удобства рекомендуется использовать шаблон 6.236.249 из комплекта ЗИП. Установить колонку в шаблон, выровнять кончик колонки по маркировке (1) для лайнера длиной 113 мм или (2) для лайнера 99 мм, закрутить гайку ключом на 60-90 градусов, обжимая феррулу, в штуцере шаблона таким образом, чтобы колонка была плотно зафиксирована феррулой. Затем ослабить гайку.

Вставить колонку в испаритель, закрутить гайку усилием "от руки".

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

Работа капиллярного испарителя с насадочной колонкой

Подготовка к подключению насадочной колонки:

- снять с испарителя штуцер и уплотнения, расположенные в термостате колонок. Вместо них установить на испаритель штуцер из комплекта ЗИП испарителя, предназначенный для подключения насадочной колонки;
- штуцер сброса пробы испарителя заглушить с помощью заглушки 214.6.433.021 из комплекта ЗИП испарителя;
- трубопровод сброса с мембраны заглушить;
- сменить лайнер, если это необходимо;
- изменить газовую схему, если это необходимо.

4.10 Детекторы

4.10.1 Детектор по теплопроводности

Принцип действия ДТП

Принцип действия ДТП основан на регистрации изменений температуры нагретых чувствительных элементов, в зависимости от теплопроводности окружающего газа, которая зависит от состава газа.

ДТП с помощью чувствительных элементов измеряет различие в теплопроводности чистого газа-носителя и смеси газа-носителя с веществом, выходящим из хроматографической колонки.

Чувствительные элементы детектора включены в измерительный мост, сигнал с которого оцифровывается и записывается в виде хроматограммы.

ДТП обладает чувствительностью ко всем соединениям, теплопроводность которых отличается от теплопроводности газа-носителя. Наибольшая чувствительность может быть получена в случае, когда теплопроводность анализируемого вещества сильно отличается от теплопроводности газа-носителя.

Конструкция ДТП

ДТП представляет собой металлический блок с двумя цилиндрическими камерами. Камеры детектора через входной и выходной канал продуваются газом-носителем.

Ячейка детектора состоит из чувствительного элемента, помещенного в камеру детектора.

Одна ячейка детектора рабочая, через нее продувается газ-носитель с пробой. Вторая ячейка детектора сравнительная, через нее продувается только газ-носитель.

Конструктивно обе ячейки детектора одинаковые, поэтому в качестве рабочей и сравнительной ячейки может выступать любая из них.

Корпус ДТП заключается в термостатируемый кожух для обеспечения температурной стабильности и лучших характеристик детектора.

Максимальная рабочая температура 200 °С.

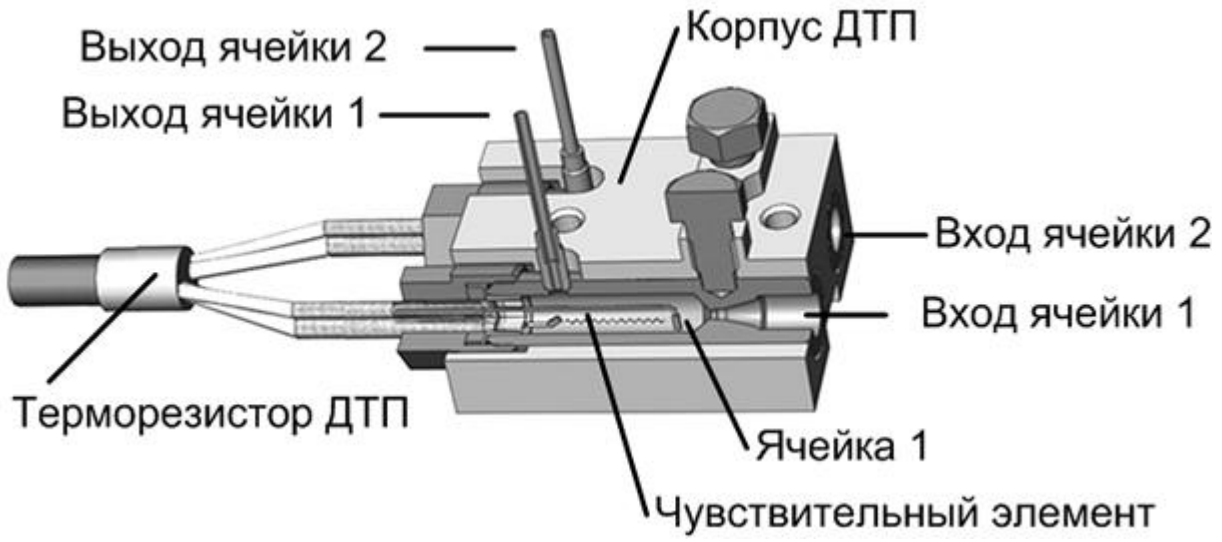


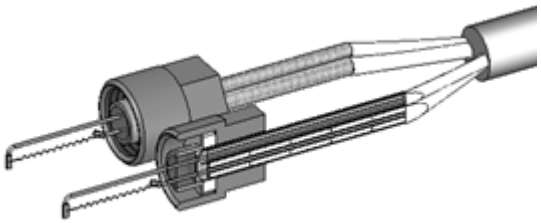
Рисунок 4.46 – Детектор ДТП

Типы терморезисторов ДТП

Терморезистор 5.863.149

Сопротивление терморезистора при температуре 20 °С – 60 Ом.

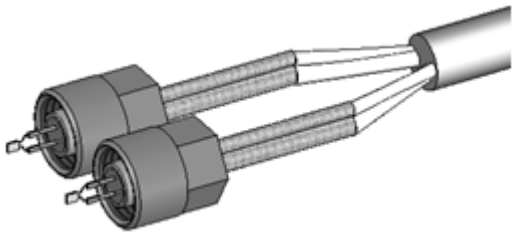
Терморезистор имеет удовлетворительную чувствительность и стойкость к окислению.



Терморезистор 5.863.149-01 (КС)

Сопротивление терморезистора при температуре 20 °С – 108 Ом.

Терморезистор имеет удовлетворительную чувствительность и отличную стойкость к окислению.



Терморезистор 5.863.149-02

Сопротивление терморезистора при температуре 20 °С – 19 Ом.

Терморезистор имеет хорошую чувствительность и удовлетворительную стойкость к окислению.

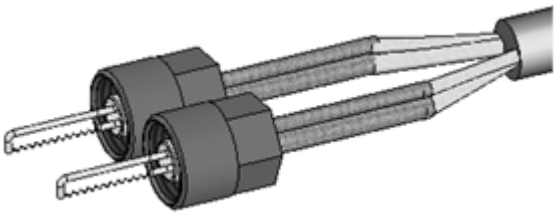


Рисунок 4.47 – Типы терморезисторов

Варианты схем газового питания ДТП

Расход газа-носителя через сравнительную ячейку необходимо задавать равным расходу газа-носителя через рабочую ячейку.

Подключение сравнительной ячейки к регулятору расхода РРГ-10.

Подключение сравнительной ячейки к регулятору давления РД через пневмосопротивление ПС 5.150.010.

На входе пневмосопротивления регулятором РД устанавливается давление газа-носителя, обеспечивающее необходимый расход через пневмосопротивление и сравнительную ячейку.

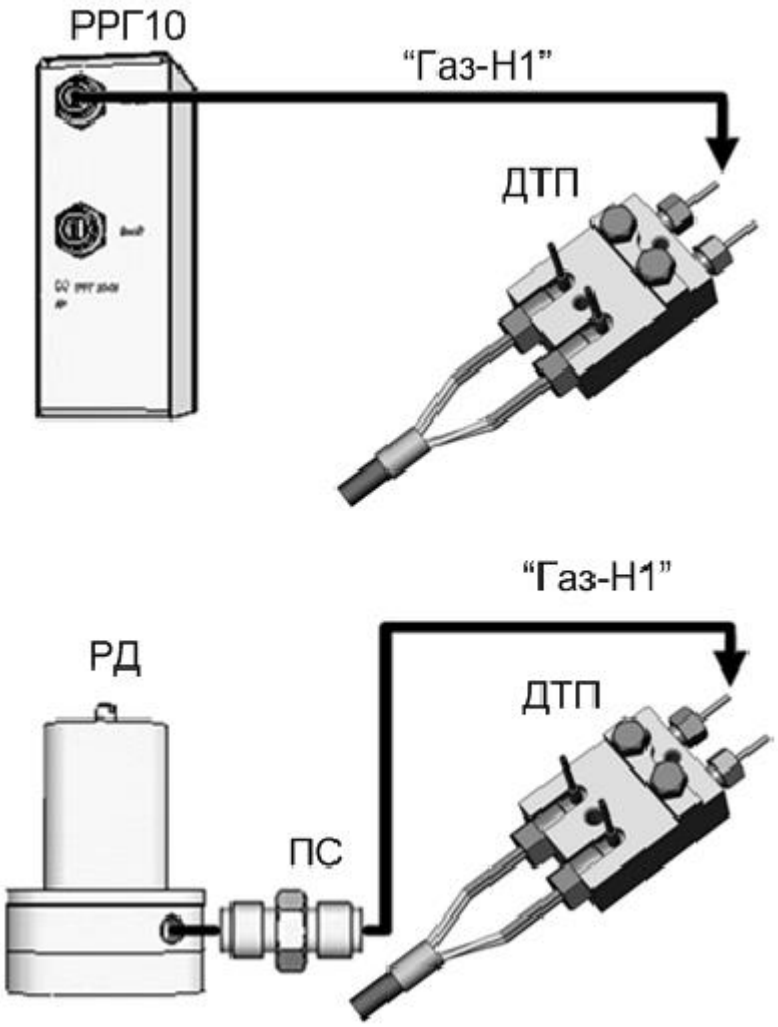


Рисунок 4.48 – Питание сравнительной ячейки с помощью РРГ-10 и РД.

Подключение рабочей ячейки ДТП к насадочной колонке.

Вход насадочной колонки (КН) может подключаться к испарителю (ИН) или крану-дозатору (КД).

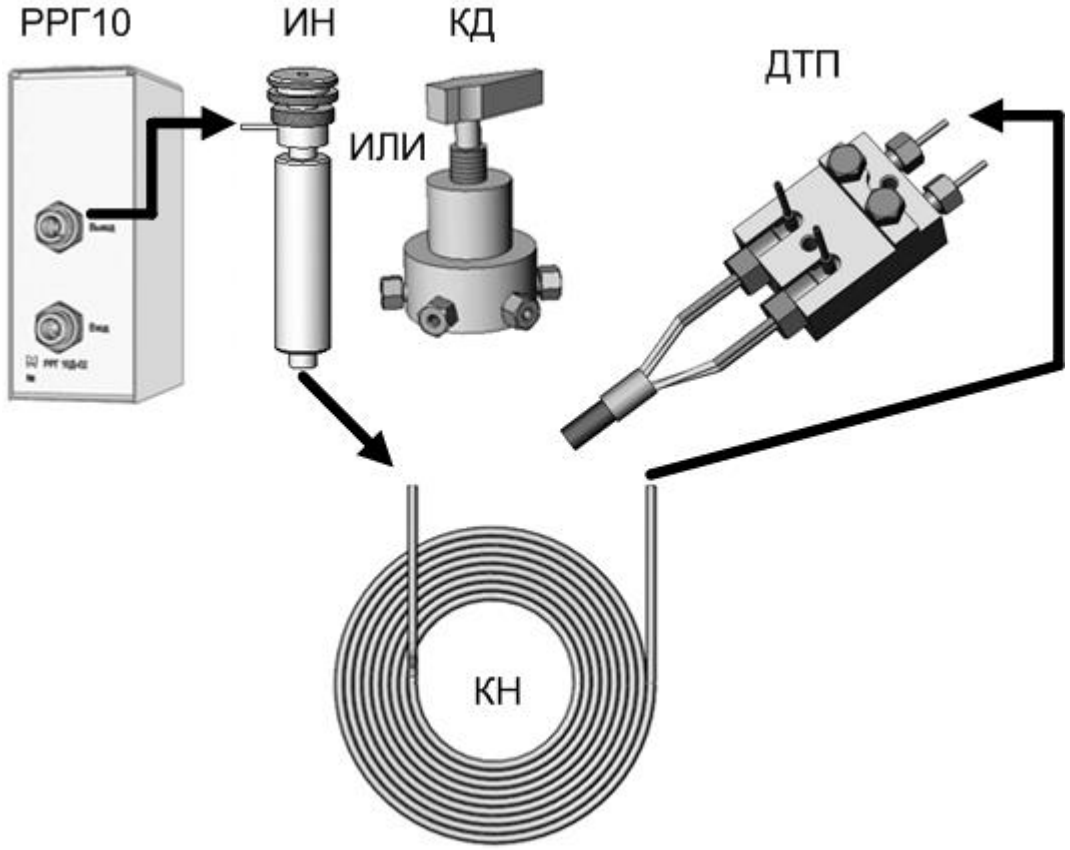


Рисунок 4.49 – Схема газового подключения рабочей ячейки к насадочной колонке

Подключение сравнительной и рабочей ячейки детектора ДТП в конкретной газовой схеме производится, исходя из оптимальности аппаратных затрат и точности анализа компонентов пробы.

Особенности применения ДТП

Детектор по теплопроводности является концентрационным детектором. Отклик детектора на вещество зависит от его концентрации в детекторе. На рисунке показана примерная зависимость высоты пика от расхода газа-носителя через измерительную камеру детектора для колонки внутренним диаметром 2 мм (для легких углеводородов).

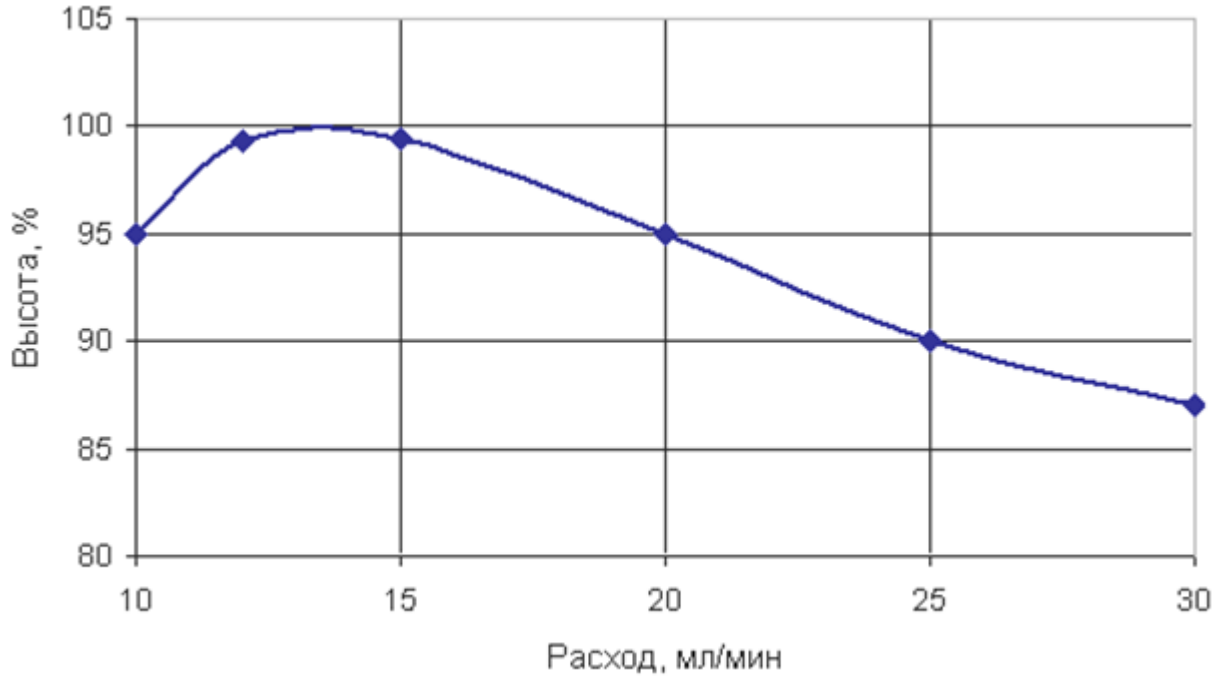


Рисунок 4.50 – Зависимость высоты пика от расхода газа-носителя

Наилучшая чувствительность детектора по теплопроводности достигается применением газа-носителя, максимально отличающегося по теплопроводности от анализируемых компонентов. Обычно таким газом является гелий или водород.

При анализе водорода на газе–носителе гелии возможна регистрация пиков:

- отрицательных, при больших концентрациях водорода;
- положительных, при малых концентрациях водорода;
- положительных с инверсной вершиной, при средних концентрациях водорода.

При положительных пиках для водорода на газе–носителе гелии относительный коэффициент чувствительности детектора может на порядок отличаться от коэффициента чувствительности остальных компонентов.

Для количественного определения водорода на детекторе рекомендуется применять газ-носитель аргон или азот.

4.10.2 Детектор термохимический

Принцип действия ДТХ

Детектор термохимический предназначен для детектирования горючих газов и кислорода, в частности водорода в гелии и кислорода в аргоне.

Принцип действия ДТХ основан на измерении теплового эффекта каталитического сжигания пробы на поверхности платиновой нити.

ДТХ состоит из одного каталитического и одного компенсационного датчика соединенных в мостовую измерительную схему. Датчик представляет собой спираль из платиновой проволоки, запрессованной в шарик из керамики диаметром около 1 мм. Компенсационный датчик покрытия на шарике не имеет (цвет элемента белый). Шарик каталитического датчика покрывается Pt–Pd–катализатором с рабочей температурой реакции (400–500) °С (цвет элемента черный).

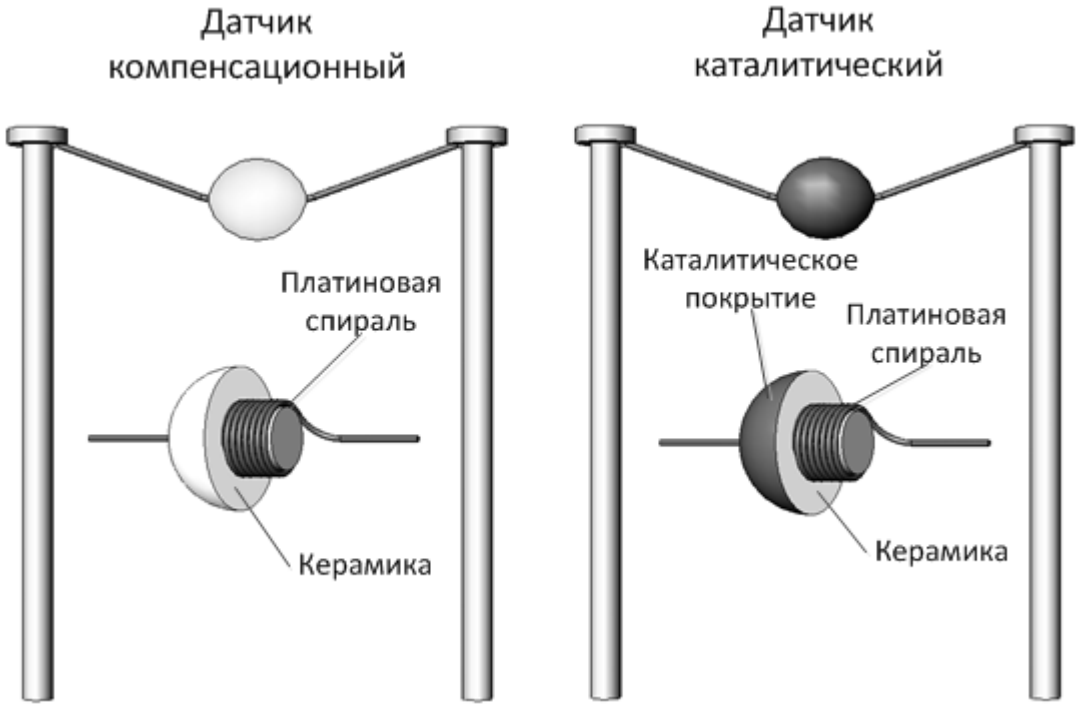


Рисунок 4.51 – Датчики детектора ДТХ

При прохождении пробы происходит ее сгорание на каталитических датчиках, выделяющаяся при этом теплота повышает температуру спирали, следовательно, ее сопротивление. Изменение сопротивления спирали, пропорциональное концентрации анализируемого вещества, фиксируется с помощью мостовой схемы.

Для того, чтобы, начался процесс горения пробы на поверхности катализатора, при определении горючих газов (водород, метан, пропан и т.д.), при использовании в качестве газа носителя гелия, или азота в газ носитель, после выхода с колонки, необходимо добавлять (поддувать) окислитель (воздух или кислород). При анализе кислорода, в детектор обычно поддувают горючий газ, например, водород.

Электрическое питание измерительного моста импульсное, что позволяет уменьшать внешние электрические наводки на мост и кабель. Усилитель в программном режиме позволяет уменьшать ток моста от 100% до 80%.

Конструкция ДТХ 214.5.184.023-01.00

Максимальная рабочая температура 200 °С.

Каталитический и компенсационный датчик смонтирован в терморезистор 214. 5.863.173, который помещаются камеру 214.5.887.032 с входным и выходным трубопроводом. Камера 214.5.887.032. устанавливается в алюминиевый корпус, который состоит из 2 половинок, соединенных винтами.

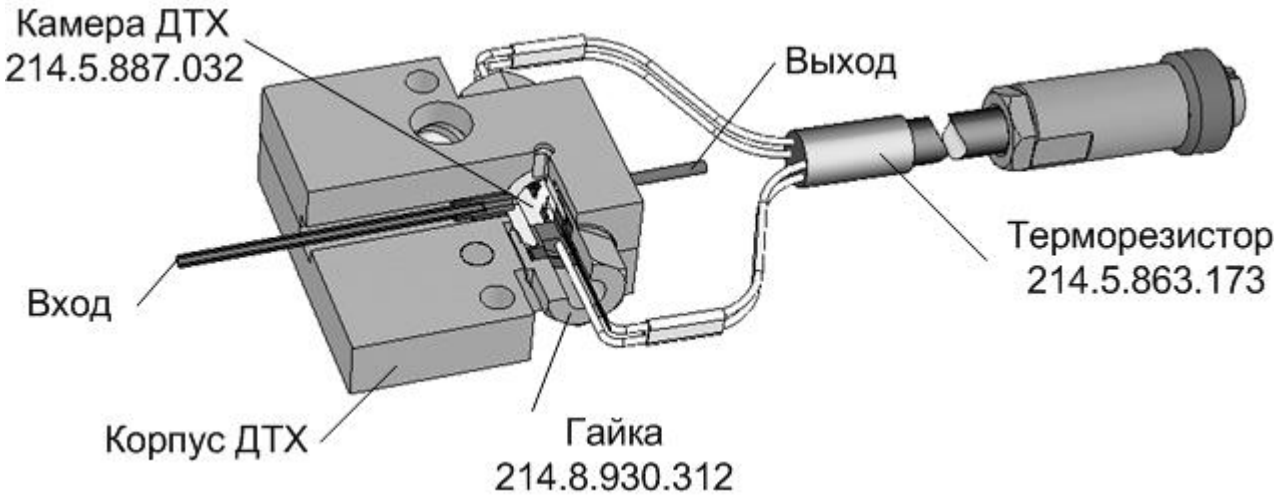


Рисунок 4.52 – Конструкция детектора ДТХ 214.5.184.023-01.00 в разрезе

На одной нагревательной платформе могут быть установлено от одного до трех детекторов ДТХ. Детекторы ДТХ на нагревательную панель могут устанавливаться совместно с детекторами ДТП.

Конструкция ДТХ 214.5.184.023-02.00

Максимальная рабочая температура 80 °С.

Каталитический и компенсационный датчик смонтирован в терморезистор детектора, который помещается в камеру детектора и крепится 4 винтами. Герметизация терморезистора производится с помощью резинового уплотнительного кольца.

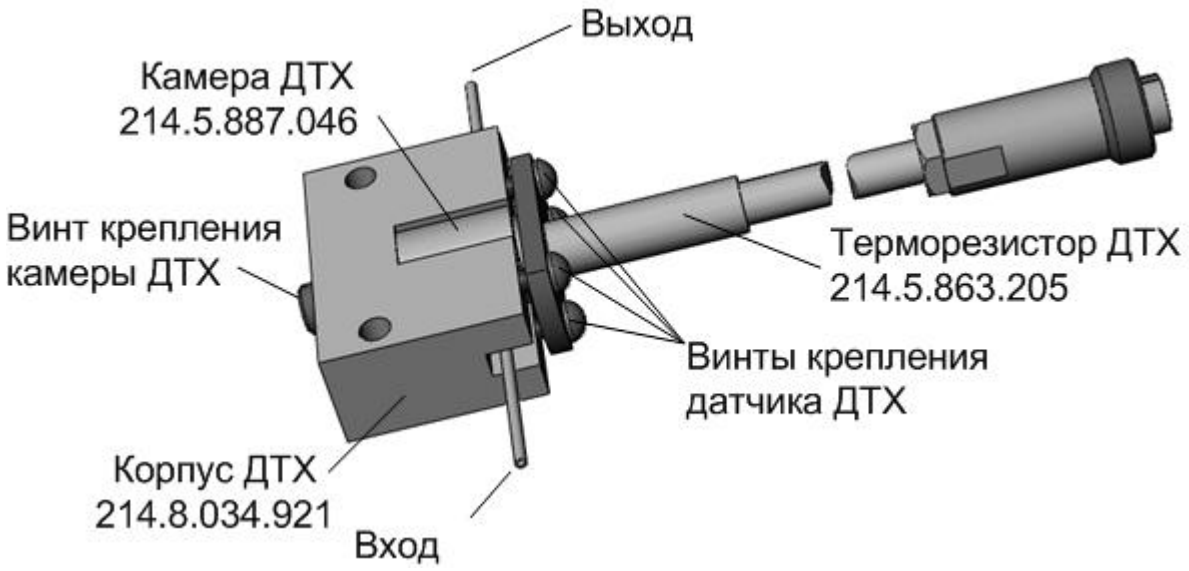


Рисунок 4.53 – Конструкция детектора ДТХ 214.5.184.023-02.00

Варианты схем газового питания ДТХ

Ввод пробы осуществляется через кран дозатор. Выход колонки при этом подключается к тройнику. К тройнику подводится поддувочный газ (воздух или водород).

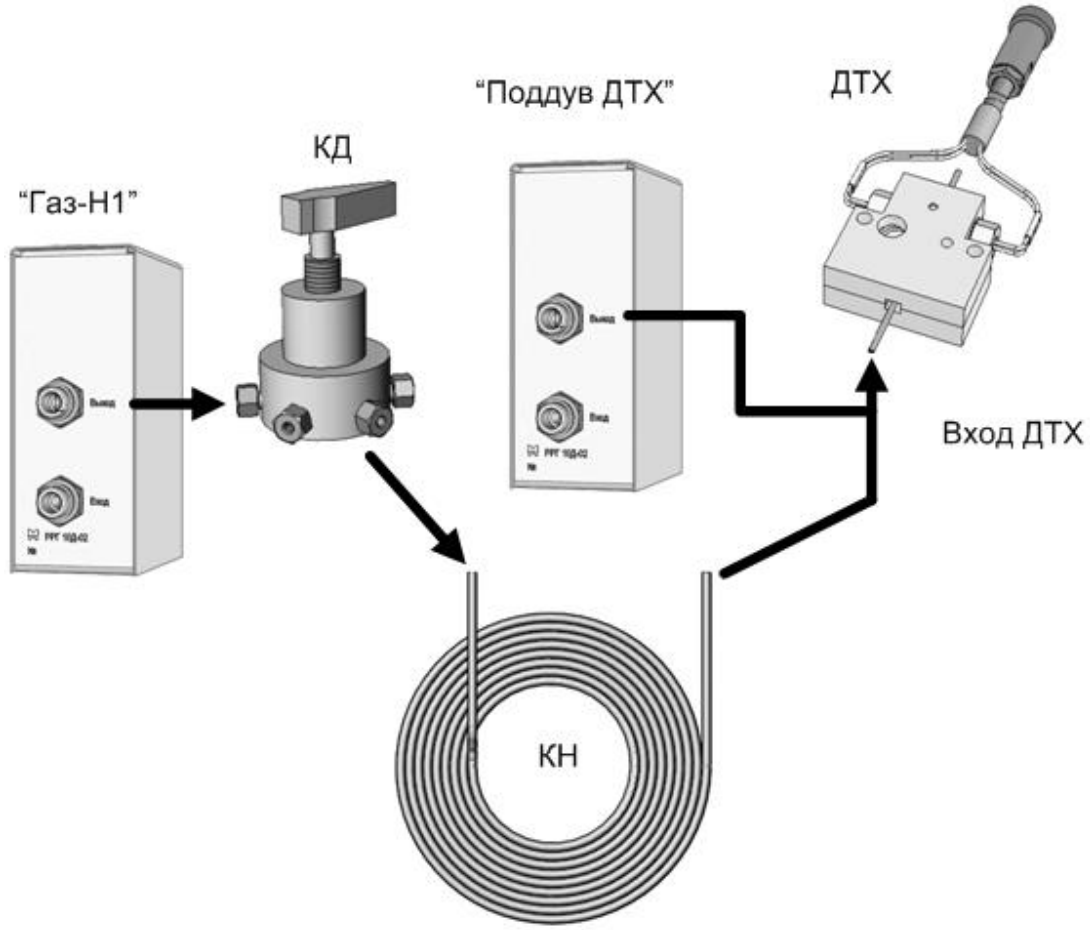


Рисунок 4.54 – Подключение детектора ДТХ к колонке

Подключение детектора ДТХ последовательно после детектора ДТП.

Поддув в этой схеме включения осуществляется через тройник, установленный после детектора ДТП.

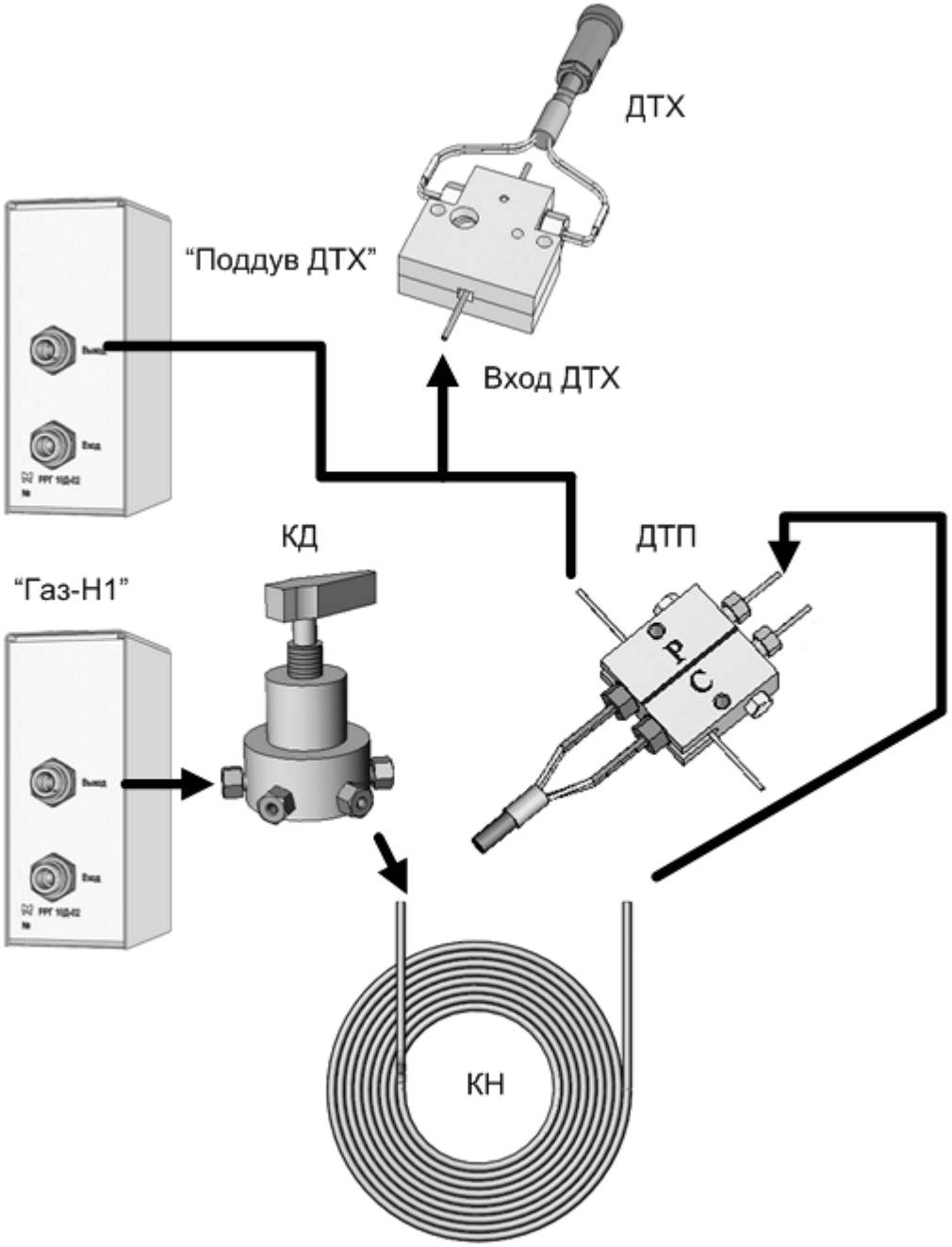


Рисунок 4.55 – Подключение детектора ДТХ после детектора ДТП

Особенности применения ДТХ

Температуру детектора ДТХ при работе устанавливают согласно методике проводимых анализов. Для стабильного поддержания температуры детектора минимальную температуру рекомендуется устанавливать не ниже (50–60) °С. Рабочую температуру детектора рекомендуется устанавливать на (10-20) °С выше температуры термостата колонок, **но для ДТХ 214.5.184.023-02.00 не более максимально допустимой температуры 80 °С.**

Оптимальный расход поддувочного газа (воздуха) при анализе водорода является расход (15-30) мл/мин. При применении воздуха из компрессора он должен быть очищен каталитическим фильтром.

При применении в качестве газа носителя воздуха из компрессора следует обратить внимание на наличие в воздухе лаборатории гелия. Наличие гелия в газе носителе воздухе приводит к искажению пика водорода и влияет на результаты определения его концентрации.

При детектировании кислорода, в качестве поддувочного газа используется водород с расходом (10–20) мл/мин.

4.10.3 Детектор пламенно-ионизационный



В ПИД используется напряжение 200 В. Запрещается обслуживание детектора при включенном хроматографе и снятом кожухе детектора.



В ПИД используется водород для горения пламени. Смесь водорода и воздуха является взрывоопасной. При незаглушенном входном штуцере детектора или не присоединенной колонке, водород будет накапливаться в термостате колонок, что может привести к взрыву.



Прикосновение к верхним частям детектора, работающего на температурах свыше 160 °С, может привести к ожогам.

Конструкция ПИД

1. крышка 8.054.302;
2. свеча поджига 6.644.182 или аналогичная;
3. гайка 8.936.075;
4. верхний изолятор 7.890.014;
5. нижний изолятор 7.854.025;
6. контакт 6.622.051 (к усилителю);
7. коллекторный электрод 7.660.041;
8. пружина 8.387.080;
9. шайба 8.940.020;
10. трубопровод подвода воздуха, уплотняется металлической муфтой;
11. контакт +200В 6.622.046;
12. корпус 6.113.233;
13. горелка: 5.877.009 (сопло 0,4 мм);
14. корпус 6.113.232;
15. трубопровод подвода водорода;
16. штуцер для подключения колонки.

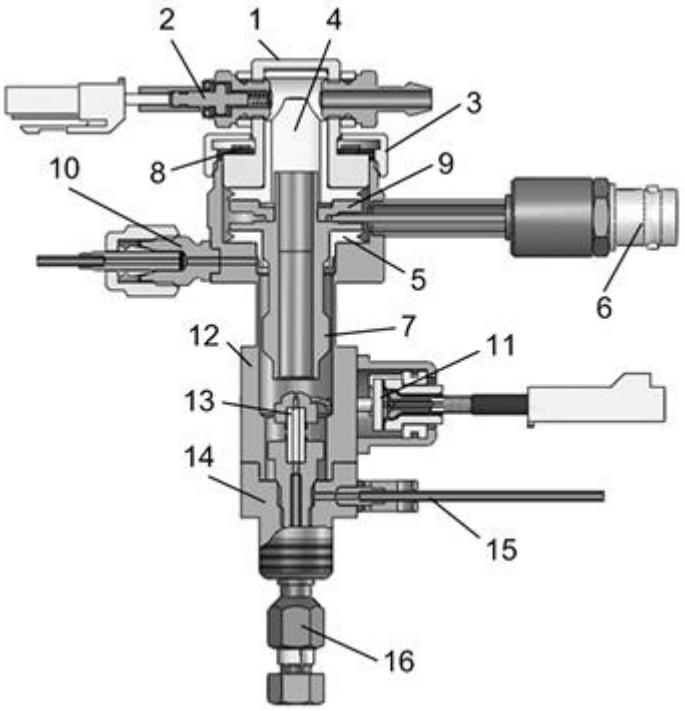


Рисунок 4.56 – Конструкция ПИД

Принцип действия ПИД

Принцип действия ПИД основан на изменении фонового тока водородного пламени при внесении в пламя органического вещества.

Варианты схем газового питания ПИД

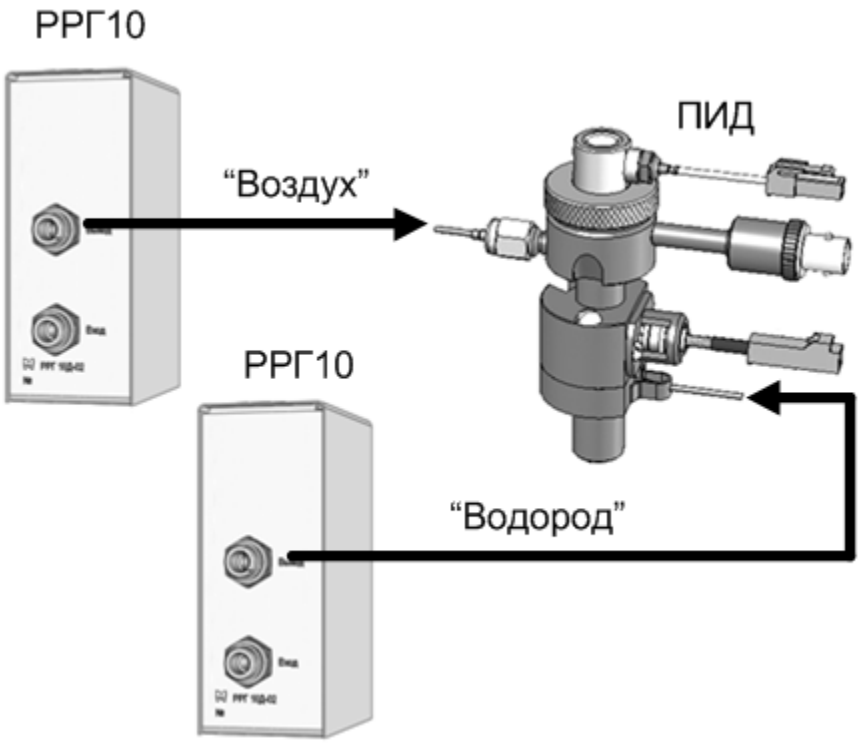


Рисунок 4.57 – Схема подключение водорода и воздуха к ПИД с помощью регуляторов расхода РРГ-10

На входе пневмосопротивления ПС 5.150.010-01 устанавливается давление, обеспечивающее расход воздуха через пневмосопротивление, необходимый для горения пламени ПИД.

Расход воздуха устанавливается регулятором давления РД.

В настройках параметров поджига, при этом, необходимо установить способ поджига "ПО ВОДОРОДУ".

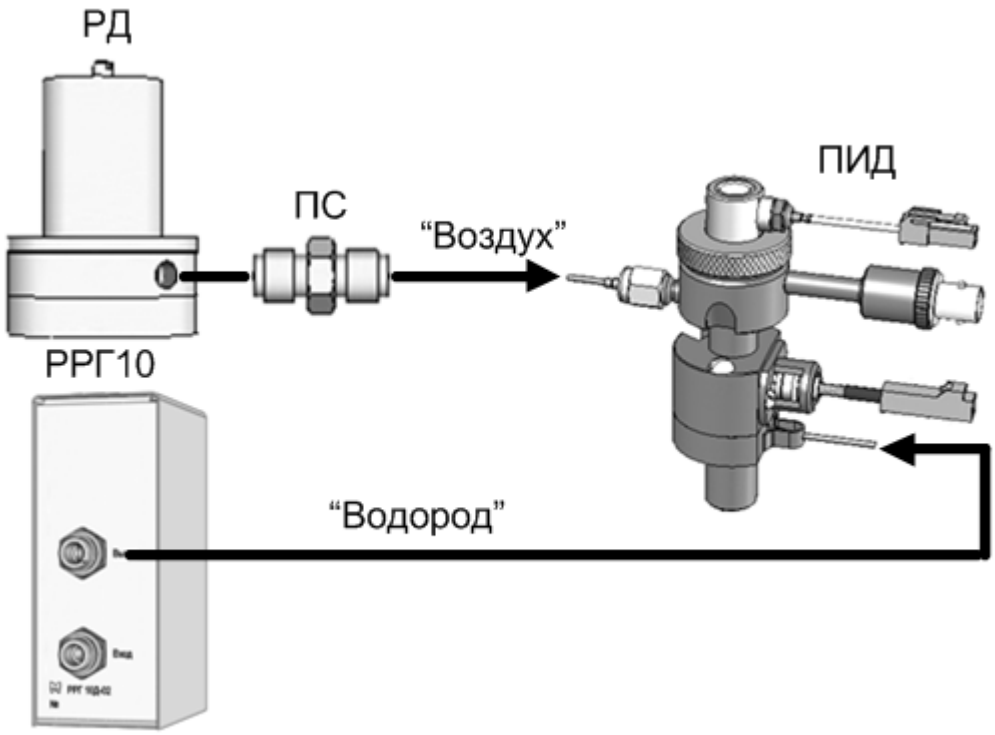


Рисунок 4.58 – Схема подключения к ПИД водорода
с помощью РРГ-10 и воздуха с помощью РД

Подключение насадочной колонки к детектору ПИД

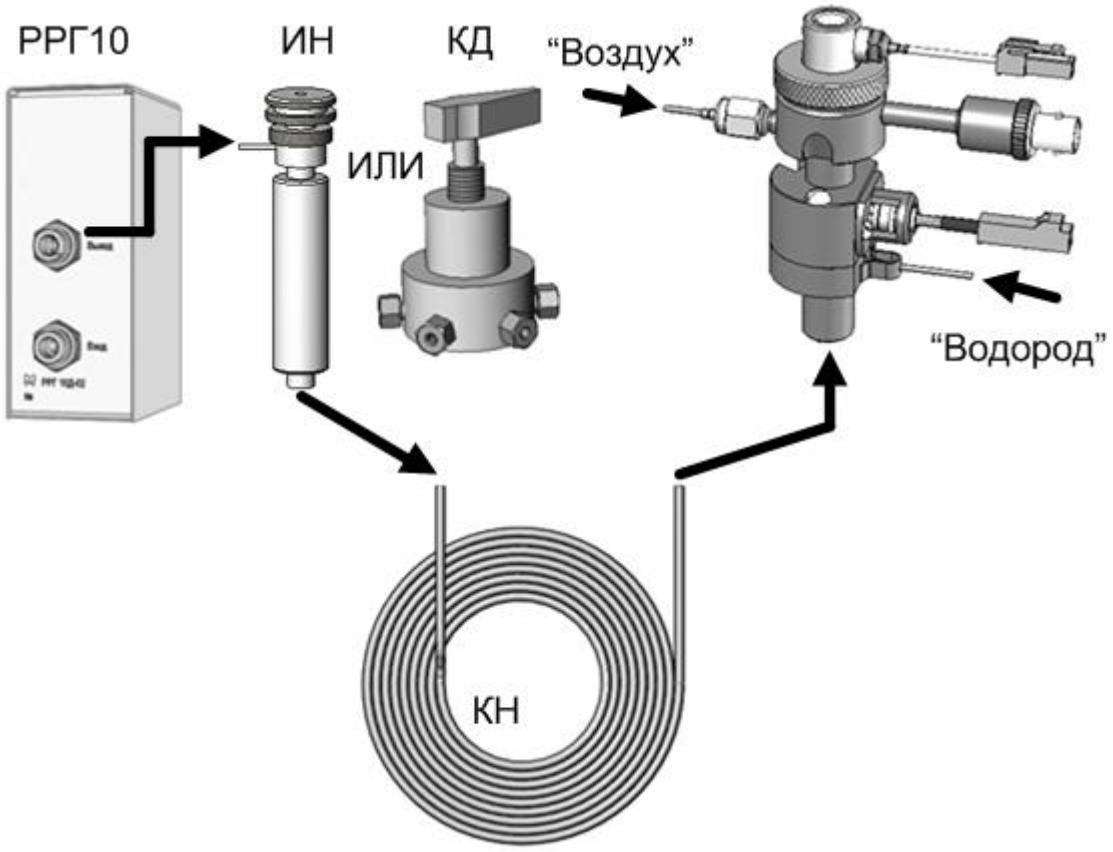


Рисунок 4.59 – Подключение детектора ПИД к насадочной колонке

Особенности применения ПИД

Основным условием работы ПИД является устойчивое горение пламени. Оно обеспечивается геометрией детектора и соотношением газа-носителя, водорода и воздуха. Рекомендуется выдерживать соотношение водорода и воздуха 1:10.

Таблица 4.15– Рекомендуемые расходы газа-носителя, водорода и воздуха

Тип газа	**Расход газа, мл/мин**			
	Оптимальный при работе	**При поджиге**	**При поверке**	**Диапазон возможных значений**
Газ-носитель	30	10	30	10–50
Водород	20	35	25	20–40
Воздух	200	200	250	200–300

При горении пламени образуется вода. Не рекомендуется работа с детектором при его температуре ниже 150 °С.

4.10.4 Фотоионизационный детектор

Принцип действия ФИД

Принцип действия фотоионизационного детектора (ФИД) заключается в ионизации молекул элюируемых из колонки веществ под действием вакуумного УФ-излучения и измерении возникающего ионного тока.

Ионизируются молекулы, потенциал ионизации которых ниже, чем энергия фотонов. Источником излучения является газоразрядная лампа. В ФИД применяется криптоновая лампа с энергией фотонов 10,6 эВ.

Таблица 4.16– Потенциалы ионизации некоторых веществ

Компонент	**Потенциал ионизации, эВ**	**Компонент**	**Потенциал ионизации, эВ**
Постоянные газы	>12	Ацетон	9,7
Вода	12,6	Этанол	10,48
Алканы С1–С4	10,6	Винилхлорид	9,6
Диоксид углерода	12,8	Этилен	10,5
Оксид углерода	14	Диметилсульфид	8,7
Бензол	8,2	Сероводород	10,5
Толуол	8,8	Диоксид серы	12,3
Циклогексен	8,9	Карбонилсульфид	11,2
Циклогексан	9,9	Аммиак	10,5
н–гексан	10,2	Оксид азота	9,3

Конструкция ФИД

Детектор содержит основные элементы: лампу – источник ультрафиолетового излучения, основание, ионизационную камеру, образованную изолятором и окном лампы, поляризующую и сигнальную цепи.

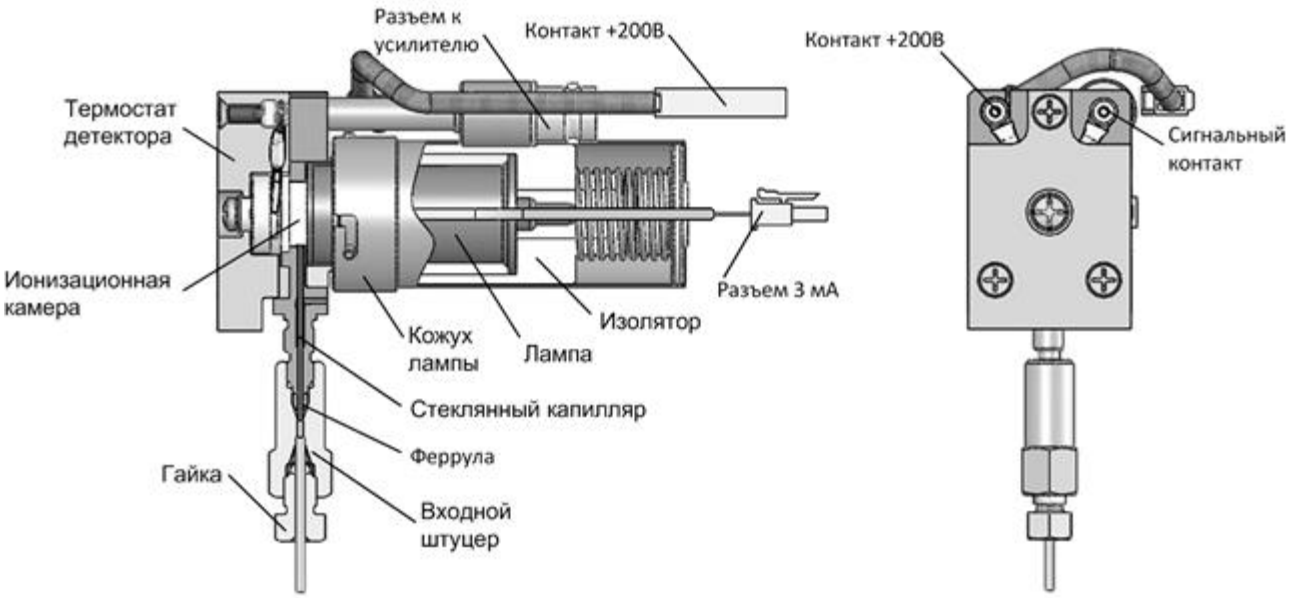


Рисунок 4.60 – Детектор ФИД

Максимальная рабочая температура детектора ФИД 200 °С.

Максимальная рабочая температура детектора ФИД с аргоновой лампой 60 °С.

В ФИД используется высокое напряжение для питания лампы. Необходимо соблюдать меры предосторожности при установке детектора.

При высоких температурах детектора следует обращать внимание на то, что верхняя часть детектора может быть нагрета до температуры, которая может привести к ожогу.

Варианты схем газового питания ФИД

Вход насадочной колонки может подключаться к испарителю или крану-дозатору.

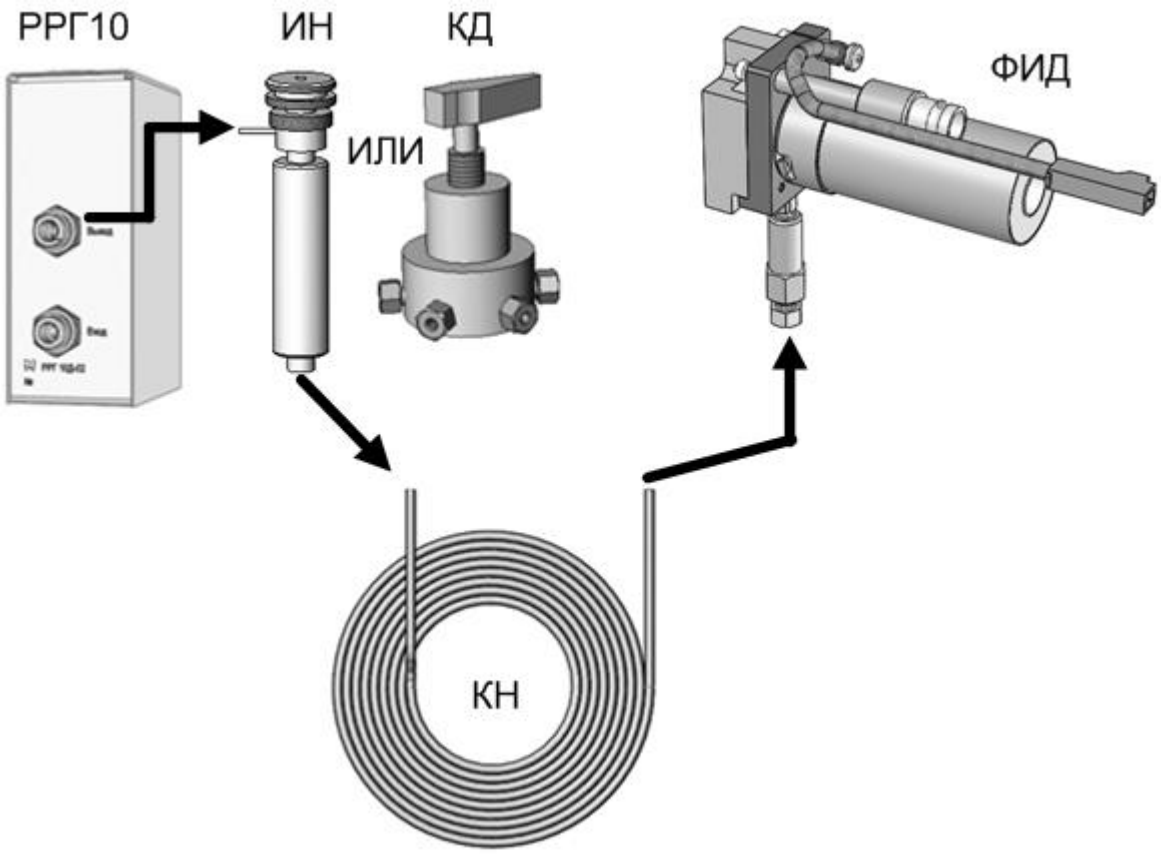


Рисунок 4.61 – ФИД с насадочной колонкой

Поддув газа-носителя в рабочую камеру, осуществляется от РРГ-10 с помощью тройника 6.453.052.

Поддув газа носителя в ФИД можно подключить с помощью регулятора давления РД и пневмосопротивления 5.150.010. На входе пневмосопротивления устанавливается давление, обеспечивающее требуемый расход газа-носителя.

Давление газа носителя устанавливается регулятором давления РД.

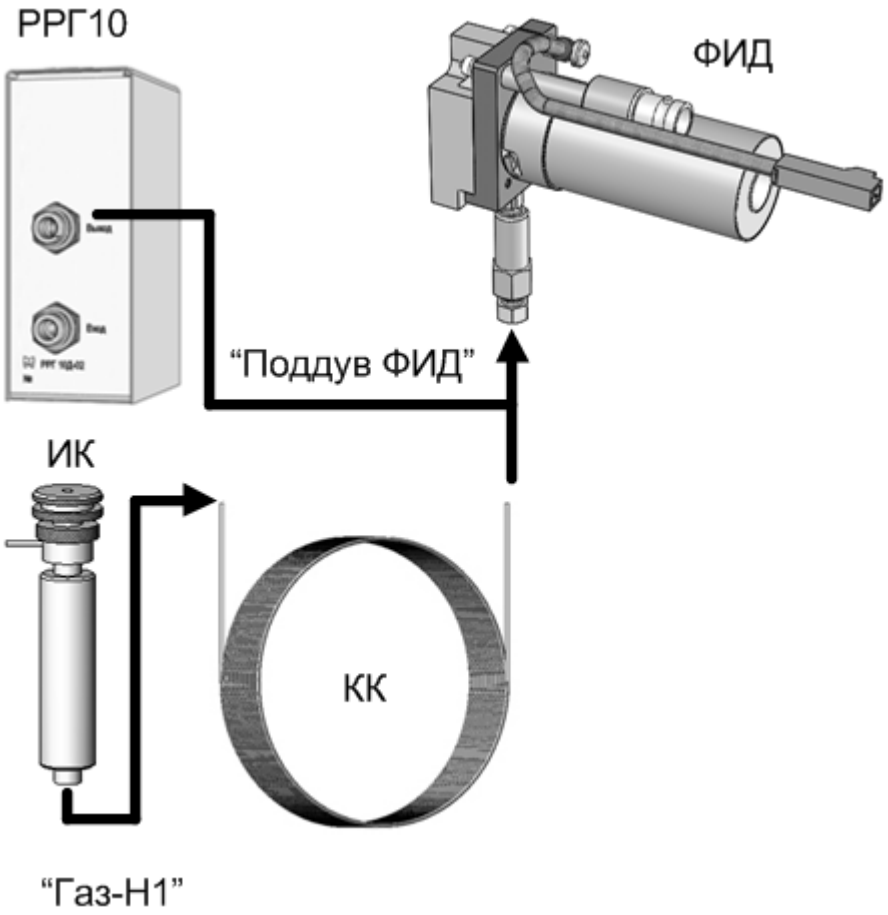


Рисунок 4.62 – ФИД с капиллярной колонкой

Особенности применения ФИД

Чувствительность ФИД уменьшается в следующих рядах соединений:

АРОМАТИКА > АЛКЕНЫ > АЛКАНЫ;

КЕТОНЫ > АЛЬДЕГИДЫ > ЭФИРЫ > СПИРТЫ;

ЦИКЛИЧЕСКИЕ > НЕЦИКЛИЧЕСКИЕ.

Чувствительность ФИД зависит от химического строения молекулы: числа атомов углерода, природы и положения функциональных групп, двойных и сопряженных двойных связей.

Сигнал ФИД пропорционален концентрации анализируемого вещества в ионизационной камере и интенсивности ультрафиолетового излучения лампы. Концентрация вещества в камере зависит от расхода газа-носителя через нее.

При проведении процедур обслуживания хроматографа, когда сигнал с детектора не снимается (например, при кондиционировании колонки) питание лампы необходимо выключить для продления срока её службы.

4.10.5 Пламенно-фотометрический детектор

Принцип действия ПФД

Работа детектора основана на возбуждении молекул анализируемых соединений в обогащенном водородом пламени и регистрации фотонов определенной длины волны при переходе молекул в основное состояние.

Детектор является селективным к серосодержащим соединениям (394 нм).

Процессы, происходящие в детекторе, можно разделить на четыре стадии.

Для серосодержащих соединений:

- на первой стадии в горячей области водородного пламени происходит разложение исходных серосодержащих соединений с образованием атомов серы или сероводорода;
- на второй – осуществляются различные обратимые реакции в верхней части пламени с образованием соединения S2;
- на третьей – происходит возбуждение молекул серы;
- на четвертой – возбужденные молекулы серы возвращаются в холодном внешнем конусе пламени в основное состояние, излучая свет в широком диапазоне длин волн (300–450) нм.

Для стандартных веществ и условий тестирования линейный диапазон ПФД составляет свыше 103 для серосодержащих соединений. Селективность ПФД не хуже 106/1 для отношения серы к углероду по массе.

Конструкция ПФД

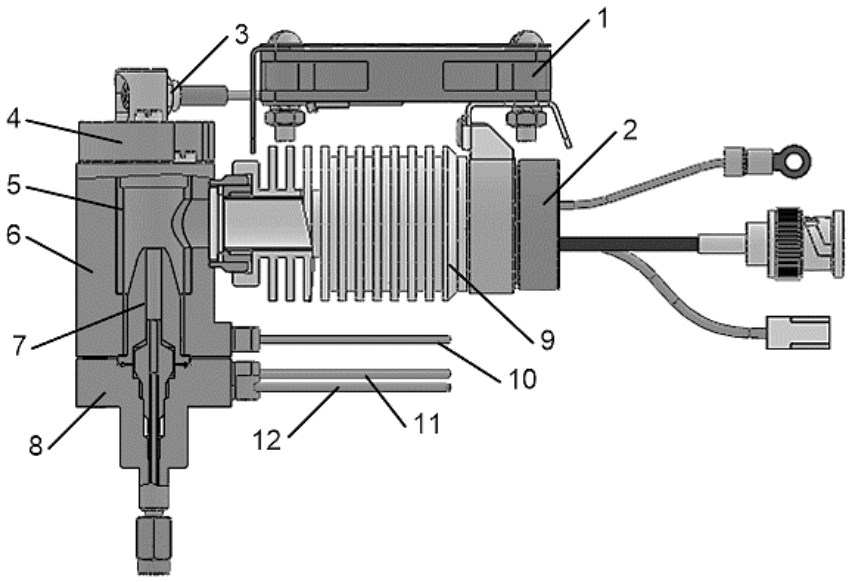


Рисунок 4.63– Конструкция ПФД

1 – вентилятор 5.883.001, 2 – ФЭУ (датчик 5.132.092-01), 3 – свеча поджига (кабель 6.644.182), 4 – крышка (корпус 6.113.090), 5 – камера 7.015.003, 6 – корпус верхний 6.113.088, 7 – горелка верхняя 7.064.002, 8 – корпус нижний 6.113.029, 9 – радиатор, 10 – трубопровод верхний 11 – трубопровод средний, 17 – трубопровод нижний.

Особенности применения ПФД

При анализе углеводородных матриц в однопламенном режиме ПФД, если анализируемые серосодержащие соединения не разделяются от углеводородов, проявляется углеводородный эффект гашения пламени. Он сопровождается понижением чувствительности к анализируемому веществу и является результатом процесса захвата фотона, излучаемого возбужденной молекулой серы анализируемого вещества. Для исключения таких процессов рекомендуется двухпламенный режим работы ПФД. Но при работе в двухпламенном режиме происходит некоторое снижение чувствительности ПФД.

Для достижения наилучшей чувствительности и линейности градуировочных характеристик при анализе серосодержащих соединений на ПФД необходимо обеспечить минимальное содержание углеводородов и диоксида углерода в питающих газах (водород, воздух), т.к. эти примеси вызывают углеводородный эффект гашения пламени.

Поджиг пламени ПФД:

В отличие от алгоритма поджига для ПИД и ТИД здесь хроматограф не следит за пламенем постоянно, а выполняет периодическую проверку его наличия. Программа считает, что при переходе с этапа "Нулевой" на этап "Подготовка" пламя не горит и поджиг должен быть выполнен в любом случае. Измерение фона в этот момент не выполняется.

Алгоритм поджига пламени ПФД следующий:

- Формируется заданный в конфигурации расход воздуха и водорода.
- Нагреваются спирали поджига детекторов данного канала в течении 8 секунд.
- Отключаются спирали поджига.
- Формируются заданные в режиме расходы газов для детекторов.
- Через 10 секунд после выхода расходов воздуха и водорода на заданный режим, измеряется выходной сигнал детектора.
- Расход воздуха увеличивается на 20 мл/мин относительно значения в режиме (например, при заданном расходе 40 мл/мин, будет установлено значение 60 мл/мин).
- Через 5 секунд измеряется выходной сигнал детектора.
- Если сигнал превысил заданное в конфигурации значение порога, считается, что пламя горит. Расходы газов устанавливаются в соответствии с заданными в режиме значениями.
- В противном случае увеличивается **расход воздуха** на величину, заданную в конфигурации, и попытка поджига повторяется.

Может быть выполнено семь попыток поджига, по истечении которых при отсутствии пламени устанавливается этап "Нулевой" и выводится сообщение "Невозможно выполнить поджиг".

4.10.6 Электрохимический детектор

Принцип действия ЭХД

Принцип работы электрохимического детектора ЭХД основан на возникновении электрического тока при протекании через детектор веществ, способных к окислению сероводорода, сульфидов и меркаптанов.

Реакции окисления сернистых соединений:

сероводород $H_2S + 4H_2O = SO_4^{2-} + 10H^+ + 8e$

меркаптаны $RSH + 3H_2O = RSO_3H + 6H^+ + 6e$

$RSH + H_2O = RSO + 3H^+ + 3e$

$2RSH = RSSR + 2H^+ + 2e$

сульфиды $R_2S + 3H_2O = R_2SO_2 + 6H^+ + 6e$

В детекторе применен датчик диффузионного типа, в котором газ отделен от электролита и электродов тонкой мембраной.

ЭХД мембранного типа не требует сервисного обслуживания в межповерочный интервал. Максимальная рабочая температура ЭХД обычно не более 50-60 °С.

Конструкция ЭХД

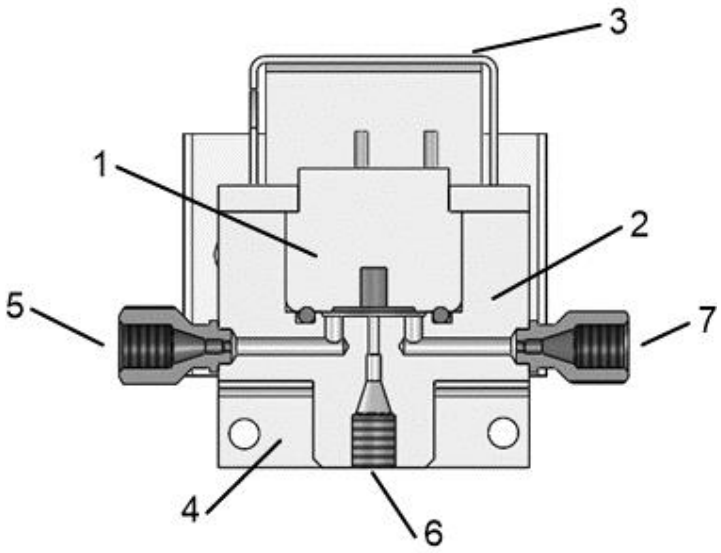


Рисунок 4.64– Конструкция ЭХД

1 – датчик ЭХД, 2 – корпус детектора, 3 – кожух, 4 – кронштейн крепления детектора, 5 – входной штуцер для подключения хроматографической колонки, 6 – входной штуцер для подключения поддувочного газа, 7 – выходной штуцер.

4.10.7 Пульсирующий разрядный детектор

Принцип действия ПРД

В качестве источника ионизации детектор ПРД использует гелиевую плазму, которая поддерживается с помощью пульсирующего источника питания постоянного напряжения.

Анализируемые компоненты на выходе колонки ионизируются фотонами и образовавшиеся ионы направляются потоком газа в зону регистрации (коллекторный электрод). Фокусировка ионов обеспечивается смещающим электродом, на который подается напряжение +200 В.

ПРД является недеструктивным детектором и способен регистрировать почти все органические и неорганические летучие соединения, за исключением гелия.

ПРД характеризуется высокой чувствительностью. Минимальная определяемая концентрация зависит от природы соединения. В большинстве случаев ПРД способен детектировать порядка 10–50 пг вещества, что эквивалентно примерно 10–50 ppb.

Линейный динамический диапазон ПРД составляет 1×104.

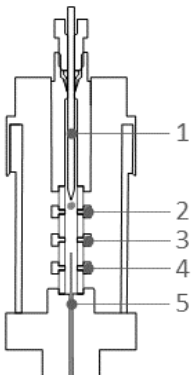
Конструкция ПРД

Детектор ПРД содержит две зоны – разрядную и детектирующую.

К разрядной зоне подводится контакт от высоковольтного источника питания. В верхнюю часть детектора подается поддувной газ.

Детектирующая зона содержит два электрода – смещающий и коллекторный. На смещающий электрод подается напряжение +200 В. С коллекторного электрода снимается сингал и направляется в усилитель.

Капиллярная колонка устанавливается между двумя электродами.



1 – разрядный электрод, 2 – высоковольтный контакт, 3 – смещающий электрод, 4 – коллекторный электрод, 5 – колонка

Рисунок 4.63 – Конструкция ПРД

Питающие газы ПРД

В качестве газа-носителя и поддувного газа для детектора ПРД используют гелий. Любые примеси в гелии существенно влияют на уровень фонового сигнала и чувствительность детектора. Для питания хроматографа используют гелий чистотой не менее 99,9999 %

(марка 6.0) с содержанием неона не более 150 ppb. Если требуется определение следовых концентраций, то чистота гелия должна быть не менее 99,99999 % (марка 7.0) с содержанием неона не более 15 ppb.

Регулятор давления, устанавливаемый на баллон, должен обязательно содержать металлическую мембрану (диафрагму). Использование регуляторов (или редукторов) с резиновой, полимерной или пластиковой диафрагмами не допускается.

Питающий газ подключается к хроматографу с помощью нержавеющих трубопроводов, имеющих квалификацию высокой степени чистоты или предназначенных для хроматографии. Количество переходников, тройников и других соединений должно быть минимизировано. Если требуется осуществить коммутацию газовых линий, то следует использовать переходники и тройники из нержавеющей стали, а также муфты 8.658.039-05 (1,6 мм) и 8.658.038-05 (3,2 мм).

Газ-носитель и поддувной газ должны обязательно проходить через гелиевый очиститель (Например, HP2-220 производитель VICI).

Особенности применения ПРД

Порядок включения детектора ПРД:

- С помощью измерителя расхода проверить, что через детектор проходит газ.
- Включить питание очистителя гелия.
- Установить рабочую температуру детектора, передав инструментальный метод в хроматограф.

Оптимальная температура ПРД находится в диапазоне от 50 до 150 °С. При увеличении температуры чувствительность детектора снижается.

ПРД является концентрационным детектором, соответственно при увеличении расхода поддувного газа чувствительность уменьшается.

Типичный уровень фонового сигнала ПРД без подключения колонки составляет от 10 до 100 мВ и в первую очередь определяется чистотой питающего газа (гелия). Любые утечки в газовых линиях приводят к повышению сигнала детектора.

Перед отключением газа-носителя от хроматографа следует охладить очиститель гелия во избежание выхода его из строя.

Для удобства смены баллонов при работе с ПРД рекомендуется использовать разрядные рампы чистотой 6.0 (например, серия GSB от компании A-Flow).

4.10.8 Плазменно-эмиссионный детектор

Принцип действия ПЭД

Принцип действия ПЭД основан на измеряющий интенсивность оптического излучения атомов, возбужденных под действием высокочастотного разряда.

Детектор используется для селективного и высокочувствительного определения микропримесей (до ppb и ниже) газов, таких как аргон, азот, метан и оксиды углерода.

Преимущества детектора:

- Высокая специфичность.
- Широкий динамический диапазон.
- Отсутствие необходимости в использовании радиоактивных источников или пламени.

ПЭД не требует сервисного обслуживания в межповерочный интервал.

Конструкция ПЭД

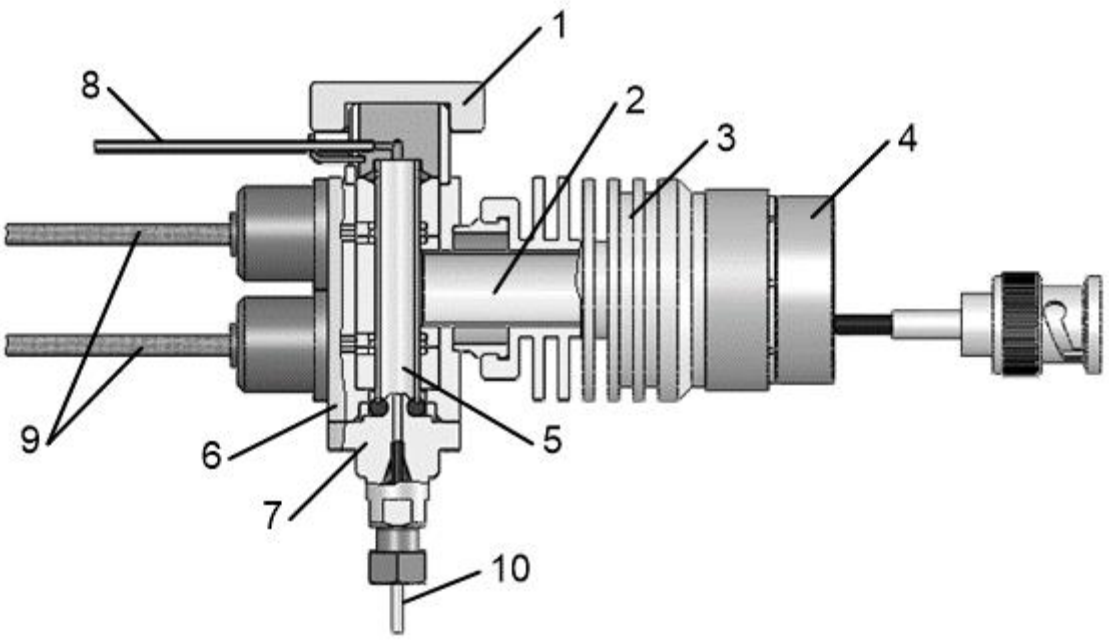


Рисунок 4.66– Конструкция ПЭД

1 – крышка, 2 – световод, 3 – радиатор, 4 – ФЭУ, 5 – камера, 6 – корпус верхний, 7 – корпус нижний, 8 – газовый выход, 9 – подача высокого напряжения, 10 – газовый вход.

4.11 Газовые краны

4.11.1 Введение

Краны предназначены для дозирования газовых проб (кран-дозатор), переключения колонок и потоков газа в газовом хроматографе (кран-переключатель).

Технические характеристики поворотных кранов производства СКБ "Хроматэк" приведены в таблице ниже. Конкретная модель крана, используемая в хроматографе, указывается в газовой схеме хроматографа. Краны сторонних производителей описаны в соответствующих документах, поставляются при комплектовании этими устройствами.

4.11.2 Общие сведения

Таблица 4.17– Технические характеристики кранов

Параметр	**Значение**	
	для насадочных колонок	**для капиллярных и микронасадочных колонок**
Количество портов	4; 6; 10	6; 10
Диаметр внутренних каналов крана, мм	1.0	0.5
Опция автоматизации	Ручной или Автоматический	
Опция термостатирования	Необогреваемый или Термостатируемый	
Присоединительная трубка	1.6 мм (1/16”)	
Присоединительная резьба портов крана	М6×0.75 внутренняя	10-32 UNF внутренняя
Присоединительная гайка	8.930.161	8.930.201 (короткая) 8.930.201-01 (длинная)
Присоединительная муфта	8.658.039-01 (нерж.сталь)	
Максимальная температура, °С	150	
Максимальное давление газа, кПа	600	
Объем внутренних портов, мкл, не более	25	10
Пропускная способность1 (при давлении азота 0,045 Мпа), мл/мин, не менее	200	200
Материалы, контактирующие с пробой	нерж. сталь или алюминий, фторопласт, стекло	

При дозировании газа малого объема следует учитывать объем внутренних портов крана.

Таблица 4.18– Поворотные краны. Описание корпуса крана

Количество портов	**Внешний вид**	**Материал корпуса**	**Обозначение**

[1] Пропускная способность канала прохождения пробы измеряется без установленных фильтров и фрит.

4		нерж. сталь	5.885.002
6		нерж. сталь	4.464.024-01.03
		алюминий	4.464.024-01.04
10		нерж. сталь	4.464.025-01.03
		алюминий	4.464.025-01.04
6		нерж. сталь	4.464.024-02.00
10		нерж. сталь	4.464.025-02.00

Комплектность

Краны комплектуются гайками и уплотнительными муфтами. Дозирующие петли не входят в комплект поставки кранов (заказываются отдельно).

При заказе кранов и дозирующих петель указывают каталожный номер, который содержит полную информацию о конфигурации крана (дозы). Заказ производится в соответствии с каталогом кранов 214.4.061.050КДС.

К корпусу крана прикреплена бирка с указанием заводского номера и года выпуска крана.

Подключение газовых и электрических соединений

Автоматические краны управляются электроприводом. Кабель привода автоматических кранов, а также выводы нагревателя и датчика температуры для термостатируемых кранов

подключаются к соответствующим разъемам силового модуля согласно обозначениям газовой схемы.

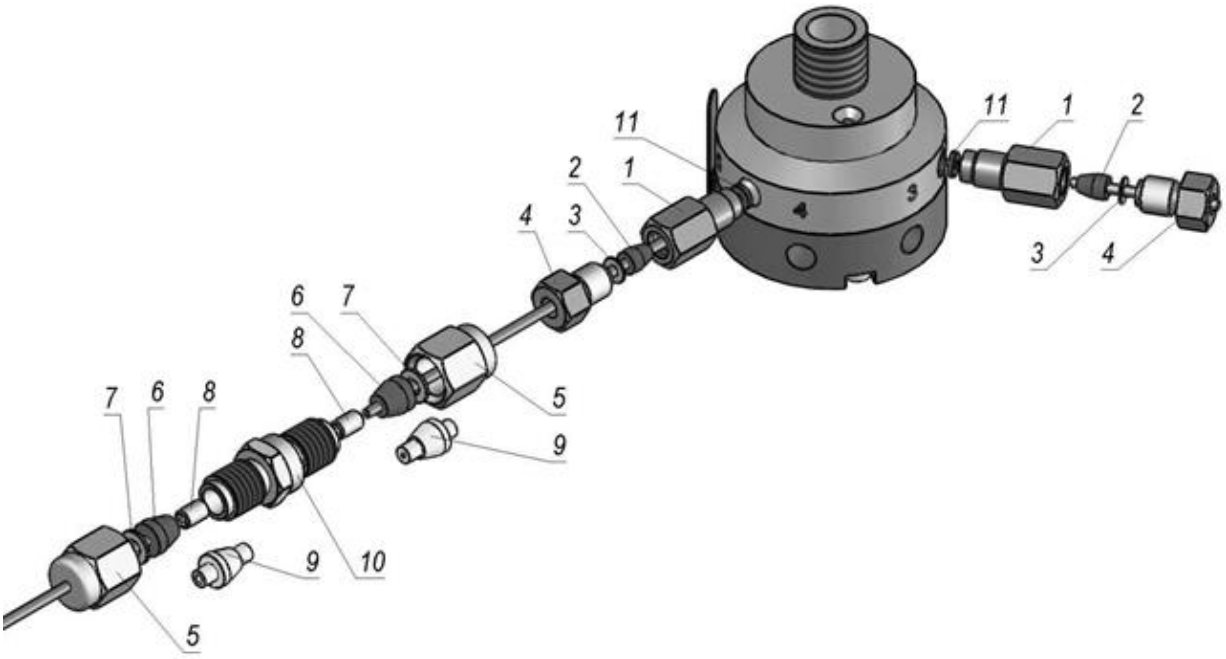
Краны могут работать в качестве дозаторов и/или переключателей, при этом, в зависимости от конкретной задачи применяются различные схемы соединений. Схема соединений конкретного крана приведена в газовой схеме хроматографа.

При уплотнении трубки 1.6 мм в портах крана затяжка муфт производится "от руки" с доворотом ключом на 30–60 градусов.

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

Продуваемая оболочка

Все краны имеют дополнительные штуцеры для подключения канала продувки корпуса крана (продуваемая оболочка). Это позволяет снизить влияние диффузии компонентов из окружающего воздуха на результат анализа (при определении низких концентраций). Подключение канала продуваемой оболочки осуществляется с помощью трубки 1,6 мм и пневмосопротивления 5.150.015-02 от коллектора газа-носителя (400 кПа).



1 – штуцер 8.652.494; 2 – муфта 8.658.053; 3 – шайба 2; 4 – гайка 8.930.161; 5 – гайка 8.930.167; 6 – муфта 8.658.052; 7 – втулка 8.223.429; 8 – втулка 8.220.231; 9 – муфта 8.658.024; 10 – пневмосопротивление 5.150.015-02; 11 – кольцо 8.685.076.

Рисунок 4.64 – Подключение продуваемой оболочки кранов 214.4.464.024-01.03(.04) и 214.4.464.025-01.03(.04)

4.11.3 Кран 6-портовый двухпозиционный

При соединении крана-дозатора с источником газовой пробы важно максимально снизить суммарный объём пробоотборной линии и избегать появления мертвых объёмов в коммутирующих устройствах.

В положении крана "Отбор" (Позиция А) поток пробы продувается через дозирующую петлю (дозу), поток газа-носителя идет в хроматографическую колонку. Стрелка показывает положение ручки крана.

При повороте ручки крана в положение "Анализ" (по часовой стрелке, позиция Б) дозирующая петля включается в поток газа-носителя и проба, находящаяся в петле, переносится потоком газа в хроматографическую колонку.

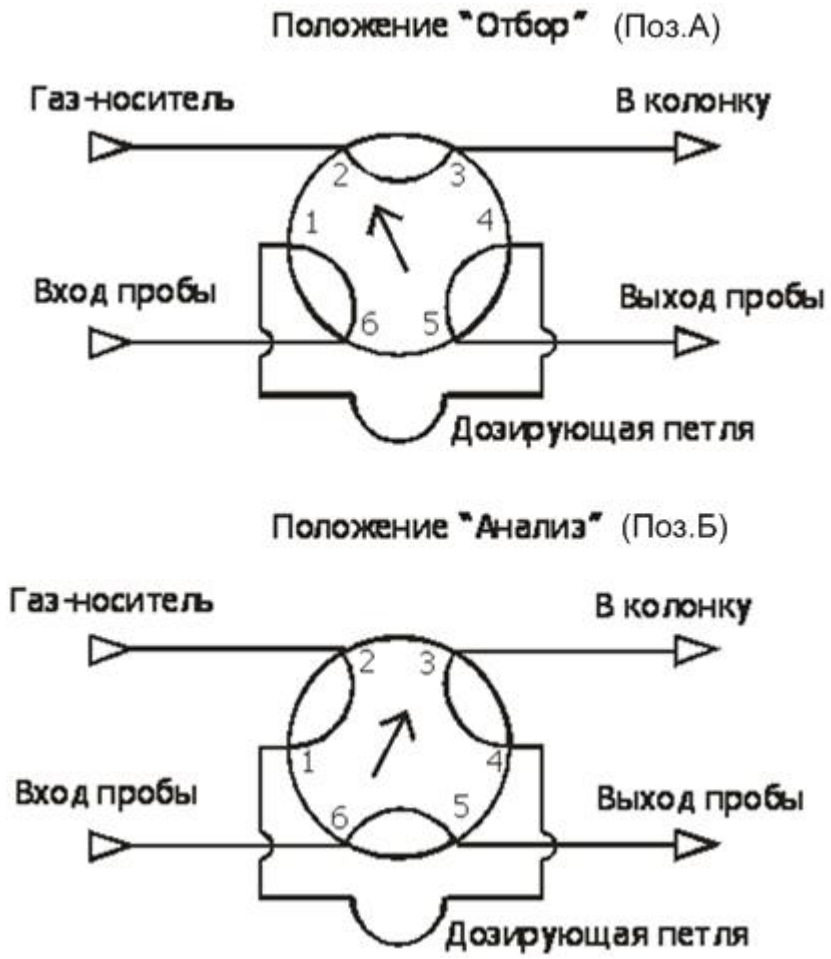


Рисунок 4.65 – Схема работы 6-портового двухпозиционного крана-дозатора

Подключение газовых линий. При необходимости выполнить (проверить) рекомендованные подключения. При наличии в анализируемой пробе механических частиц перед штуцером "6" (Вход пробы) рекомендуется подключить фильтр 5.884.098, имеющий фильтрующий элемент (5мкм). Штуцер "5" (при необходимости) соединить с местом (устройством) утилизации проб. Проверить герметичность соединений.

4.11.4 Кран 10-портовый

Схема работы крана-дозатора

10-портовый кран-дозатор, в отличие от 6-портового, позволяет вводить пробу одновременно в две колонки.

В положении крана "Отбор" поток пробы продувается через дозирующие петли (Д1, Д2), потоки газа-носителя направлены непосредственно в хроматографические колонки. Стрелка показывает положение ручки крана.

При повороте ручки крана в положение "Анализ" (по часовой стрелке) дозирующие петли включаются в соответствующие потоки газа-носителя и проба, находящаяся в петлях, переносятся потоками газа в хроматографические колонки.

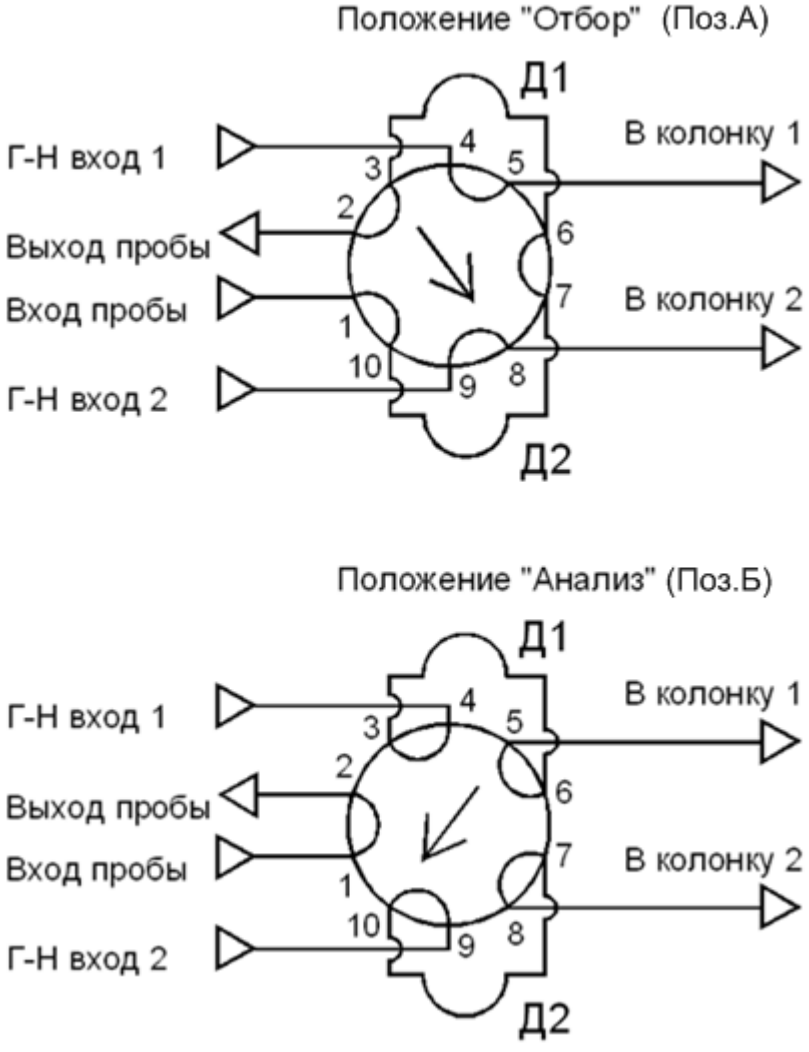


Рисунок 4.70 – Работа 10-ти портового крана-дозатора

Подключение газовых линий. При необходимости выполнить (проверить) рекомендованные подключения. При наличии в анализируемой пробе механических частиц перед штуцером "1" (Вход пробы) рекомендуется подключить фильтр 5.884.098, имеющий фильтрующий элемент (5мкм). Штуцер "2" (при необходимости) соединить с местом (устройством) утилизации проб. Проверить герметичность соединений.

4.11.5 Автоматические / термостатируемые краны

Электропривод крепится винтами на кронштейне, соединяется с краном при помощи вала и втулки. Кран соединен с кронштейном с помощью гайки, позиционируется от прокручивания посредством штифта.

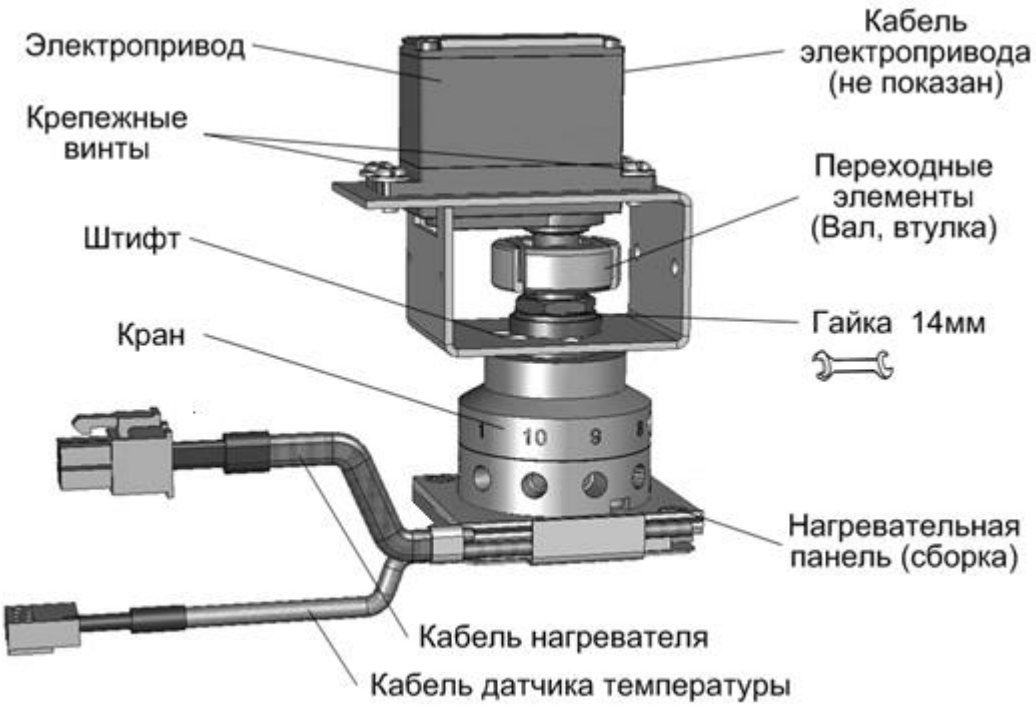


Рисунок 4.71 – Поворотный кран. Присоединение электропривода и нагревательной панели

Автоматические краны управляются электроприводом от платы силового модуля. Термостатируемые краны управляются также от платы силового модуля. Подключение кабелей электропривода, датчика температуры и нагревателя производится в соответствующие разъемы платы силового модуля.

Демонтаж электропривода

При необходимости можно снять электропривод с автоматического крана и использовать его как ручной. Для этого:

- открутить 4 винта крепления электропривода;
- вынуть привод и переходные элементы (вал и втулку);
- открутить гайку на 14, снять гайку и кронштейн;
- установить удлинитель 6.306.023 и ручку 6.465.001 для работы с ручным краном.

Отверстия для вывода ручки крана за переделы крышек хроматографа предусмотрены конструкцией.



Рисунок 4.72 – Комплект для работы с ручным краном

4.11.6 Подключение газов

Газовые регуляторы подключаются к кранам аналогично подключению к испарителю.

При работе с насадочными колонками на входе потока газа-носителя устанавливается РРГ-10 или РРГ11.

При работе с капиллярными колонками входной поток формируется с помощью регулятора давления РРГ-11.А2, поток сброса пробы – с помощью регулятора расхода РРГ-10.

4.11.7 Работа с краном-дозатором

Работа с краном-дозатором осуществляется в следующей последовательности.

- Перед началом работы положение крана – "Отбор", хроматограф должен находиться на этапе "Готовность".
- Открыть запорное устройство (вентиль) на источнике пробы.
- Пропустить через дозирующую петлю (дозу) 10-20-ти кратный (от суммарного объема пробоотборной линии) объем пробы.
- Закрыть запорное устройство на источнике пробы.
- Уравновесить давление в сменных дозах с атмосферным (произвести выдержку 10 секунд после прекращения подачи пробы).
- Поворотом ручки крана по часовой стрелке перевести кран в положение "Анализ" и нажать клавишу СТАРТ на панели управления хроматографа.
- После окончания анализа перевести кран в положение "Отбор".

Работа с автоматическим краном осуществляется аналогично, поворот крана в положение анализ выполняется автоматически при нажатии кнопки СТАРТ.

4.12 Клапаны

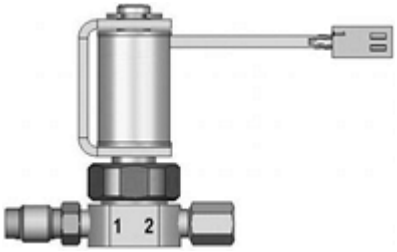
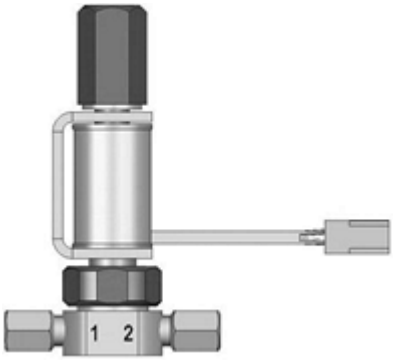
Клапаны используются в составе приборов для переключения потоков:

– при реализации обратной продувки предколонки, испарителя;

– при работе с модулем переключения потоков Дина

Подключение газовых линий к клапану осуществляется в соответствии с газовой схемой хроматографа. Типы и обозначения клапанов – см. таблица ниже.

Таблица 4.19– Клапаны. Описание

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

4.13 Насос

Вакуумный насос (микронасос) используются в составе хроматографа для принудительной прокачки пробы через дозирующую петлю крана-дозатора. Насос устанавливается в линии пробоотбора после крана.

Управление насосом производится вручную с помощью кнопки на передней панели. При работе насос создает небольшой вакуум для эффективной прокачки пробы из емкостей с малым избыточным давлением.

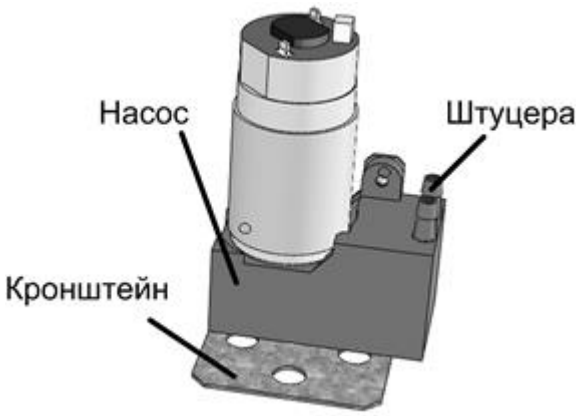


Рисунок 4.73 – Насос. Общий вид.

Алгоритм ввода пробы насосом:

- Подключить пробоотборник к штуцеру ввода пробы хроматографа.
- Кнопкой на панели управления хроматографом включить насос.
- Продуть дозирующую петлю крана-дозатора (время продувки устанавливается экспериментальным путем).
- Кнопкой на панели управления хроматографом выключить насос.
- Выдержать паузу для уравнения давления в петле крана-дозатора с атмосферным.
- Перевести кран в режим "Анализ".

4.14 Источник резервного питания

4.14.1 Введение

Источник резервного питания 214.5.087.046 предназначен для обеспечения работы газового портативного хроматографа "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 при отсутствии сетевого напряжения.

В зависимости от режима работы хроматографа источник резервного питания способен обеспечивать автономную работу хроматографа до 16 часов.

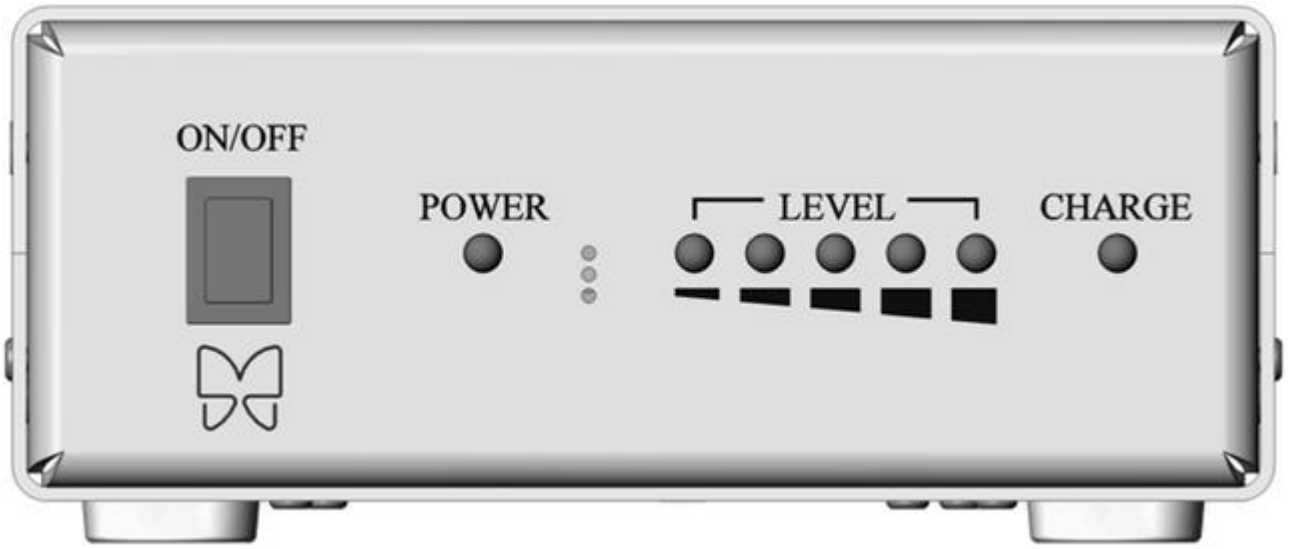


Рисунок 4.74 – Источник резервного питания 214.5.087.046. Передняя панель

4.14.2 Требования безопасности при работе с источником резервного питания

Источник резервного питания представляет собой корпус, в котором размещены 30 А · ч аккумулятор (LiFePO4 или Li-pol) и плата электроники.

Для предотвращения проблем, вызванных неправильным использованием источника резервного питания, обратите внимание на следующие меры предосторожности при работе с источником резервного питания.

Меры предосторожности

Источник резервного питания предназначен только для работы с хроматографом газовым портативным "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1.

При работе от сети используйте только блоки питания, поставляемые ЗАО СКБ Хроматэк.

Не бросайте источник резервного питания в огонь. Это может привести к взрыву.

Не вскрывайте источник резервного питания и не нарушайте целостность аккумулятора.

Не используйте источник резервного питания не по назначению.

Не заряжайте источник резервного питания, если есть вероятность какого-либо рода повреждений.

Обслуживание и срок службы источника резервного питания

Используйте мягкие и сухие материалы для чистки поверхностей источника резервного питания. Не применяйте чистящие средства.

В случае продолжительного перерыва в работе устройства, отключите источник резервного питания от блока питания и от хроматографа.

Количество циклов заряда и разряда источника резервного питания при надлежащих условиях эксплуатации может достигать 500 и более. Уменьшение времени автономной работы от источника резервного питания означает, что срок службы аккумулятора превышен, рекомендуется замена источника.

Принцип работы аккумулятора, установленного в источник резервного питания, основан на электрохимических реакциях. Производительность аккумулятора ухудшается не только при использовании, но и при хранении. Как правило, срок службы аккумулятора в нормальных условиях, составляет 2 года (или 500 циклов). Несоблюдение температурных режимов и прочих факторов может привести к сокращению срока службы аккумулятора, повреждению источника резервного питания, а также к ухудшению производительности и изменению характеристик.

4.14.3 Технические характеристики

Таблица 4.20– Технические характеристики источника резервного питания

Входное напряжение, В	15
Выходное напряжение, В	от 10 до 15
Емкость аккумулятора, А · ч	30
Тип аккумулятора	LiFePO4 или Li-pol
Вес, кг	до 5
Температура эксплуатации источника, °С	от +5 до +40
Количество циклов заряда и разряда	не менее 500

4.14.4 Подключение источника резервного питания

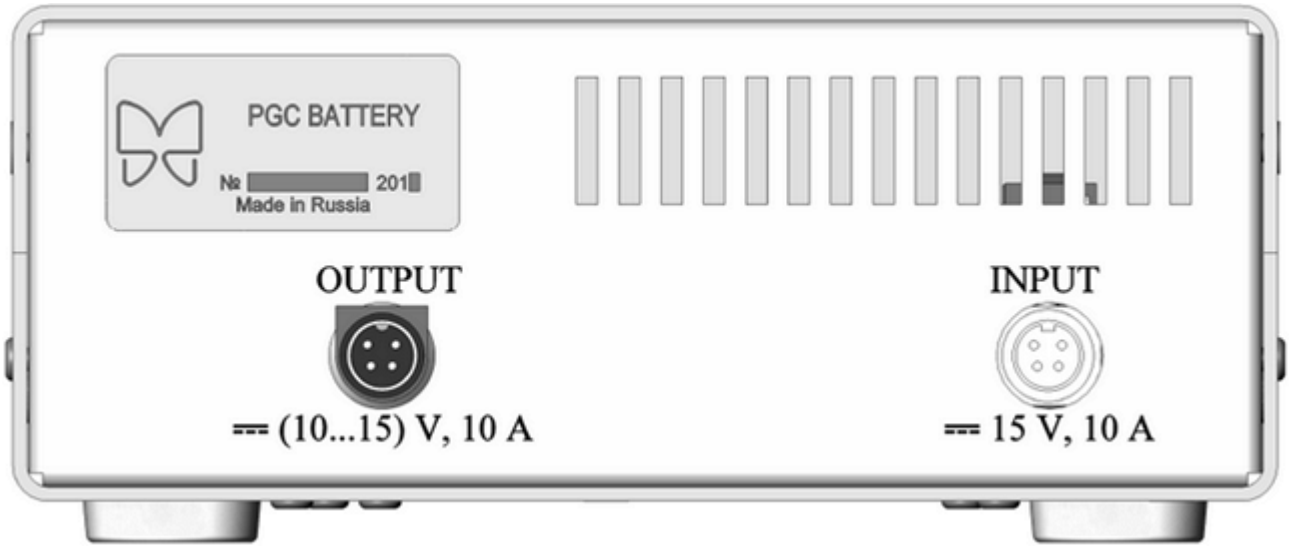


Рисунок 4.66 – Источник резервного питания. Вид сзади

Разъем "INPUT" предназначен для подключения кабеля от блока питания GS120A15-R7B.

Разъем "OUTPUT" предназначен для подключения источника резервного питания к хроматографу газовому портативному "Хроматэк-Газохром 2000".

4.14.5 Работа от электрической сети переменного тока

При работе от электрической сети источник резервного питания включается автоматически. При этом загорается красный светодиода "POWER". При прекращении подачи питания от электрической цепи начинается работа от аккумулятора.

4.14.6 Работа в автономном режиме

При работе в автономном режиме для включения необходимо нажать и удерживать кнопку "ON/OFF" не менее 3 секунд. Выключение происходит при нажатии на кнопку.

Примерный уровень заряда источника резервного питания отображается с помощью светодиодов в группе "LEVEL". Пять светодиодов показывают состояние заряда в диапазоне от 0 до 100%. Свечение одного красного светодиода и включение звуковой сигнализации означает, что заряд достиг критически низкого уровня. Необходимо обеспечить питание от электрической сети или завершить работу с хроматографом.

Внимание: источник резервного питания показывает уровень заряда аккумулятора наиболее точно только при включенной нагрузке в виде хроматографа газового портативного "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1.

При подключении хроматографа газового портативного "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 к электрической сети происходит зарядка источника резервного питания (включается желтый светодиод "CHARGE"). Если источник резервного питания полностью заряжен, светодиод "CHARGE" выключается.

4.15 Рама

Рама 214.6.122.116 предназначена для транспортировки хроматографа газового портативного "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1 без отключения его от газового и электрического питания.

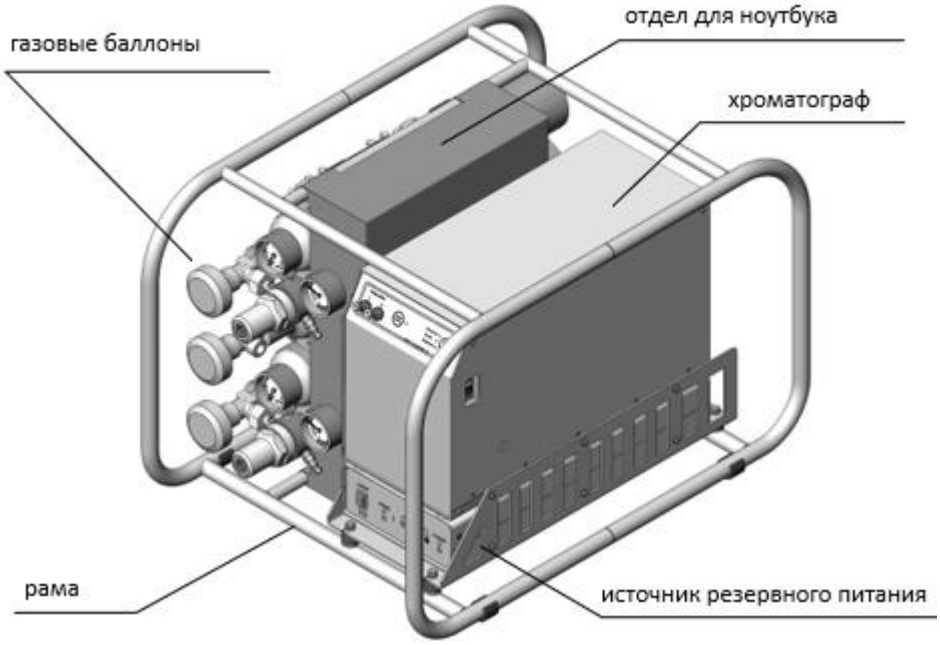


Рисунок 4.67 – Рама 214.6.122.116 с установленным хроматографом, баллонами и источником резервного питания

Рама представляет собой каркас с посадочными местами и амортизацией для хроматографа газового портативного "Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1, блока питания, источника резервного питания, газовых баллонов и отдела для ноутбука.

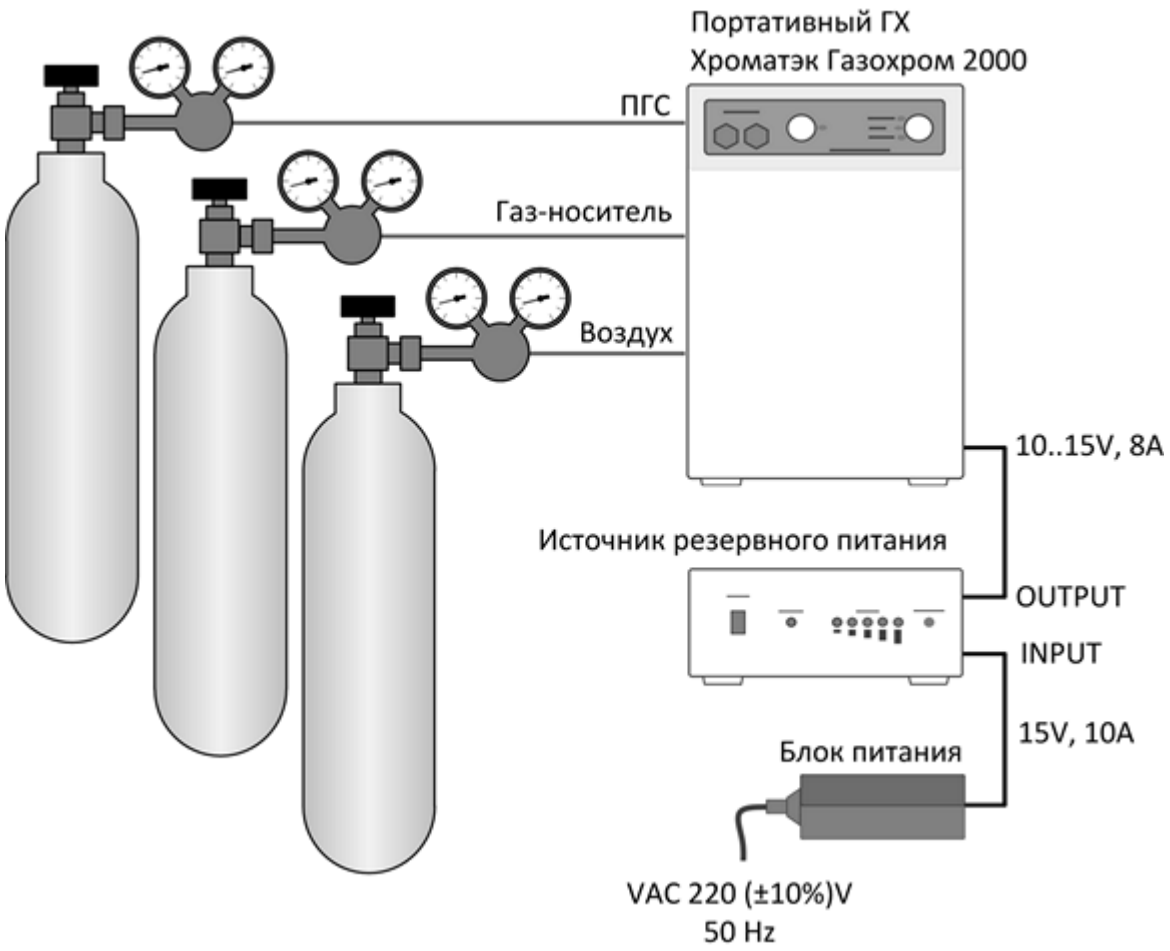


Рисунок 4.68 – Газовое и электрическое питание хроматографа

Таблица 4.21– Технические характеристики рамы

Параметр	**Значение**
Ширина, не более	450 мм
Высота, не более	360 мм
Глубина, не более	650 мм
Вес рамы, не более	7 кг
Хроматограф	"Хроматэк-Газохром 2000" исполнение 1
Источник резервного питания	214.5.087.046
Количество устанавливаемых баллонов	не более 3
Длина баллона	от 430 до 580 мм
Диаметр баллона	70±5 мм
Тип редуктора:	регулятор давления баллонный 214.5.882.005-02
Отдел для ноутбука:	для ноутбуков с диагональю экрана до 15”

5 Использование по назначению

5.1 Меры безопасности

Не ознакомившись с указаниями мер безопасности, изложенными в данном разделе, к работе с хроматографом не приступать.

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

При монтаже, установке, проверке и обслуживании хроматографа должны соблюдаться действующие "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением".

При работе с водородом, проведении анализов горючих, вредных и агрессивных веществ должны соблюдаться меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, а также меры, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем (в соответствии со спецификой применяемых веществ) на основании ГОСТ 12.1.007.

Источниками опасности хроматографа являются:

- газовые магистрали высокого давления (до 700 кПа);
- поверхности термостатов хроматографа, имеющие высокую температуру;
- газообразный водород.



При открытых крышках хроматографа запрещается прикасаться руками к нагретым частям термостатов, а также производить замену колонок, детекторов, испарителей и т.д. до полного их остывания.

Ремонт и техническое обслуживание хроматографа следует выполнять при отключенном электрическом питании и перекрытых газовых магистралях (кроме случаев, когда наличие питания необходимо).

Баллоны с газами рекомендуется устанавливать вне здания в специальных металлических шкафах. Отбор газа из баллона должен производиться через редуктор, предназначенный для данного газа. По окончании работы вентиль на баллоне необходимо плотно закрыть.

Опасные зоны в хроматографе отмечены соответствующими знаками и надписями.

5.2 Условия использования

5.2.1 Условия эксплуатации хроматографа

Хроматограф может эксплуатироваться при:

- температуре окружающего воздуха от 5 до 40 °С;
- верхнем значении относительной влажности 75% при температуре 30 °С без конденсации влаги;
- атмосферном давление от 84 до 106,7 кПа.

5.2.2 Электрическое питание хроматографа исп. 1

Питание хроматографа от сети переменного тока 230 В производиться с помощью адаптера с выходным напряжением 15 В и максимальной мощностью не менее 100 В. Адаптер входит в комплект поставки хроматографа.

Питание хроматографа с помощью адаптера:

- Выходной разъем адаптера подключается к разъему питания хроматографа, разъем адаптера должен входить свободно, ключи разъемов должны быть совмещены.
- Адаптер подключается к сети переменного тока 230 В, 50 Гц.
- Включается кнопка питания на хроматографе.
- Хроматограф готов к работе.

При применении аккумулятора, необходимо определить его необходимую емкость, которая рассчитывается исходя из комплектности хроматографа и температурных режимов его составных частей. При этом следует учесть, что:

- рабочее напряжение хроматографа будет составлять 12 В.
- хроматограф в состоянии разогрева потребляет не более 190 Вт и разогревается не более 0,5 часа*
- хроматограф в состоянии поддержания температуры (если во всех термостатах по 200 °С) потребляет не более 70 Вт.

*В хроматографе применен интеллектуальный режим управления нагревателями при питании от аккумулятора, при котором максимальная потребляемая мощность хроматографа не превышает 100 Вт. В режиме поддержания заданной температуры мощность, потребляемая каждым устройством хроматографа, снижается. Так, например, для поддержания температуры 200 °С требуется от 60 до 75 % от величины мощности, требуемой для разогрева. Если требуется поддерживать меньшую температуру, то и требуемая для ее поддержания мощность также уменьшится.

Таблица 5.1– Мощности, потребляемые устройствами хроматографа в режиме разогрева

Устройство	**Потребляемая мощность, Вт (при Uпитания = 12 В)**
Термостат крана	10
Термостат испарителя	10
Термостат колонки	30
Термостат детектора 1	10
Термостат детектора 2	20
Электроника	11

5.2.3 Электрическое питание хроматографа исполнения 2

Электрическое питание хроматографа осуществляется непосредственно от сети переменного тока напряжением 230^{+23}_{-23} В, частотой (50±1) Гц.

Максимальная потребляемая мощность хроматографа не более 750 Вт.

По электробезопасности хроматограф исполнения 2 соответствует ГОСТ IEC 61010-1-2014.

Защита от поражения электрическим током КЛАСС I по ГОСТ Р 58698-2019 и имеет следующие технические характеристики:

- допустимый ток утечки на корпус при единичном нарушении не более 0,5 мА;
- электрическая изоляция силовых цепей относительно корпуса выдерживает в течение 1 мин действие испытательного напряжения переменного тока 1500 В;
- электрическое сопротивление изоляции силовых цепей относительно корпуса не менее 2 МОм;
- электрическое сопротивление между заземляющим контактом приборной вилки и любой доступной прикосновению неокрашенной металлической нетоковедущей частью не более 0,1 Ом.

5.2.4 Электромагнитная совместимость

По параметрам электромагнитной совместимости хроматограф соответствует ГОСТ Р МЭК 61326-1-2014. Хроматограф предназначен для применения в условиях контролируемой электромагнитной обстановки.

5.2.5 Газовое питание

Рекомендуемая квалификация чистоты используемых газов.

Газ-носитель:

- азот особой чистоты по ГОСТ 9293 (объемная доля азота не менее 99,996 %; объемная доля кислорода не более 0,001 %; концентрация водяных паров не более 0,005 г/м3; содержание оксида и диоксида углерода не нормируется);

- аргон высшего сорта по ГОСТ 10157 (объемная доля аргона не менее 99,993 %, объемная доля азота не более 0,005 %, объемная доля кислорода не более 0,0007 %, объемная доля углеводородов не более 0,0005 %, объемная доля водяных паров не более 0,0009 %, содержание оксида и диоксида углерода не нормируется);
- гелий газообразный марки А по ТУ 51–940 (объемная доля гелия не менее 99,995 %, объемная доля азота не более 0,005 %, объемная доля кислорода не более 0,0001 %, объемная доля двуокиси углерода не более 0,0002 %, объемная доля углеводородов не более 0,0001 %, объемная доля водяных паров не более 0,0005 %).

Вспомогательные газы (для ПИД и ДТХ):

- водород марки А по ГОСТ 3022 (объемная доля водорода не менее 99,99 %, объемная доля кислорода не более 0,01 %, концентрация водяных паров не более 0,5 г/м3 , оксид и диоксид углерода отсутствуют), или от генератора водорода 214.4.464.014;
- воздух по ГОСТ 17433, класс загрязненности 1 или от компрессора 214.2.993.002-01.

Для работы ДТХ обычно необходим только водород или только воздух в зависимости от режима работы.

5.3 Подготовка к работе

Установка хроматографа проводится сервисным инженером СКБ "Хроматэк" или его официальным представителем.

Организации, располагающие собственными квалифицированными специалистами, могут произвести ввод хроматографа в эксплуатацию только с письменного разрешения СКБ "Хроматэк".

Распаковка и проверка комплектности

При получении хроматографа следует проверить тару на отсутствие повреждений и целостность пломб. Если присутствуют признаки повреждений или с ящика сорвана пломба, необходимо уведомить об этом транспортное агентство и представителя СКБ "Хроматэк" по вашему региону.

Установить ящик с хроматографом в сухом помещении с температурой не менее 10 °С. В зимнее время выдержать ящик без распаковки не менее суток. Вскрыть ящик, не допуская сильных ударов и сотрясений. Освободить от упаковочного материала.

Проверить комплектность оборудования согласно разделу "Комплектность" в формуляре хроматографа 214.2.840.077ФО.

Если имеют место несоответствия в комплектности или целостности комплектующих изделий, необходимо уведомить об этом изготовителя (поставщика) или представителя СКБ "Хроматэк" по вашему региону.

Подключение газовых линий

Подключить газовые линии к хроматографу. Для монтажа газовых линий необходимо использовать только тщательно промытые и просушенные в потоке чистого газа трубопроводы.

Конкретная схема подключения внешних линий для вашего хроматографа зависит от конфигурации хроматографа и устройств подающих газы. Следует учитывать требования по чистоте газов приведенные в разделе 5.2.5.

При подключении газовых линий следует обращать внимание на следующее:

- Трубка должна быть промыта, поверхность трубки должна быть блестящей и без механических повреждений.
- На поверхности трубки не должно быть царапин.
- Торцы трубки должны быть ровными. Трубка должна нарезаться с помощью роликового приспособления.
- Гайки не должны затягиваться с чрезмерным усилием, так как это может привести к смещению и чрезмерной деформации муфты, "вспучиванию" конца подключаемой трубки и, вследствие этого, потери герметичности соединения. В этом случае конец трубки следует обрезать вместе с муфтой и подключить заново, используя новую муфту.
- Если не уверены, что трубка подключена герметично – проверьте состояние муфты. Для этого следует открутить гайку, извлечь трубку с муфтой. Муфта должна вращаться вокруг трубки, но не должна перемещаться вдоль трубки. Далее повторно установить трубку с муфтой в корпус крана.

Проверка герметичности

Проверка герметичности подводящих (внешних) газовых линий с помощью мыльного раствора осуществляется следующим образом:

- перед проверкой герметичности необходимо визуально убедиться в правильности соединений всех газовых линий хроматографа;
- установить рабочее давление газов в проверяемых линиях;
- герметичность проверить смачиванием мыльным раствором мест подключения трубопроводов. Утечки устранить подтягиванием соответствующих штуцеров и, при необходимости, заменой уплотнительных элементов;
- после проверки герметичности места смачивания протереть влажной салфеткой для удаления остатков мыльного раствора;
- по окончании проверки перекрыть газовые линии.

Вместо мыльного раствора для проверки герметичности можно воспользоваться специальными составами (например, Swagelok snoop Liquid Leak Detector, Agilent Part Number: 9300-0311) или применить течеискатель (например, Agilent Flow Tracker 2000, Leak Mode, Restek Leak Detective II™ Electronic Leak Detector и им подобные). Последовательность действий в этом случае должна соответствовать руководству, прилагаемому к составу или прибору.

Герметичность подводящих газовых линий можно также проверять манометрическим методом контроля по ГОСТ 25136. Допустимая утечка газа 0,02 мл×МПа/с.

Давления газов на входе хроматографа

Установка давления на входе хроматографа зависит от следующих факторов:

- давление должно быть достаточным для достижения наиболее высокого расхода газа, необходимого для работы прибора. Отношение давление/расход зависит от хроматографической колонки и используемых устройств хроматографа;
- для стабильной работы газовых регуляторов расхода и давления хроматографа необходимо, чтобы перепад давления между входом и выходом регулятора был не менее 50 кПа;
- максимально допустимое давление на входе в хроматограф в линиях газа-носителя 700 кПа, водорода и воздуха – 640 кПа.

Достаточные давления газов для работы:

- газ-носитель: (360-440) кПа;
- воздух (в детектор): 200 кПа;
- водород (в детектор): 140 кПа.

Подключение хроматографа к компьютеру

Подключение к компьютеру осуществляется коммутационным шнуром патч-корд UTP по интерфейсу Ethernet. Шнуры находятся в комплекте ЗИП хроматографа.

Для обеспечения надежной связи с компьютером предпочтительнее использовать Ethernet.

Подробно настройка связи с компьютером описана в руководстве эксплуатации программы "Хроматэк Аналитик", поставляемой вместе с хроматографом.

Настройка конфигурации хроматографа

Хроматограф поставляется в комплектности, соответствующей газовой схеме. Газовая схема и соответствующий ее составу комплект ЗИП приведены в приложении Б руководства по эксплуатации 214.2.840.077РЭ. Приложение Б поставляется отдельной книгой. Первичная настройка конфигурации в соответствии с газовой схемой производится изготовителем.

При настройке конфигурации устанавливаются параметры детекторов, регуляторов, кранов, максимальные температуры каналов нагрева. Настройка производится из программы "Хроматэк Аналитик" с компьютера.

Изменение некоторых параметров конфигурации хроматографа необходимо в случаях:

- замены хроматографических колонок;
- установки или замены устройств (детекторов, испарителей, кранов);
- смене рабочих детекторов;

- одновременной и независимой работе двух каналов хроматографа;
- замене РРГ;
- перекоммутации газовой схемы хроматографа.

5.4 Кондиционирование колонок

Цель кондиционирования колонок – удаление имеющихся в колонке примесей, летучих материалов. Примеси вызывают смещение нулевой линии в детекторе и дают шумовой фон на его выходе.

Подготовка к кондиционированию выполняется следующим образом:

- колонка отключается от детектора. На входной штуцер детектора устанавливают заглушку;
- от детектора отключаются все питающие газы;
- если колонка еще не установлена, её подключают к испарителю (или штуцеру подвода газа-носителя).

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

При кондиционировании колонки спирали ДТП необходимо отключить.

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

Процедура и условия кондиционирования насадочных колонок:

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

Процедура и условия кондиционирования капиллярных колонок:

- задать необходимый поток газа-носителя через колонку (обычно (1–2) мл/мин; для колонок диаметром 0,53 мм – до (6–8) мл/мин);
- газ-носитель в течение (10–15) мин продувается через колонку при комнатной температуре для удаления воздуха;

- кондиционирование ведется с программированием температуры. Увеличение температуры идет со скоростью (5–10) град./мин. По достижении максимальной температуры кондиционирования колонка находится в изотерме около 1 часа;
- максимальная температура кондиционирования должна быть ниже максимальной температуры колонки на (20–30) градусов;
- время кондиционирования в среднем не более 4 часов;
- если после кондиционирования колонка не будет использоваться немедленно, её вынимают из термостата, а концы закрывают заглушками во избежание попадания загрязняющих примесей.

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

В некоторых случаях "Хроматэк-Газохром 2000" исп.1 не позволяет провести кондиционирование колонки тщательно из-за максимально возможной температуры термостата 200 °С. В этом случае необходимо удалить колонку из ГХ и провести кондиционирование в другом лабораторном ГХ, например "Хроматэк-Кристалл 5000".

5.5 Подготовка проб

Подготовка проб (пробоподготовка) в хроматографическом анализе – многостадийный процесс. Она включает в себя все операции, которым подвергается проба, начиная с пробоотбора и заканчивая вводом анализируемого вещества в хроматограф.

Процедура пробоподготовки перед анализом включается в следующих случаях:

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

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

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

Хроматограф проходит на предприятии–изготовителе предпродажную подготовку и проверку режимов и характеристик в соответствии с методикой поверки 214.2.840.077-01Д.

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

Не менее важной частью подготовительных операций, которые выполняются у пользователя, являются отбор и ввод пробы. Необходимо придерживаться некоторых общих рекомендаций

по отбору и вводу пробы, от которых в большой степени зависит точность получаемых результатов.

Пробы жидкостей

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

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

Пробы газов

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

При наличии в линии отбора пробы газа не продуваемых объемов рекомендуется операция промывки: подъем давления в не продуваемом объеме до (300–400) кПа и сброс давления в не продуваемом объеме до атмосферного, повторите эту операцию несколько раз. Данная операция рекомендуется для удаления остатков кислорода и азота из непродуваемых объемов при анализе низких концентраций.

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

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

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

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

продувки линии отбора пробы анализируемого газа возможна диффузия растворенного в жидкости кислорода и азота в линию отбора пробы.

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

Рекомендуется использовать следующие запирающие жидкости: 22 % раствор хлорида натрия ГОСТ 13830 в дистиллированной воде по ГОСТ 6709 или смесь равных объемов глицерина по ГОСТ 6259 и дистиллированной воды.

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

5.6 Работа с хроматографом

Управление режимами работы хроматографа производится в форме диалога при помощи компьютера с программным обеспечением "Хроматэк Аналитик". Работа с программным обеспечением описана в руководстве пользователя 214.00045–51И.

Последовательность работы с хроматографом

ШАГ 1:

Открыть баллон с газом–носителем, вентилем баллонного редуктора установить давление на входе в хроматограф 400 кПа по манометру баллонного редуктора. При работе с ПИД включить генератор водорода и компрессор (или открыть баллоны с водородом и воздухом и установить давление вспомогательных газов на входе в хроматограф 400 кПа).

ШАГ 2:

Включить тумблер СЕТЬ компьютера (при наличии).

ШАГ 3:

После загрузки компьютера включить тумблер ПИТАНИЕ хроматографа. Начнется этап "Инициализация", в течение которого производится диагностика функциональных узлов хроматографа. После этого хроматограф переходит на "Нулевой" этап.

ШАГ 4:

Используя компьютер, запустить требуемую методику анализа.

После запуска методики хроматограф выходит на этап "Подготовка".

ШАГ 5:

На этапе "Подготовка" осуществляется выполнение заданных режимов анализа в следующей последовательности:

- формируются расходы газа-носителя, температуры колонок, испарителя, детектора;

- осуществляется поджиг ПИД (при его использовании);
- контролируется стабильность сформированных режимов анализа и устанавливается этап "Готовность", если в течение 1 мин отклонение заданных значений параметров от измеренных не превышает: для температуры колонок ±0,5 °С, температуры испарителя, детектора ±1 °С, расходов газа-носителя, водорода – ±1 мл/мин, воздуха – ±10 мл/мин.

ШАГ 6:

Этап "Поджиг" (только для приборов, имеющих ПИД) начинается по достижении температуры 150 °С.

ШАГ 7:

После выхода всех параметров методики в норму, хроматограф переходит на этап "Продувка", если включена команда "При включении" функции продувки до анализа.

ШАГ 8:

По окончании продувки до анализа прибор переходит на этап "Подготовка". Затем после выхода всех параметров методики в норму переходит:

- на этап "Ожидание", если в Панели управления ("Конфигурация") задано "Время ожидания". Этап "Ожидание" рекомендуется, например, для стабилизации дрейфа нулевой линии;
- на этап "Готовность" (готов для проведения анализов), если все предыдущие этапы не заданы.

ШАГ 9:

При выходе прибора на этап "Готовность" ввести пробу и запустить этап "Анализ" нажатием клавиши СТАРТ.

Если какой-либо из регуляторов расхода имеет включенный режим экономии, и в течение указанного времени экономии анализ не начался, хроматограф переходит на этап "Экономия". Для выхода из этапа "Экономия" необходимо перезадать методику анализа.

Если при работе с хроматографом применяется периферийное устройство, цикл анализа (серии анализов) может отличаться от приведенного, в зависимости от типа устройства (см. РЭ на устройство).

ШАГ 10:

По окончании анализа прибор переходит на этап "Продувка", если задан режим "Продувка после анализа".

ШАГ 11:

Далее действия повторяются от шага 8.

ШАГ 12:

Перед завершением работы хроматографа, если температура колонки превышает 50 °С, то перед тем, как выключить хроматограф, необходимо остудить ее до этой температуры, во избежание выхода колонки из строя (при использовании колонок с жидкими фазами на основе полиэтиленгликоля – WAX FFAP и т.д., рекомендуется охладить до 30 °С). Также рекомендуется остудить термостаты детекторов и испарителя до температуры 100 °С. Для этого необходимо перевести хроматограф в режим "Охлаждение", передав соответствующую методику охлаждения из программы "Хроматэк Аналитик".

5.7 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению

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

- замены предохранителей;
- устранения негерметичности в газовых соединениях заменой уплотняющих прокладок;
- промывки испарителей, детекторов;
- замены регулятора расхода газа;
- замена или регенерация сорбента газовых фильтров.

Контроль значений параметров, влияющих на качество хроматографического анализа, осуществляется автоматически. При наличии недопустимых отклонений появляются соответствующие сообщения на мониторе компьютера.

Таблица 5.2– Неисправности и рекомендации по их устранению

Вид неисправности	**Возможная причина**	**Рекомендация**
Отсутствуют хроматографические пики	Кран (шприц) для ввода пробы негерметичен (то же для дозаторов).	Отремонтировать или заменить кран, прочистить иглу или заменить шприц.
	Утечка газа в кране (испарителе), или в местах подключения колонок, нарушена герметичность мембраны испарителя.	Заменить уплотняющие муфты. Заменить мембрану.
	Низкая температура термостата колонок.	Повысить температуру термостата колонок.
	Низкая температура испарителя, проба не испаряется.	Повысить температуру испарителя.
	Утечка газа на участке "РРГ – кран (испаритель) – колонка – детектор".	Подтянуть штуцерные соединения, заменить уплотнительные муфты.
	Не горит пламя в пламенных детекторах из–за утечки водорода или воздуха	Устранить утечки

Уменьшение (ниже нормы) высот пиков при нормальном времени удерживания	Утечка пробы в шприце или утечка газа на участке "колонка–детектор". Низкая чувствительность детектора	Заменить шприц, устранить утечку. Промыть детектор
Уменьшение (ниже нормы) высот пиков при увеличении времени удерживания	Уменьшение расхода газа – носителя в колонке из–за утечки газа на участке "регулятор расхода – кран (испаритель) – колонка". Разбит лайнер испарителя. Неудовлетворительная чистота газа-носителя и вспомогательных газов	Устранить утечку. Заменить лайнер. Заменить или регенерировать сорбент в фильтрах, заменить источник газа
Нестабильный дрейф нулевой линии	Загрязнение детектора, испарителя. Негерметичности в газовых линиях. Загрязнение газа-носителя и вспомогательных газов. Низкое давление газа в баллоне (менее 0,5 МПа)	Промыть детектор, испаритель. Обнаружить и устранить утечки газов. Сменить или регенерировать сорбент в газовых фильтрах, сменить баллоны с газом. Заменить баллон с газом
Высокий уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала	Причины аналогичные нестабильному дрейфу нулевой линии	
Отрицательные пики на хроматограмме	Грязный газ носитель или вспомогательные газы. Загрязненные газовые фильтры	Сменить или регенерировать сорбент в газовых фильтрах, сменить баллоны с газом.
Недопустимое отклонение расхода газа по одному из каналов	Утечка газа на участке "преобразователь расхода – клапан" РРГ-10 (РРГ-11). Неисправен РРГ-10 (РРГ-11)	Заменить регулятор расхода
Недопустимое отклонение напряжения на клапане РРГ	Давление на входе вне нормы. Неисправен РРГ. Большое пневмосопротивление колонок	Установить требуемое значение давления газа. Заменить регулятор. Сменить сорбент в колонке
Нет сигнала детектора	Неисправен электрометрический усилитель соответствующего канала. Неисправны микроконтроллеры.Хроматограф находится в режиме "Поверка". Утечка в линиях вспомогательных газов.	Обратиться к изготовителю. Установить режим "Работа". Устранить утечку. Установить колонки или заглушки. Заменить свечу.

	Не установлены колонки или заглушки на штуцер детектора. Неисправна свеча поджига. Отсутствует напряжение на свече	Обратиться к изготовителю
Нет нагрева термостата колонок (заданное значение равно 0). Панель управления выдает ошибку – "Нагрев запрещен. Проверьте газ-носитель".	Один или несколько РРГ не отрабатывает заданный расход.	Обеспечьте подачу газа-носителя в хроматограф.

6 Техническое обслуживание

6.1 Общие указания

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

При техническом обслуживании необходимо соблюдать меры безопасности в соответствии указаниями данного руководства по эксплуатации.

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

При необходимости применения других газов, не указанных в данном руководстве по эксплуатации (или наличии особых требований к вышеперечисленным газам) их качество должно соответствовать требованиям утвержденных методик выполнения измерений.

Следует обратить внимание на недопустимость анализа веществ, агрессивных по отношению к материалам, из которых выполнены газовые тракты хроматографа (нержавеющая сталь 12Х18Н10Т, фторопласт и кварцевое стекло).

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

6.2 Проверка работоспособности

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

Рекомендуемая ежедневная практика проверки состоит в следующем:

- хроматограф включают и проверяют на отсутствие посторонних шумов (от работающих механизмов, утечек газов);
- до задания режимов работы контролируют (по показаниям монитора компьютера) температуры термостатов (показания должны соответствовать температуре в помещении) и расходы газов (должны быть "нулевые" показания, допустимая утечка – не более 0,2 мл/мин);
- задают методику анализа и контролируют стабильность поддержания заданных режимов работы (температур термостатов, расходов или давлений газов).

При необходимости (при подозрениях на загрязненность детекторов, испарителей; при снижении чувствительности и т.д.), а также при длительных перерывах в работе рекомендуется проводить оценку как можно большего числа параметров. В этих случаях проверку выполняют в соответствии разделом "Опробование" методики поверки 214.2.840.077Д.

6.3 Виды и параметры технического обслуживания

Для хроматографа предусматривается два вида технического обслуживания:

- текущее техническое обслуживание;
- периодическое техническое обслуживание.

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

Периодичность технического обслуживания может изменяться:

- от интенсивности работы хроматографа;
- температурных режимов работы испарителей, термостата колонок и детекторов;
- типа введенных проб;
- факторов окружающей среды (загрязненность, температура).

Таблица 6.1– Параметры текущего технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Общие оценки: • оценка уровня акустических шумов; • визуальная проверка состояние уплотнений; • стабильность поддержания заданных расходов газов, температур термостатов • контроль работы автоматических кранов	Ежедневно
Состояние мембраны испарителя	Ежедневно
Состояние уплотняющего кольца и стеклянного лайнера испарителя	Еженедельно
Кондиционирование колонки	В зависимости от методики и степени загрязнения пробы

Кондиционирование сорбционной трубки	В зависимости от методики и степени загрязнения пробы
Кондиционирование ловушки	В зависимости от методики и степени загрязнения пробы

Общие оценки в большинстве случаев являются субъективными и достоверность их, в большой степени, зависит от опыта оператора.

Тем не менее, в совокупности с оцениваемыми техническими параметрами хроматографа данные оценки могут учитываться в последующих действиях по устранению дефектов.

Таблица 6.2– Параметры периодического технического обслуживания

Операции	**Периодичность**
Регенерация или замена адсорбента в газовых фильтрах	По 6.4.1
Проверка герметичности соединений газовых линий	Раз в полгода
Обслуживание испарителя	Раз в полгода
Проверка расходов газов	Ежегодно
Проверка давлений газов	Ежегодно
Обслуживание детекторов	Раз в полгода
Перенабивка сорбционной трубки	Раз в год или после 100 анализов
Замена сорбционной трубки	После 500 анализов, а также при возникновении неисправностей
Замена ловушки	Раз в год или после 1000 анализов, а также при возникновении неисправностей
Замена колец уплотнения ловушки	Раз в год или при негерметичности
Замена уплотняющих колец сорбционной трубки	Каждые 1000 анализов или при негерметичности



При открытых крышках хроматографа запрещается прикасаться руками к нагретым частям термостатов, а также производить замену колонок, детекторов, испарителей и т.д. до полного их остывания.

6.4 Операции технического обслуживания

6.4.1 Обслуживание фильтров

Регенерация или замена адсорбента во входных газовых фильтрах должна выполняться:

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

6.4.2 Обслуживание испарителя

Термостат колонок при проведении технического обслуживания испарителя должен быть охлажден до температуры, исключающей выход из строя или ухудшение характеристик хроматографической колонки.



Все действия, связанные с разборкой и сборкой испарителя при проведении технического обслуживания, должны производиться после его охлаждения до температуры ниже 50 °С

Техническое обслуживание испарителя рекомендуется проводить перед началом работы при выключенном хроматографе.

При проведении технического обслуживания испарителя при включенном хроматографе для исключения больших потерь газа-носителя через регуляторы давления, подключенные к испарителю, следует устанавливать нулевые значения давления газа-носителя.

Состояние мембраны испарителя является одним из наиболее критичных параметров для получения удовлетворительных результатов хроматографического анализа. Срок службы мембраны зависит от диаметра иглы шприца, качества кончика иглы и других факторов, обычно составляет от 30 до 200 вводов пробы. Если после значительного количества проколов мембрана стала негерметичной и возможности подтягивания гайки мембраны исчерпаны, то необходимо заменить мембрану.

Действия:

- Открутить гайку мембраны испарителя. Для этой цели можно использовать ключ 8.392.006 из комплекта ЗИП.
- Извлечь мембрану.
- Установить новую мембрану.
- Закрутить гайку.



Рисунок 6.1 – Вид на установленный испаритель

Состояние уплотняющего кольца лайнера также влияет на воспроизводимость хроматографических пиков.

Необходимо периодически проверять состояние кольца. Если кольцо затвердело и выглядит сплюснутым, то его необходимо заменить.

Действия:

- Открутить гайку адаптера испарителя. Для этой цели можно использовать ключ 8.392.006 из комплекта ЗИП.
- Аккуратно поднять адаптер испарителя вертикально вверх, чтобы избежать сколов верхней части лайнера.

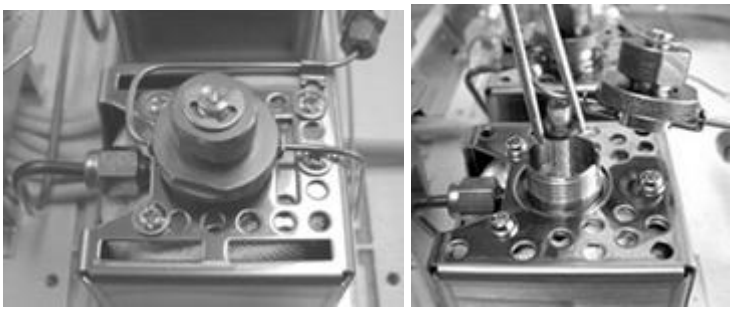


Рисунок 6.2 – Извлечение лайнера

- Следует иметь ввиду, что охлажденное после нагрева резиновое кольцо прилипает к стеклянному лайнеру и к стальным деталям испарителя – корпусу и адаптеру. В этом случае аккуратно отделите прилипшее кольцо от поверхности корпуса испарителя с помощью крючка 6.054.001.
- Захватить пинцетом резиновое кольцо и поднять его вместе с лайнером вертикально вверх (см. рисунок).
- Изношенное кольцо в сечении имеет треугольную форму. В некоторых случаях могут быть видимые трещины.
- Установить новое кольцо на расстоянии (1-2) мм от верхнего торца лайнера и собрать испаритель.

Чистота лайнера оказывает существенное влияние на качество анализа. Если лайнер загрязнен крошками мембраны или остатками проб, то на хроматограмме могут появляться ложные пики.

Действия:

- Извлечь лайнер аналогично предыдущему пункту.
- Осмотреть лайнер. При наличии загрязнений прочистить внутренние полости лайнера при помощи штопора 7.067.011 и безворсовой ткани с растворителем. Растворитель выбирать в зависимости от состава анализируемых ранее веществ, но не агрессивных по отношению к материалам испарителя;
- Собрать испаритель.

6.4.3 Проверка герметичности

Проверка герметичности входных газовых линий приведена в разделе 5.3 (параграф "Проверка герметичности").

Газовые линии хроматографа могут быть следующих типов:

- линии, которые рассчитаны на избыточное давление газа и могут быть заглушены;
- линии, которые находятся под давлением газа близким к атмосферному.

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

Герметичность линий, которые могут быть заглушены, можно проверять с помощью электронных регуляторов расхода газа.

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

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

Линии, которые находятся под давлением газа близким к атмосферному можно проверять, заглушив (или отключив от газовой схемы) и подав в них давление газа.

6.4.4 Проверка расходов газов

Проверку расходов газов на соответствие фактических величин расходов заданным производить один раз в год вместе с поверкой прибора. Проверку выполнить после включения прибора и выхода его на режим.

Измерение расходов (газа-носителя, водорода, воздуха) производить аттестованным электронным измерителем расхода газа или с помощью бюретки и секундомера (мыльно–пленочного расходомера) путем измерения скорости прохождения мыльной пленки заранее измеренного объема бюретки. Следует помнить, что показания мыльно–пленочного расходомера сильно зависят от внешних факторов (атмосферного давления, температуры и влажности воздуха в комнате) и поэтому погрешность измерения может превосходить 20%.

При использовании аттестованного электронного измерителя расхода газа, необходимо руководствоваться эксплуатационной документацией на данный прибор.

В линиях газа-носителя проверку производят на трех уровнях – в начале, середине и конце диапазона величин расходов газов. Необходимо помнить, что, отключая выход регулятора расхода газа от газовой линии, следует снизить температуры испарителя, колонки, детектора до минимальных значений, чтобы исключить возможность выхода их из строя.

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

Действия:

- отсоединить от газового выхода проверяемого регулятора расхода газа трубопровод и подключить вместо него расходомер;
- задать в проверяемом канале расход газа;
- через 10 мин после задания проверить соответствие фактического расхода газа заданному значению;
- если измеренное значение расхода газа не соответствует заданному значению, несмотря на отсутствие утечек, при давлении газов на входе в хроматограф 400 кПа (давление водорода допускается 140 кПа), то это указывает на неисправность РРГ. В этом случае необходимо обратиться на предприятие–изготовитель или к его региональному представителю.

6.4.5 Проверка давлений газов

Проверяют соответствие фактических величин давлений заданным.

Измерение давления газа-носителя производят с помощью манометра МО 1227 (кл. точн. 0,25).

Действия:

- отсоединить от газового выхода проверяемого регулятора расхода газа трубопровод и подключить вместо него тройник 6.453.148;
- к одному из выходов тройника 6.453.148 подключить пневмосопротивление 5.150.010 или 6.454.010-02, к другому выходу тройника подключить манометр;
- включить прибор и задать в проверяемом канале давление газа;
- через 2 мин после задания проверить соответствие фактического давления газа заданному значению;
- если измеренное значение давления газа отличается от заданного более ±2 кПа, несмотря на отсутствие утечек при давлении газов на входе в хроматограф 400 кПа, то это указывает на неисправность РРГ. В этом случае необходимо обратиться на предприятие–изготовитель или к его региональному представителю.

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

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

6.5 Обслуживание детекторов

6.5.1 Детектор по теплопроводности

Чувствительные элементы ДТП, проверка сопротивления

Важным параметром детектора по теплопроводности (ДТП) является разница значений электрических сопротивлений чувствительных элементов, которая влияет на величину шумов, величину дрейфа от изменения расходов газа-носителя и температуры корпуса детектора. Особенно это может сказываться при обнаружении компонентов с концентрацией, близкой к нижнему пределу чувствительности детектора. Чувствительные элементы по сопротивлениям подобраны при изготовлении детектора. При замене чувствительных элементов следует помнить, что рекомендуемая разница сопротивлений не должна превышать 0,2 Ом.

Работа детектора возможна и при более большем различии сопротивлений (до 0,8 Ом), главное, чтобы при этом электронная схема усилителя могла подстроить базовую линию детектора до оптимального значения –(1000–2000) мВ на квадратичном усилителе.

Проверка сопротивления чувствительных элементов

Действия**:**

- отсоединить кабель от усилителя ДТП;
- измерить сопротивление чувствительных элементов. Разница сопротивлений для новых элементов должна быть не более 0,2 Ом;
- если разница сопротивлений чувствительных элементов больше, то их необходимо заменить.

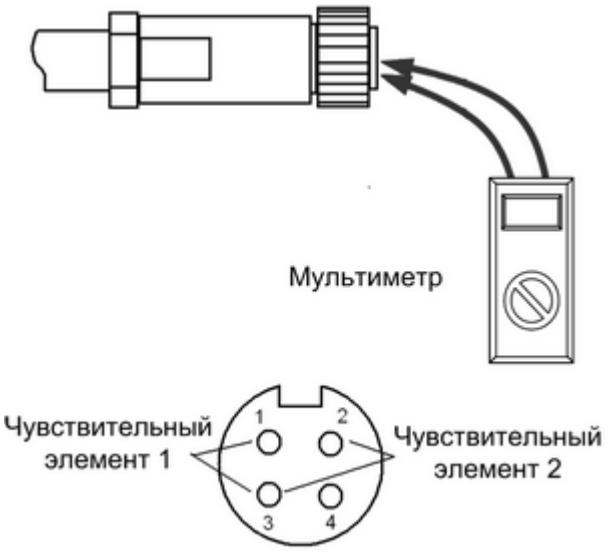


Рисунок 6.3 – Проверка сопротивления чувствительных элементов ДТП

Действия по замене чувствительных элементов являются сложной операцией, и выполнять её рекомендуется прошедшим обучение специалистам, или региональным представителем СКБ "Хроматэк".

Причины дрейфа базовой линии

- изменение температуры детектора;
- изменение расхода газа-носителя;
- фокусировка загрязнений, поступающих в хроматографическую колонку с газом-носителем.

Изменение температуры детектора и расхода газа-носителя может быть зафиксировано с помощью данных, поступающих в программу обработки ПО "Хроматэк Аналитик". При появлении сообщения об отклонении температуры и расхода следует искать причину в нестабильной работе регуляторов температур и расхода.

Проверка регуляторов температур и расхода

Действия**:**

- при проверке регуляторов температуры следует проконтролировать качество разъемных соединений нагревателя и датчика температур. Если это не помогло, то необходимо связаться и вызвать прошедшего обучение специалиста или региональным представителя СКБ "Хроматэк";
- для проверки регуляторов расхода может быть выполнена операция замены на исправные регуляторы.

Поиск причин изменения расхода газа-носителя

Действия**:**

- следует зафиксировать направление дрейфа базовой линии;
- если базовая линия дрейфует вверх и направление дрейфа совпадает с направлением пиков, следует проверить пневмосопротивление хроматографической колонки (или соответствие давления газа-носителя на входе в хроматограф заданному). Давление на входе в колонку рекомендуется устанавливать не более 300 кПа;
- если базовая линия дрейфует вниз, то следует искать негерметичность присоединения хроматографической колонки или газовых линий.
- перечисленные действия в большей степени рекомендуются для газа-носителя гелия и режима программирования температуры термостата колонок.

При обнаружении негерметичности следует подтянуть гайки уплотняющие входные трубопроводы ДТП и гайки, уплотняющие терморезистор ДТП. В случае невозможности добиться герметичности следует обратиться в ремонтную службу СКБ "Хроматэк".

Фокусировка загрязнений

Фокусировка загрязнений, поступающих в хроматографическую колонку с газом– носителем, происходит, в основном, при программировании температуры термостата колонок. При этом на хроматограмме при программировании температуры в термостате колонок могут появляться ложные пики.

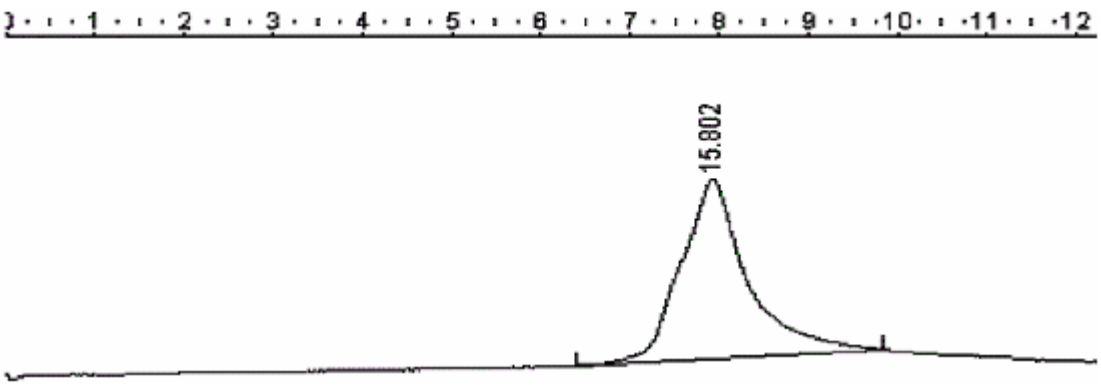


Рисунок 6.4 – Ложный пик

Действия:

- необходимо найти причину ложных пиков путем последовательного исключения элементов газовой схемы;
- откондиционировать или заменить хроматографическую колонку.

Хроматографическая колонка сама по себе крайне редко является источником ложных пиков, поэтому данную операцию следует проводить на завершающем этапе. Потенциальные источники ложных пиков: загрязненные фильтры, присоединенные к устройству ввода, загрязненный лайнер испарителя, мембрана испарителя и кольцо лайнера, загрязнения, приходящие от устройств, соединенных с испарителем.

6.5.2 Детектор термохимический

Проверка сопротивления датчиков ДТХ

В детекторе ДТХ применяются два датчика (1 компенсационный и 1 каталитический) сопротивлением (4±0,5) Ом.

Датчики подобраны по сопротивлениям при изготовлении детектора.

Если во время работы электронной схеме усилителя не удается подстроить "нулевой" сигнал детектора до рекомендуемого значения 800–1000 мВ, то необходимо проверить целостность датчиков ДТХ.

Действия:

- снять правую боковую стенку хроматографа;

- отсоединить кабель от усилителя ДТХ;
- измерить сопротивление датчиков. Разница сопротивлений для новых датчиков должна быть не более 0,5 Ом.

Если разница сопротивлений датчиков больше, то их необходимо заменить.

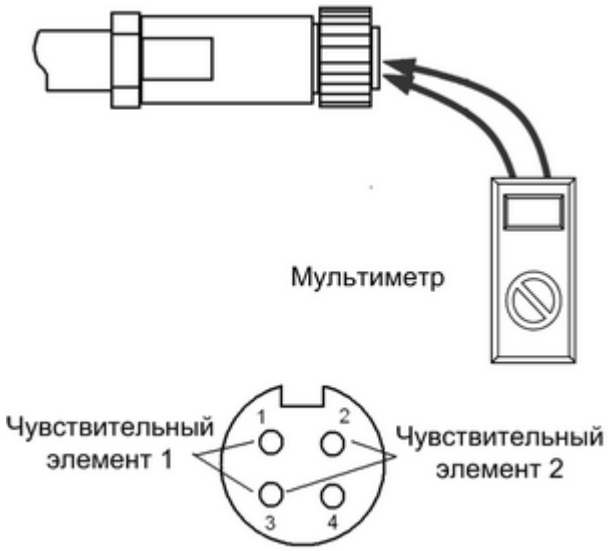


Рисунок 6.5 – Проверка сопротивления чувствительных элементов ДТХ

Действия по замене датчика ДТХ являются сложной операцией, и выполнять её рекомендуется прошедшим обучение специалистам или региональным представителем СКБ "Хроматэк".

Замена терморезистора на ДТХ 214.5.184.023-01.00

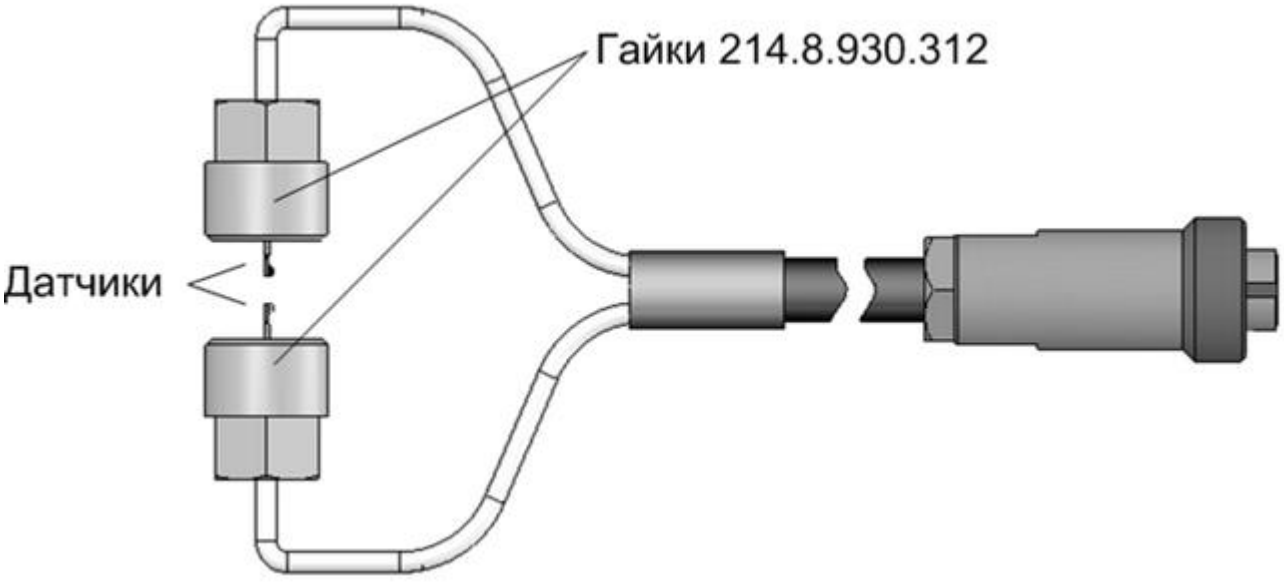


Рисунок 6.6 – Вид на терморезистор ДТХ

Действия**:**

- отсоединить кабель усилителя от детектора;
- снять левую стенку хроматографа и удалить теплоизоляцию;
- снять детектор с нагревательной панели;
- отвернуть две гайки 214.8.930.312 крепления датчиков ДТХ;
- осторожно, извлечь датчики терморезистора;
- тщательно продуть камеру детектора, визуально проконтролировав наличие посторонних частиц;
- установить новый терморезистор 214.5.863.173, контролируя герметичность детектора ДТХ, ключом затянуть гайки 214.8.930.312;
- установить детектор на нагревательную панель;
- уложить теплоизоляцию;
- закрыть левую боковую стенку хроматографа.

Замена терморезистора на ДТХ 214.5.184.023-02.00

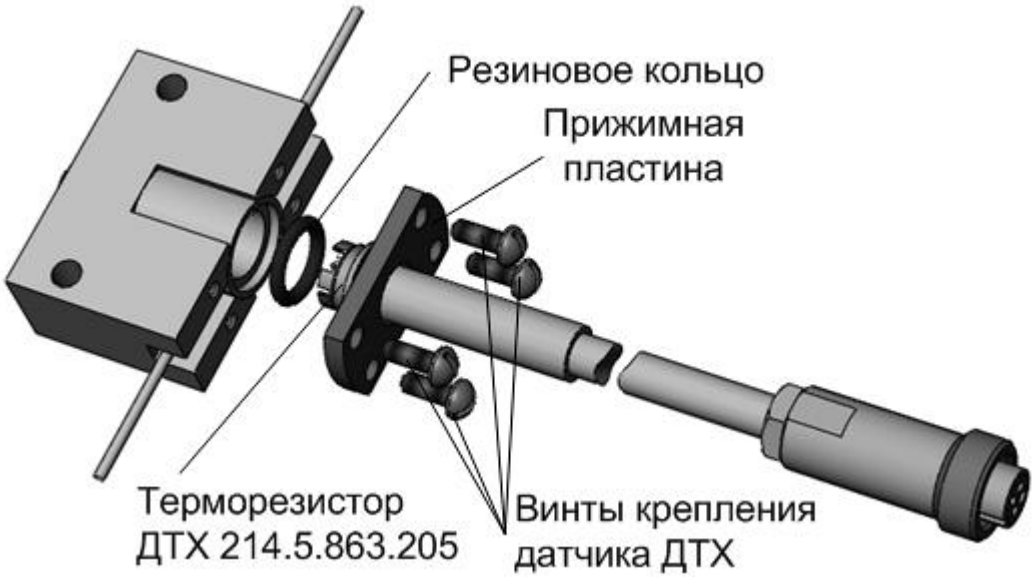


Рисунок 6.7 – Последовательность сборки детектора ДТХ

Действия:

- отсоединить кабель детектора от усилителя;
- снять левую стенку хроматографа и удалить теплоизоляцию;
- снять детектор с нагревательной панели;
- отвернуть 4 винта крепления датчика ДТХ;
- осторожно, извлечь терморезистор из камеры детектора;
- тщательно продуть камеру детектора, визуально проконтролировав наличие посторонних частиц;

- в камеру детектора, установить, на посадочное место, резиновое уплотнительное кольцо.
- установить новый терморезистор. Ключ терморезистора должен быть направлен к верху или низу детектора.
- завернуть 4 винта, после закручивания винтов, зазор между прижимной пластиной терморезистора и корпусом детектора, должен быть равномерным.
- собрать детектор в обратном порядке.

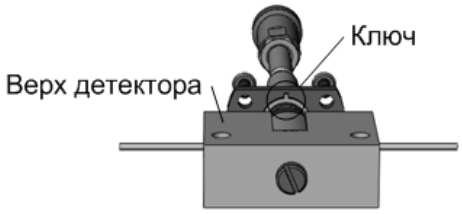


Рисунок 6.8 – Установка терморезистора по ключу

Проверка герметичности ДТХ

Проверка герметичности проводится после смены терморезистора ДТХ или после монтажа подводящих газовых линий.

Действия**:**

- заглушить штуцер подключения колонок;
- заглушить выход детектора ДТХ с помощью переходника 6.115.120 и заглушки 8.632.053;
- установить расход поддувочного газа 100 мл/мин;
- если расход установится, или не упадет с течением времени до 0, то герметичность детектора нарушена. В этом случае необходимо проверить монтаж подводящих газовых линий и подтянуть винты крепления датчика ДТХ;
- если расход упал до 0 мл/мин – детектор герметичен;
- снять заглушки с детектора. При этом следует помнить, что сброс давления в детекторе после проверки герметичности необходимо проводить осторожно, так как сильный поток газа может повредить датчики.

6.5.3 Пламенно-ионизационный детектор

Поджиг ПИД

Поджиг пламенно-ионизационного детектора (ПИД) автоматический, осуществляется после достижения температуры детектора 150 °С. Выполняется семь попыток поджига. Если процедура поджига пламени произошла успешно, то происходит приращение фонового сигнала детектора. В случае, если не произошло приращение фонового сигнала детектора, выдается сообщение об аварии.

Необходимо обратить внимание на то, что детектор не поджигается при не заглушенном входном штуцере детектора, или не присоединенной колонке. Также следует проверить расходы водорода и воздуха.

При подозрении на неисправность свечи поджига (КС–2) ее следует заменить. Запасная свеча имеется в комплекте ЗИП.

Замена свечи поджига:

- отсоединить разъем свечи поджига;
- вывернуть свечу поджига
- заменить свечу поджига на исправную.

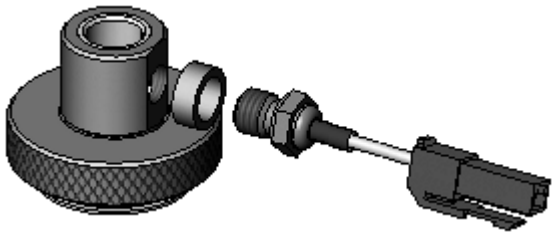


Рисунок 6.9 – Замена свечи поджига

Очистка коллекторного электрода

На коллекторе детектора возможно осаждение в виде белого налета окиси кремния – продукта сгорания неподвижной фазы колонки, а также продуктов сгорания пробы в виде черного налета. При этом может наблюдаться некоторое снижение чувствительности, повышение фона и возрастание шумов выходного сигнала детектора.

Действия:

- Отсоединить свечу поджига. Открутить против часовой стрелки латунную гайку детектора. Снять верхнюю часть детектора.

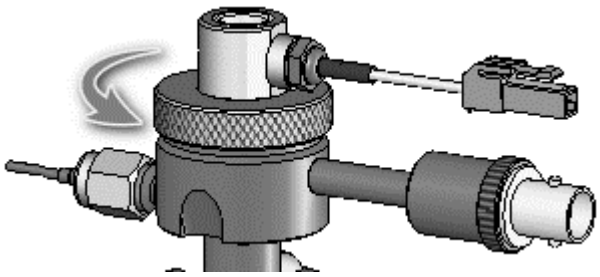


Рисунок 6.10 – Снятие верхней части детектора

- Отсоединить усилитель. Открутить контакт с разъемом для подключения усилителя ПИД против часовой стрелки и извлечь его.

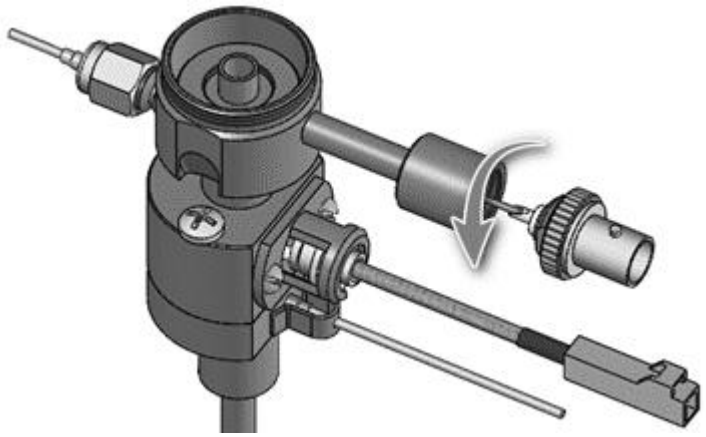


Рисунок 6.11 – Извлечение контакта разъема для подключения усилителя

- Используя пинцет или узкие пассатижи захватить коллекторный электрод за центральный выступ и слегка поворачивая его влево, вправо, извлечь из детектора.

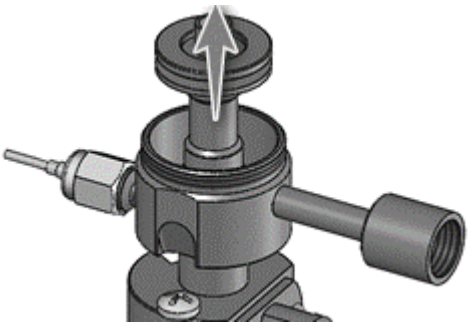


Рисунок 6.12 – Извлечение коллекторного электрода

- Разжав концы пинцета внутри нижнего изолятора извлечь его из детектора.

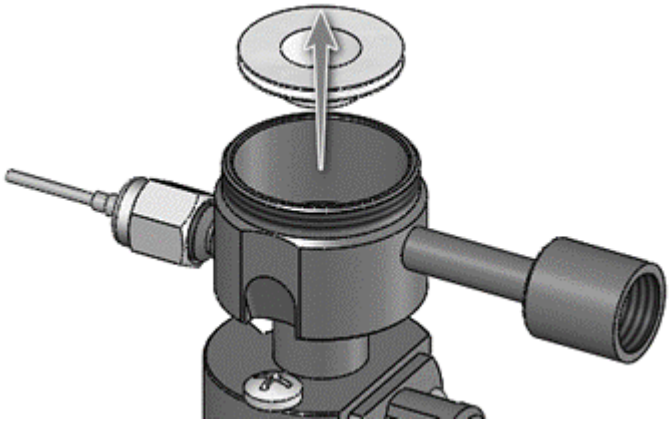


Рисунок 6.13 – Извлечение нижнего изолятора

- Выкрутить из верхней части детектора свечу поджига пламени ПИД.

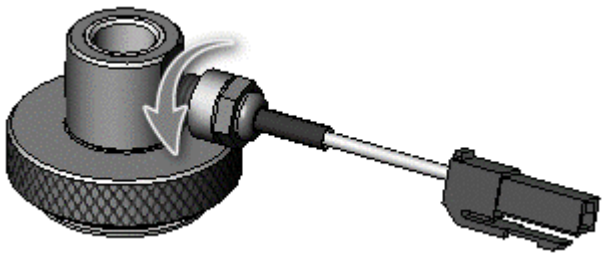


Рисунок 6.14 – Снятие свечи поджига пламени

- Извлечь из верхней части детектора верхний изолятор.

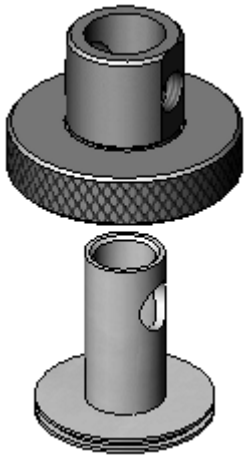


Рисунок 6.15 – Извлечение верхнего изолятора

Коллекторный электрод, шайбу и оба изолятора нужно промыть в ацетоне или спирте. Лучшая промывка достигается в ультразвуковой ванне с растворителем.

После промывки детали протереть чистой безворсовой тканью и просушить при температуре 150 – 200°С в течение 15 минут.

Детектор собирается в обратной последовательности. Промытые детали рекомендуется брать только пинцетом.

Особенности сборки детектора:

При сборке на верхнем и нижнем изоляторе особо тщательно следует осмотреть места, выделенные на рисунке. На них не должно быть грязи и посторонних частиц. В противном случае шумы детектора будут значительно больше нормы.

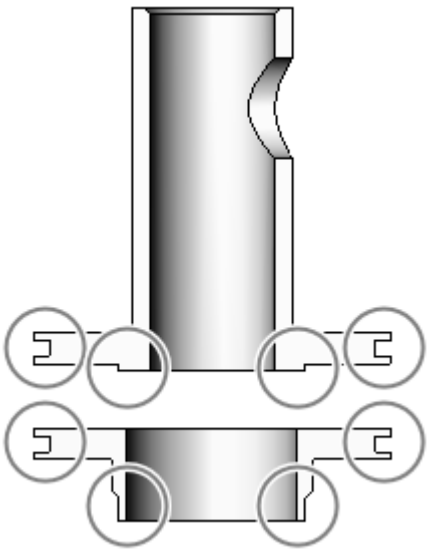


Рисунок 6.16 – Места для тщательного контроля чистоты изоляторов

После установки контакта с разъемом для подключения усилителя ПИД убедитесь, что кончик контакта, ложась на коллектор, не задевает корпуса детектора и выходит в центре канала.

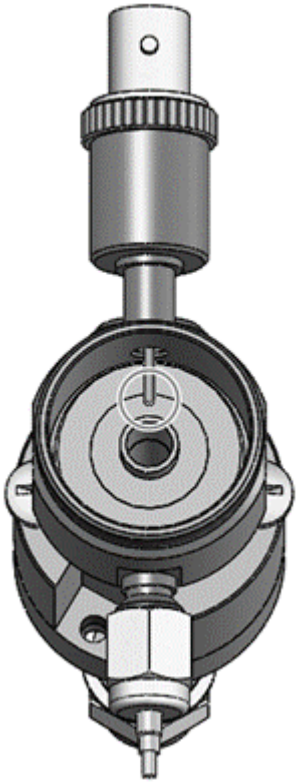


Рисунок 6.17 – Контроль предотвращения замыкания

Для предотвращения замыкания кончика контакта на корпус при завинчивании латунной гайки – верхнюю часть детектора следует придерживать от поворота рукой за свечу поджига.

После сборки детектор рекомендуется прогреть при температуре 350 – 380°С в течение 1– 1,5 часов.

Чистка горелки ПИД

В некоторых случаях возможно загрязнение горелки продуктами пробы.

При очистке горелки следует проявлять осторожность, чтобы не повредить внутреннюю поверхность сопла. Заусенцы в сопле горелки могут приводить к увеличению шумов.

Горелка детектора ПИД является чрезвычайно хрупким узлом детектора. При малейшем ударе или даже небольшом приложении усилий к верхней части детектора керамический изолятор ломается.

Горелку за верхнюю часть не брать!

Демонтаж и монтаж горелки производить только с помощью накидного ключа!

Действия:

- снять верхнюю часть детектора вместе с контактом свечи поджига. Коллекторный электрод можно не извлекать;
- отсоединить трубопровод подачи воздуха;
- снять защитный кожух детектора.
- отсоединить контакт 200 В;
- снять верхнюю часть детектора вместе с коллекторным электродом;
- проявляя максимальную осторожность, чтобы не сломать изолятор демонтировать горелку при помощи накидного ключа на 8 мм. Для избегания срыва ключа с шестигранника горелки, прижимайте его нижнюю часть пальцем;
- при наличии в сопле горелке отложений необходимо проявляя осторожность прочистить её чистой, без лакового покрытия, стальной проволокой диаметром 0,3 мм. После очистки горелку необходимо продуть газом носителем или сжатым воздухом. Рекомендуется также очистка горелки в ацетоне, в ультразвуковой ванне;
- после промывки детали рекомендуется брать только пинцетом;
- собрать детектор в обратной последовательности. Горелку вворачивают без усилий до упора, затем затягивают ключом на 45 градусов.

6.5.4 Фотоионизационный детектор

Фотоионизационный детектор (ФИД) относится к неразрушающим концентрационным детекторам ионизационного типа. Действие его основано на эффекте фотоионизации молекул вещества пробы потоком ультрафиолетового излучения, и последующей регистрацией тока. Источником ультрафиолетового излучения служит газоразрядная лампа с криптоновым наполнением. Регистрация ионного тока происходит в ионизационной камере.

В процессе эксплуатации ФИД неизбежно постепенное загрязнение окна ионизирующей лампы и камеры детектора компонентами пробы и газа носителя, следствием чего, может стать существенное снижение чувствительности детектора. Для устранения этого нежелательного явления рекомендуется, по мере необходимости, производить очистку окна лампы и поверхностей камеры.

При проведении действий по очистке не следует касаться окна лампы руками.



Контакты лампы и камеры находятся под высоким напряжением.

Все действия по сборке и разборке детектора производить только при отключенном питании прибора.

Очистка окна ионизирующей лампы:

- отсоединить разъем питания лампы и разъем подачи напряжения 200 В;
- снять кожух детектора;
- повернуть кожух лампы против часовой стрелки;
- аккуратно снять кожух вместе с лампой;
- извлечь лампу из кожуха;
- окно лампы протереть палочкой с ватным тампоном, смоченным спиртом, до появления характерного "стекольного" скрипа";



Рисунок 6.18 – Отчистка окна ионизирующей лампы

- после очистки лампу выдержать в термостате хроматографа при температуре 100 °С в течение 10 мин;
- собрать детектор в обратной последовательности.

При проведении вышеперечисленных действий не следует касаться окна лампы.

Не следует погружать лампу в растворитель полностью, поскольку это может повредить лампу.

Иногда, в случае сильного загрязнения окна лампы, описанной процедуры очистки недостаточно для восстановления чувствительности детектора. В этом случае необходимо применить процедуру очистки с помощью слабоабразивных чистящих средств типа Comet, Пемоксоль или аналогичных им.

Для очистки выполнить действия:

- Извлечь лампу из детектора
- Намочить окно лампы и палец водопроводной водой.
- Взять на мокрую подушечку пальца 1-2 мм^3 чистящего средства и, слегка касаясь окошка лампы, круговыми движениями протереть его в течение 20...30 сек.
- Тщательно смыть чистящее средство с лампы водопроводной водой.
- Окно лампы протереть палочкой с ватным тампоном, смоченным спиртом, до появления характерного "стекольного" скрипа;
- После очистки лампу выдержать в термостате хроматографа при температуре 100 °С в течение 10...20 мин.

При проведении данной процедуры очистки не исключено появление небольших царапин на окне лампы. Частая и интенсивная очистка слабоабразивными средствами может привести к помутнению окна и потере чувствительности детектора. Не рекомендуется использовать данную процедуру чаще 1 раза в 3 месяца. Не рекомендуется сильно прижимать палец к окну лампы во время очистки.

Замена лампы

По истечении ресурса работы лампы, ее чувствительность постепенно снижается, лампа подлежит замене. Действия при замене лампы аналогичны вышеописанной процедуре снятия и установки лампы при ее очистке.

После замены лампы необходимо провести повторную градуировку прибора.

6.5.5 Пламенно-фотометрический детектор

Устранение нестабильного поджига

Специфичными для детектора ПФД причинами нестабильного поджига могут являться:

- Поврежденный или неправильно установленный капилляр (колонка) в детекторе,
- Слишком холодная верхняя часть детектора (из-за принудительного охлаждения, например в потоке воздуха кондиционера), слышны многократные хлопки из-за образования конденсата.

Устранения низкой чувствительности

Для усиления светового потока в ПФД используется зеркальная поверхность рабочей камеры. В процессе эксплуатации поверхность камеры и защитное стекло загрязняются продуктами сгорания и мутнеют. Светоотражательные характеристики камеры и пропускная способность защитного стекла снижаются, что приводит к уменьшению полезного сигнала детектора.

Для устранения данной проблемы необходимо выполнять периодическую очистку рабочей камеры детектора и защитного стекла (кварцевого диска).

Очистка рабочей камеры детектора:

- с помощью отвертки отвернуть крепежные винты крышки детектора;
- снять крышку;
- с помощью пинцета извлечь из корпуса детектора сменную камеру;
- внутреннюю поверхность камеры протереть с нажимом палочкой с ватным тампоном, смоченным спиртом или ацетоном.

Очистка защитного стекла:

- с помощью отвертки ослабить винт крепления ФЭУ;
- снять ФЭУ;
- снять вентилятор охлаждения.
- отвернуть и снять радиатор ФЭУ 4;
- с помощью пинцета извлечь прижимную втулку защитного кварцевого диска;
- извлечь пинцетом резиновое кольцо и защитный кварцевый диск;
- очистить кварцевый диск с обеих сторон с помощью тампона, смоченного ацетоном, спиртом или другим растворителем.

Допускается применять для более качественной очистки кварцевого диска такие растворители как "царская водка".

6.5.6 Пульсирующий разрядный детектор

Обслуживание детектора ПРД выполняют периодически или внепланово, если уровень фона превышает 200 мВ.

Причины повышенного фонового сигнала детектора могут быть связаны с примесями в газе-носителе или загрязнением детектора. Это может приводить к снижению чувствительности и возрастание шумов сигнала детектора.

Операции технического обслуживания:

Операции	**Периодичность**
Замена очистителя гелия	Ежегодно или в соответствии с рекомендациями производителя
Очистка электрода	Ежегодно или при повышенном фоне детектора

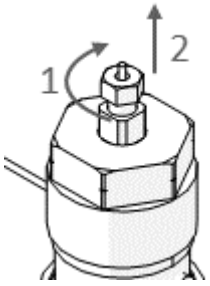
На электроде детектора возможно появление черного налета из-за примесей в поддувном газе, а также в следствии уноса частиц сорбента или неподвижной жидкой фазы из колонки.

Необходимые материалы для очистки электрода:

- Нитриловые перчатки
- Ключ 8 мм, 2 шт.
- Заглушка 6.433.044 (резиновая муфта) или 6.433.084 (металлическая муфта)
- Наждачная бумага (Р1000)
- Пленки для полировки Al2O3 (1 мкм, 2 мкм, 12 мкм)
- Безворсовые салфетки, например Kimwipes®
- Лупа 20Х
- *н*-Гексан
- Изопропанол

Действия при очистке электрода:

- Одним ключом 8 мм зафиксировать корпус детектора, а другим открутить гайку электрода.
- Извлечь электрод.
- Установить вместо электрода заглушку.



- Зачистить конец электрода наждачной бумагой (Р1000).
- Протереть электрод безворсовой салфеткой, смоченной *н*-гексаном.

- Отполировать поверхность электрода с помощью пленок для полировки, начиная с грубой и заканчивая самой мелкой (1 мкм).
- Протереть электрод безворсовой салфеткой, смоченной *н*-гексаном.
- Тщательно протереть электрод безворсовой салфеткой, смоченной изопропанолом.
- Осмотреть электрод с помощью увеличительной лупы 20Х или микроскопа. Если на поверхности присутствуют ямки, царапины или следы эрозии, то электрод следует заменить.
- Открутить заглушку.
- Установить электрод в детектор.
- Закрутить гайку электрода "от руки", затем затянуть ключом на 45°.

6.6 Обслуживание кранов

Кроме устранения возможных утечек (перетечек) газа-носителя или пробы, потребителю не следует самостоятельно устранять возможные неисправности. При их обнаружении следует обратиться к изготовителю или его региональному представителю.

Проверка герметичности

Герметичность газовых каналов крана и прилегающих магистралей может быть проверена:

- в составе хроматографа, без демонтажа рабочей газовой схемы;
- демонтажом газовой схемы, посредством последовательного исключения определенных участков газовых линий.

Проверка герметичности без демонтажа рабочей газовой схемы хроматографа возможна для тех участков газовых магистралей, в которых присутствует избыточное рабочее давление. В кране-дозаторе таким участком является канал потока газа-носителя (в положении "Анализ" канал газа-носителя включает дозирующую петлю). В кране-переключателе избыточное давление определяется рабочей газовой схемой хроматографа и положением крана.

Перед проверкой герметичности следует:

- визуально убедиться в правильности соединения всех газовых линий хроматографа;
- подать рабочее или несколько большее давление (расход) газа-носителя в проверяемые газовые магистрали, убедиться в наличии избыточного давления.

Герметичность проверяют смачиванием мыльным раствором мест подключения трубопроводов и мест соединений дозы с корпусом крана. Утечки устраняют подтягиванием соответствующих штуцеров и, при необходимости, заменой уплотняющих элементов.

При проверке герметичности обмыливанием, избегать затекания мыльного раствора в штуцерные соединения крана.

При подтягивании штуцерных соединений не прилагать чрезмерных усилий.

Проверка герметичности с демонтажом газовых магистралей.

При данном способе проверки следует иметь в виду следующее.

- Герметичность линий можно проверять с помощью электронных регуляторов расхода газа. Причем перед проверкой герметичности необходимо убедится в исправности редуктора, установленного на баллоне с газом-носителем, и самого электронного регулятора расхода.
- Проверка герметичности с помощью электронных регуляторов расхода газа предпочтительна перед другими методами тем, что позволяет обойтись без растворов жидкостей, которые могут затекать в штуцерные соединения и затем попадать в линии и оказывать влияние на компоненты пробы. При этом можно количественно оценить величину утечки.

- Конкретное место утечки можно определить, переставляя заглушки последовательно, исключая определенные участки газовых линий, либо подтягивая уплотнения газовых линий в предполагаемом месте утечки и контролируя показания электронного регулятора расхода газа.
- При проверке герметичности рекомендуется давление в газовых линиях поднимать до значений (0,4±0,04) МПа.
- Редуктор на баллоне не должен натекать при освобождении его регулирующей пружины (обычно при полном выкручивании регулировочного винта редуктора против часовой стрелки).

Проверка редуктора

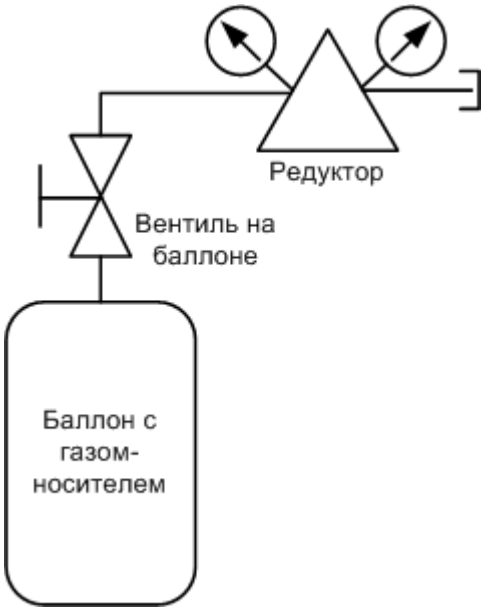


Рисунок 6.19 – Проверка редуктора

- Заглушить редуктор, присоединив к нему штуцер 8.653.195 и заглушку 6.432.002 из комплекта ЗИП хроматографа.
- Установить давление на выходном манометре редуктора (0,4±0,04) МПа.
- Освободить регулирующую пружину редуктора. При этом возможно некоторое кратковременное уменьшение давления на велипричину до 0,05 МПа.
- Проконтролировать изменение давления газа на выходном манометре за 4 часа. Изменение давления газа должно отсутствовать.

Увеличение давления газа на выходном манометре свидетельствует о неисправности редуктора вследствие перетечки газа через регулирующий клапан самого редуктора. Данная неисправность редуктора может привести к ошибкам при проверке герметичности и выходу из строя клапанов регуляторов расхода при работе хроматографа, вследствие натекания газа.

Уменьшение давления газа на выходном манометре свидетельствует о негерметичности редуктора. Данная неисправность может привести к повышенному расходу газа.

Перед проверкой герметичности с помощью электронных регуляторов расхода газа хроматографа рекомендуется убедиться в исправности самих регуляторов расхода, в соответствии с руководством по эксплуатации на хроматограф.

Для проверки герметичности с помощью электронных регуляторов расхода газа рекомендуется следующая последовательность действий.

- Установить заглушку на выход газовой линии или устройства.
- Проконтролировать давление газа на манометре редуктора. Давление газа-носителя должно соответствовать (0,4±0,04) МПа.
- Задать расход на регуляторе расхода не менее 30 мл/мин. После натекания газа в заглушенную полость показания регулятора расхода должны понизиться до значения не более (0,5-0,8) мл/мин.

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

При подтягивании штуцерных соединений не прилагать чрезмерных усилий.

При данной проверке следует иметь в виду следующее.

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

Проверка "перетечек" между каналами в кране

Для кранов важным является отсутствие "перетечки" между каналами в линиях газа-носителя хроматографических колонок и линиях отбора пробы. Для проверки необходимо в газовых линиях создать избыточное давление (0,4±0,04) МПа. Вход анализируемой пробы необходимо заглушить, а газовую линию выхода анализируемой пробы опустить в дистиллированную воду. Наличия выхода пузырьков газа не допускается.

После проверки остатки воды необходимо высушить безворсовой тканью.

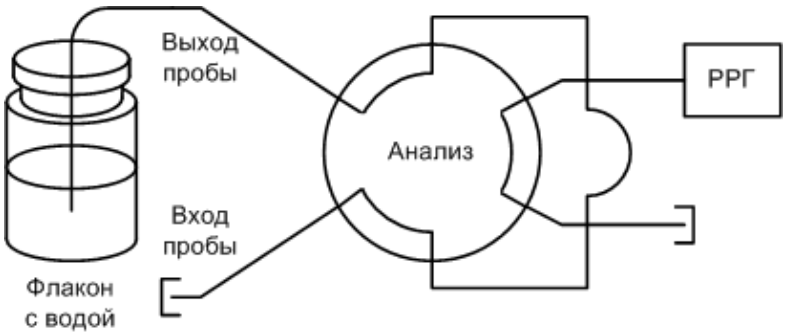


Рисунок 6.20 – Проверка "перетечек"

Рекомендации по промывке каналов крана

Промывку каналов крана, трубопроводов и доз рекомендуется проводить:

- при загрязнении компонентами анализируемой пробы;
- при попадании жидкости анализируемой пробы в каналы крана;
- при невозможности избавиться от остаточных ложных пиков.

Перед промывкой каналов необходимо убедиться, что ложные пики являются следствием именно загрязнений каналов устройства, а не присутствуют в каналах хроматографа или в анализируемой пробе.

При промывке следует учитывать следующие рекомендации.

- Рекомендуется промывать только те участки газовых линий, где возможно попадание компонентов пробы.
- Не следует промывать линии в сборе. Перед промывкой необходимо полностью разобрать газовые магистрали и промывать каждый участок (трубопровод, канал крана и т.д.) отдельно.
- Правильно подобрать растворитель, руководствуясь следующими требованиями. Растворитель должен хорошо растворять предполагаемые загрязняющие компоненты, инертно относиться к материалу промываемых каналов, легко удаляться и отдуваться газом носителем. Предпочтительными растворителями являются этанол, ацетон.
- После промывки тщательно продуть и просушить каналы газом-носителем.

Контроль работы автоматических кранов

Электроприводы автоматических кранов не требуют какого-либо обслуживания, но правильность их работы следует контролировать ежедневно. Параметры их оценки:

- переключения кранов должны совпадать по времени с заданными значениями;
- если переключения крана не произошло или поворот крана неполный, на хроматограмме отсутствуют или не соответствуют по времени пики, расходы газов могут отклоняться от заданных.

При обнаружении дефектов обратитесь к производителю или региональному представителю

6.7 Обслуживание ТДС

6.7.1 Перенабивка и замена сорбционной трубки

Порядок заполнения сорбционной трубки сорбентом описан в п. **Ошибка! Источник ссылки не найден.**.9.

Замена сорбционной трубки производится при окончании срока эксплуатации сорбента.

6.7.2 Замена уплотняющих колец

Замену уплотняющих колец следует выполнять при отключенной электросети.



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

Необходимые инструменты

- Отвертка PH 1 (крестовая)
- Крючок 6.461.001

Необходимые материалы

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

Уплотняющие кольца сорбционной трубки расположены в центральном штуцере байонета и штуцере термостата крана.

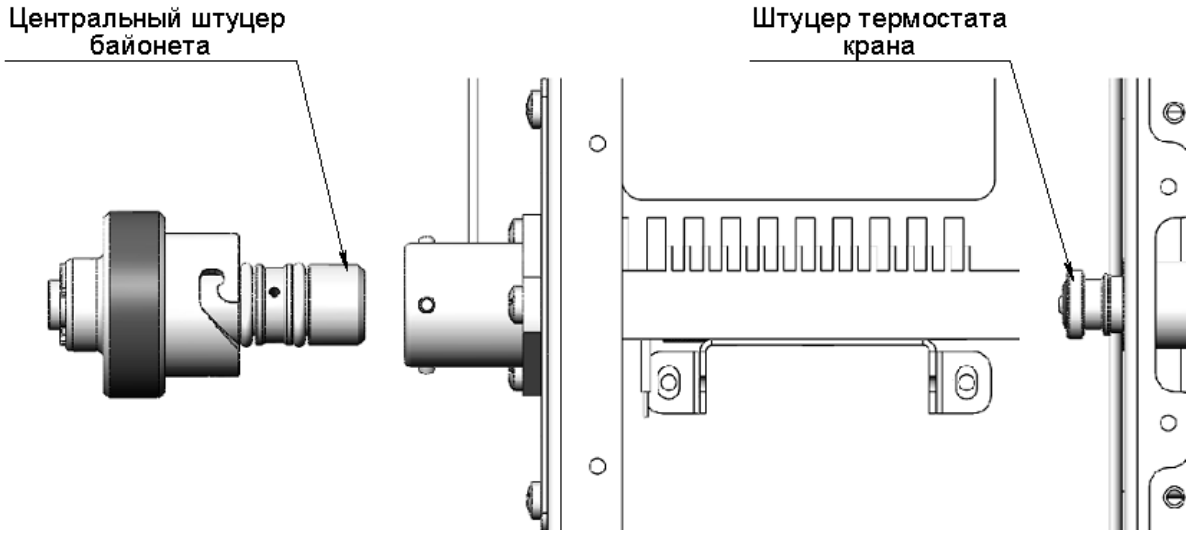


Рисунок 6.21 – Расположение уплотняющих колец сорбционной трубки

Замена кольца центрального штуцера байонета

В центральный штуцер байонета устанавливается кольцо 8.6 85.176.

Действия:

- Крючком 6.461.001 зацепить кольцо и снять его.

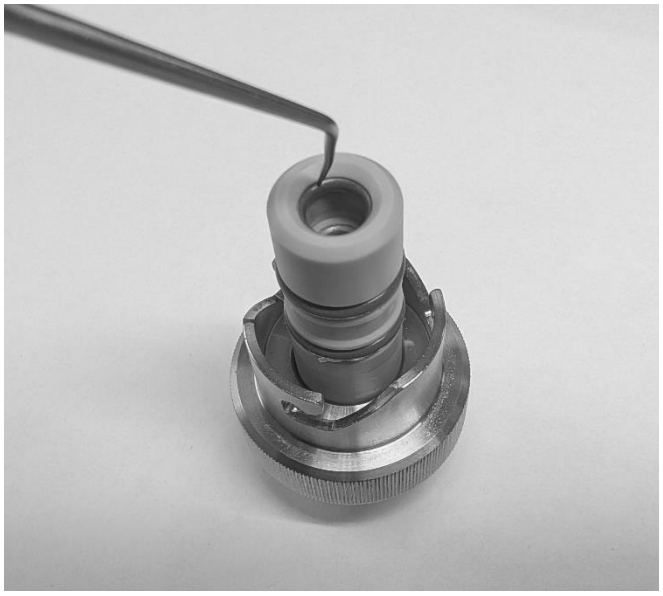


Рисунок 6.22 – Снятие уплотняющего кольца с центрального штуцера байонета

- Очистить канавку от механических частиц ватной палочкой.
- Аккуратно руками установить новое кольцо 8.685.176.

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

Замена кольца штуцера термостата крана

В штуцер термостата крана устанавливается кольцо 8.685.177.

Действия:

- Снять крышку хроматографа открутив 4 винта по периметру.
- Открутить винты, фиксирующие кожух термостата сорбционной трубки.

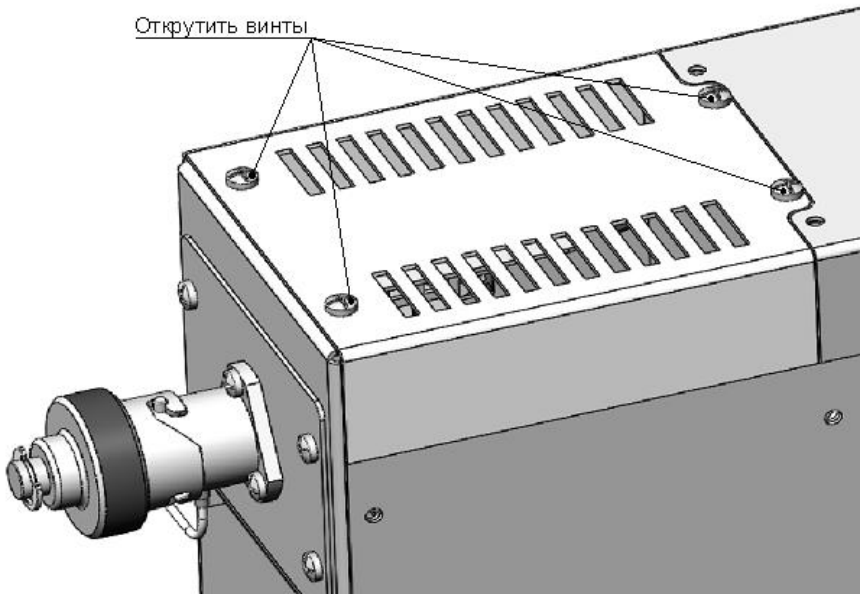


Рисунок 6.23 – Снятие кожуха термостата сорбционной трубки

- Крючком 6.461.001 зацепить кольцо и снять его.
- Очистить канавку от механических частиц ватной палочкой.
- Аккуратно руками установить новое кольцо 8.685.177.

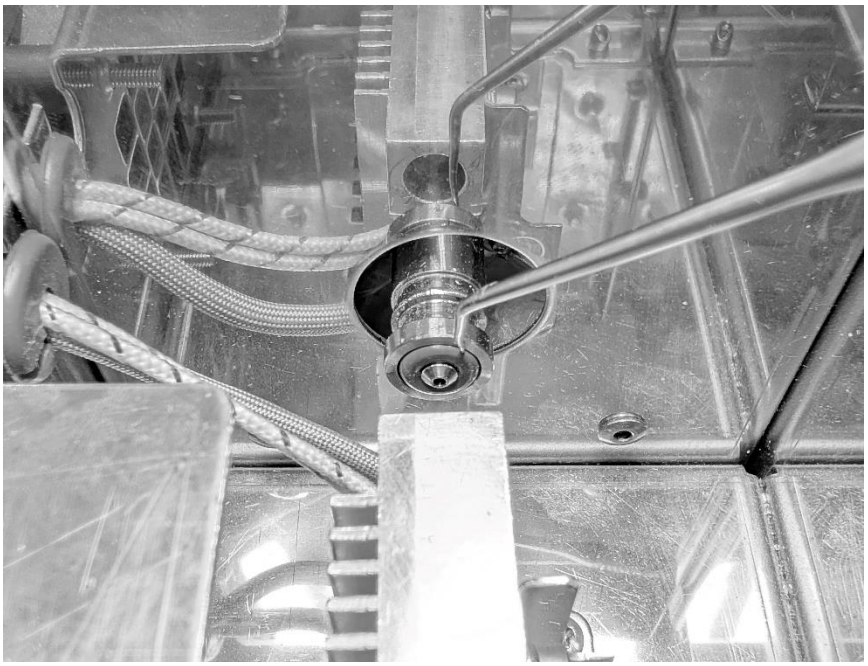


Рисунок 6.24 – Снятие уплотняющего кольца штуцера термостата крана

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

6.7.3 Замена ловушки и колец уплотнения ловушки

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

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

Замену ловушки и уплотняющих колец следует выполнять при отключенной электросети.



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

Необходимые инструменты

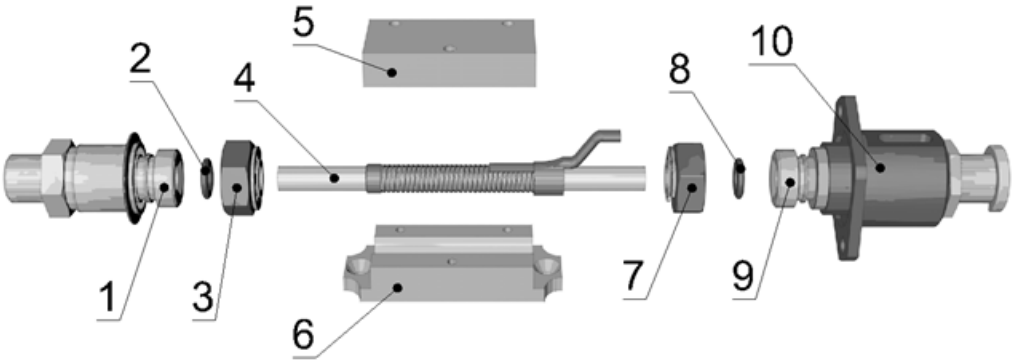
- Отвертка PH 1 (крестовая)
- Ключ гаечный 14

Необходимые материалы

- Ловушка 5.863.328 (тип сорбента зависит от выполняемого анализа)
- Кольцо 8.683.032 – 2 шт.

Действия:

- Снять крышку хроматографа открутив 4 винта по периметру.
- Открутить винты крышки термостата ловушки
- Ослабить винт подвижного штуцера ловушки



1-порт крана ТДС; 2,8-уплотняющее кольцо 214.8.683.032; 3,7-гайка ловушки; 4- ловушка; 5-верх термостата ловушки; 6- низ термостата ловушки; 9-байонет газового ввода ловушки; 10-корпус штуцера ловушки.

Рисунок 6.25 –Сборка ловушки в термостате ловушки ТДС

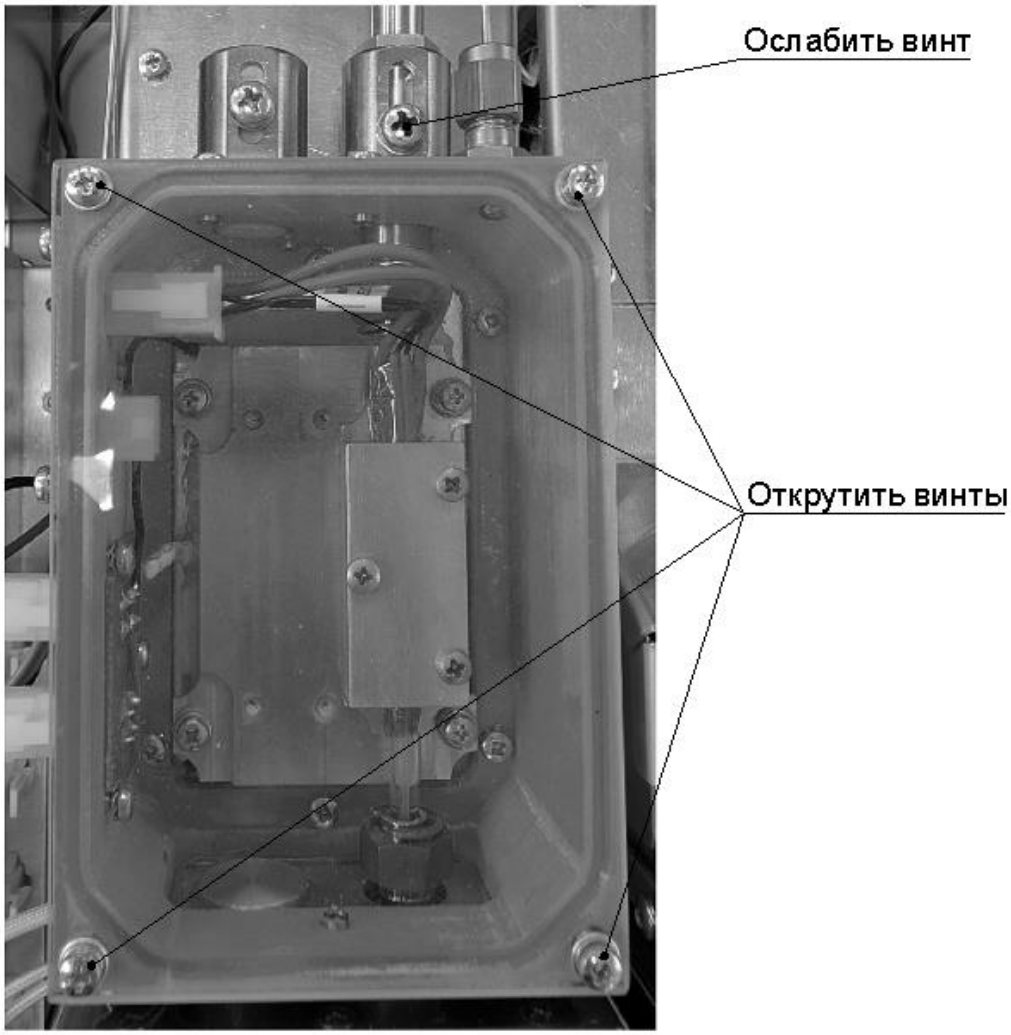


Рисунок 6.26 – Снятие крышки термостата ловушки

- Отсоединить кабель ловушки
- Открутить винты крепления верха термостат ловушки

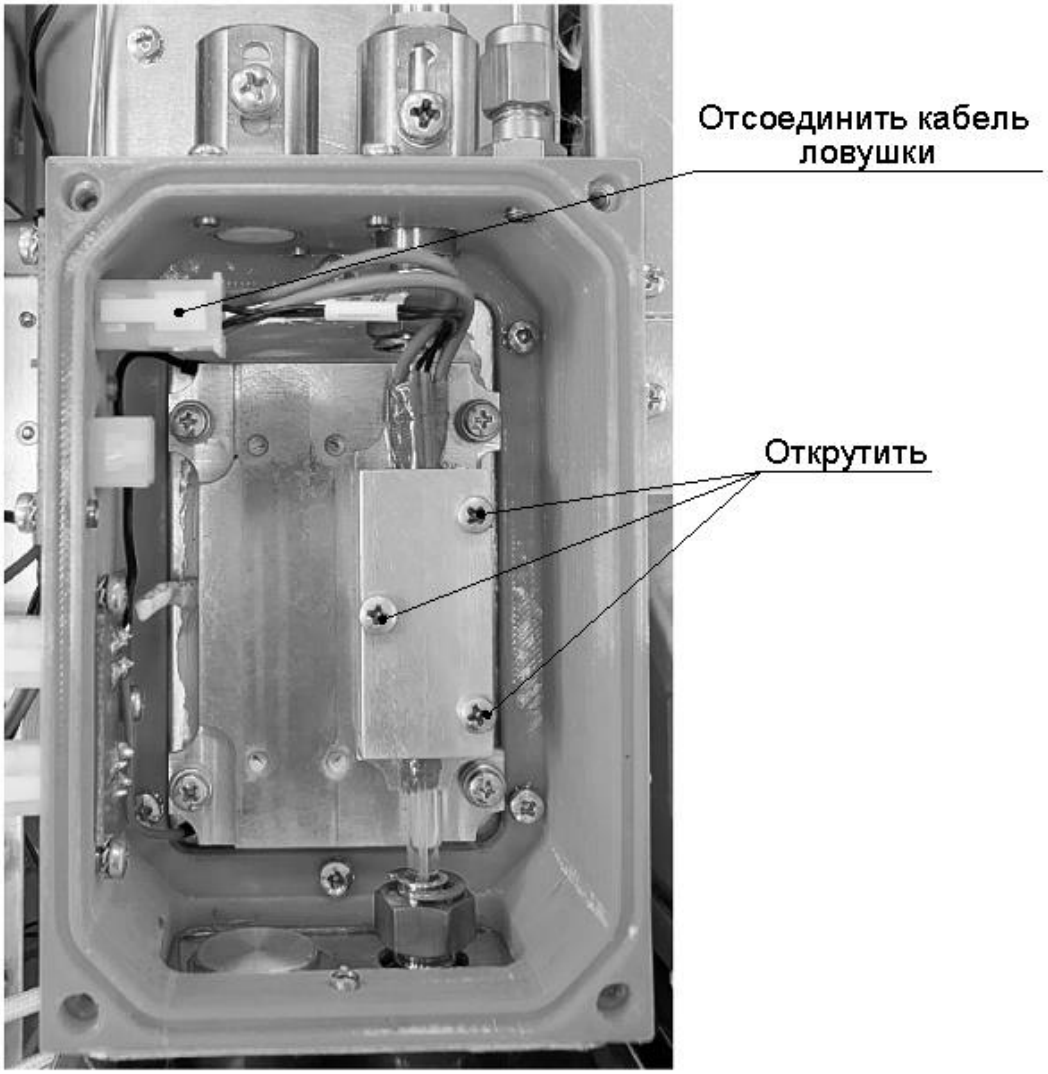


Рисунок 6.27 – Снятие верха термостат ловушки

- Поочередно открутить гайки, фиксирующие ловушку со стороны подвижного штуцера и термостата крана
- Вынуть ловушку.
- Снять два кольца 8.683.032, расположенные с обоих концов ловушки вместе с гайками.
- Установить гайки и кольца 8.683.032 с обоих сторон ловушки.
- Установить новую ловушку сужением в сторону термостата крана.

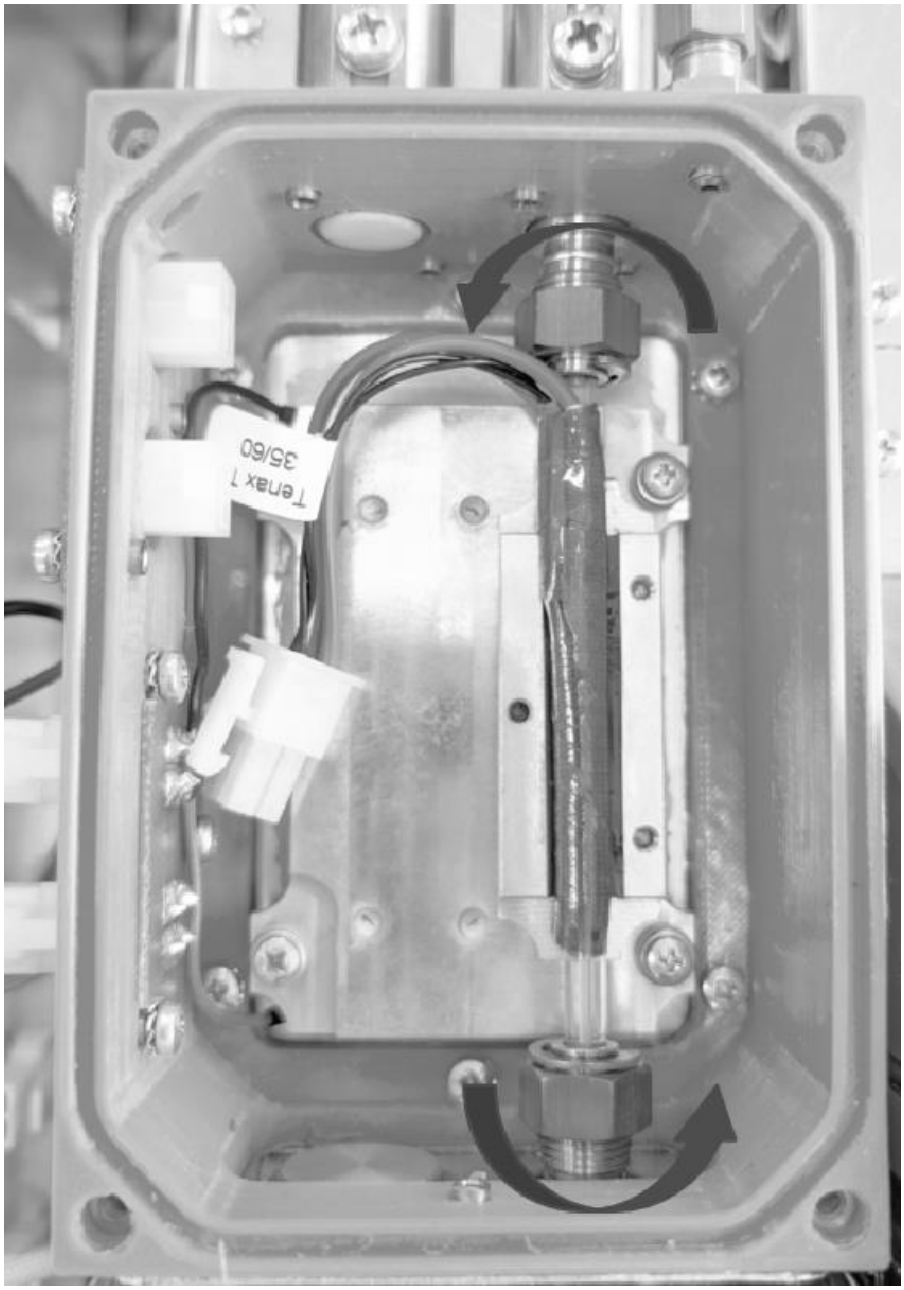


Рисунок 6.28 – Извлечение ловушки

Собрать все в обратном порядке.

Затягивание гаек фиксации ловушки производить "от руки", затем подтянуть гайку ключом на 45-60 градусов.

7 Консервация

Консервация хроматографа выполняется по варианту временной противокоррозионной защиты ВЗ-10 по ГОСТ 9.014. При длительном хранении переконсервация производится через каждые 3 года.

Колонки, компьютерные носители информации должны быть уложены в герметично закрытые полиэтиленовые пакеты.

8 Хранение

Хроматограф в упакованном состоянии должен храниться в закрытом помещении при условиях 2 по ГОСТ 15150:

- температура воздуха от минус 50 до 40 °С;
- относительная влажность воздуха не более 98 % при 25 °С;
- наличие в воздухе пыли, паров кислот, щелочей и других агрессивных примесей недопустимо.

Гарантийный срок хранения, не более 18 месяцев со дня приемки хроматографа ОТК завода-изготовителя. Хранение хроматографа должно осуществляться в упаковке завода-изготовителя.

Хранение Источника резервного питания

Храните источник резервного питания в сухом, прохладном месте с зарядом аккумулятора 60-100%.

При температуре от –10 до +30 °С проверяйте и заряжайте источник каждые шесть месяцев.

При температуре от +30 до +45 °С проверяйте и заряжайте источник каждые три месяца.

9 Транспортирование

Транспортирование хроматографа в упакованном состоянии может осуществляться на любое расстояние любым видом транспорта, кроме негерметизированных отсеков самолета и открытых палуб при соблюдении условий транспортирования.

Условия транспортирования:

- температура окружающей среды от минус 50 до 50 °С;
- относительная влажность воздуха до (95± 3) % при 35 °С;
- наличие в воздухе пыли и паров агрессивных примесей недопустимо.

При транспортировании должна быть обеспечена защита транспортной тары от атмосферных осадков. Недопустимы ударные нагрузки, возникающие при нарушениях правил перевозок.

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.

Особенности транспортировки Источника резервного питания

Выключите и отсоедините источник резервного питания от хроматографа и от блока питания.

10 Правила утилизации

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

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

Источник резервного питания (если поставляется) содержит в своем составе LiFePO4 аккумулятор. Использованные аккумуляторы (или источники резервного питания, включающие аккумуляторы) следует утилизировать отдельно, передавать в соответствующие сервисные центры для утилизации.

Химикаты и органические растворители, обычно используемые при хроматографических измерениях, следует утилизировать в соответствии с принятым нормами. Утилизация через бытовую канализацию недопустима.

Приложение А (справочное). Перечень документов

Перечень документов, на которые даны ссылки в РЭ:

Документ	**Название**
ГОСТ 9.014-78	Единая система защиты от коррозии и старения. Временная противокоррозионная защита изделий. Общие требования.
ГОСТ 12.1.004-91	ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 3022-80	Водород технический. Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6259-75	Реактивы. Глицерин. Технические условия
ГОСТ 9293-74	Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10157-79	Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 13830-97	Соль поваренная пищевая. Общие технические условия
ГОСТ 15150-69	Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды.
ГОСТ 17433-80	Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
ГОСТ 25136-82	Соединения трубопроводов. Методы испытаний на герметичность
ГОСТ Р 52931-08	Приборы контроля и регулирования технологических процессов. Общие технические условия
ГОСТ Р 58698-2019	Защита от поражения электрическим током. Общие положения для электроустановок и электрооборудования
ГОСТ IEC 61010-1-2014	Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования
ГОСТ Р МЭК 61326-1-2014	Оборудование электрическое для измерения, управления и лабораторного применения. Требования электромагнитной совместимости. Часть 1. Общие требования
	Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением

ПР 50.2.006–94	Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения
ТУ 51-940-80	Гелий газообразный. Технические условия.

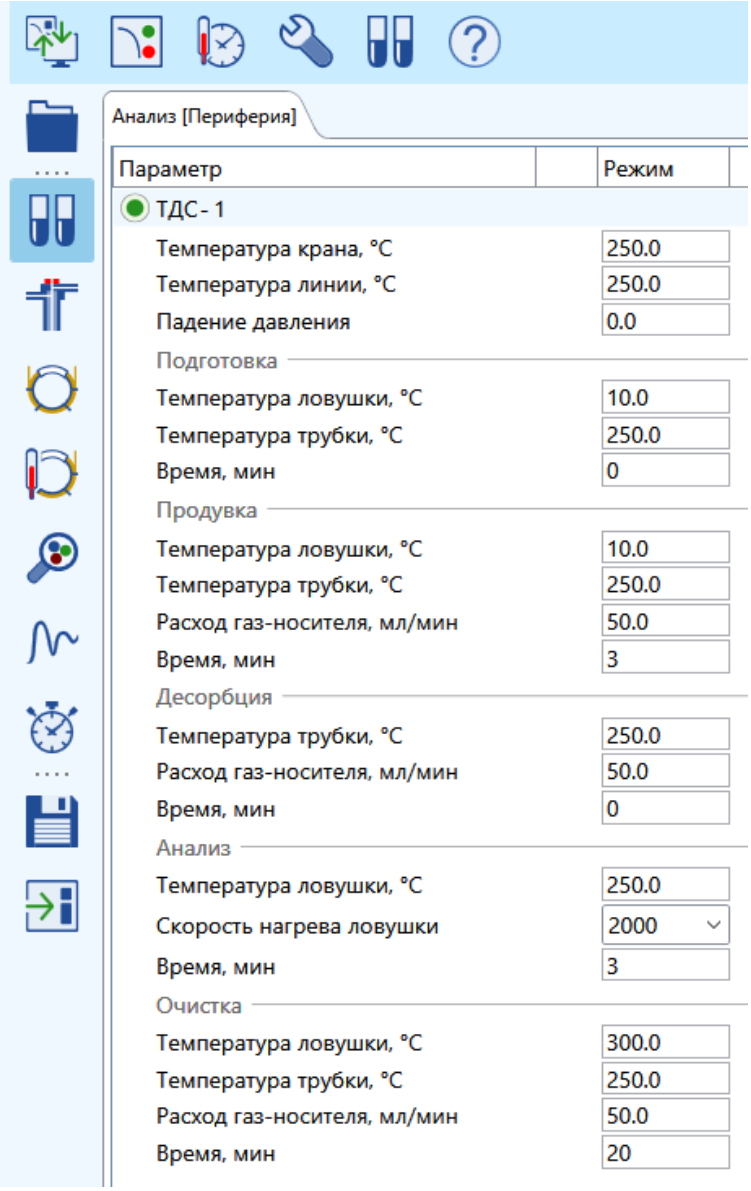
Приложение В. Порядок работы с термодесорбером двухстадийным

Управление термодесорбером с помощью программы "Хроматэк Аналитик"

Задание параметров работы термодесорбера производится одновременно с заданием режима работы хроматографа перед началом измерений. Если "Хроматэк Навигатор" не запущен, запустите его. 

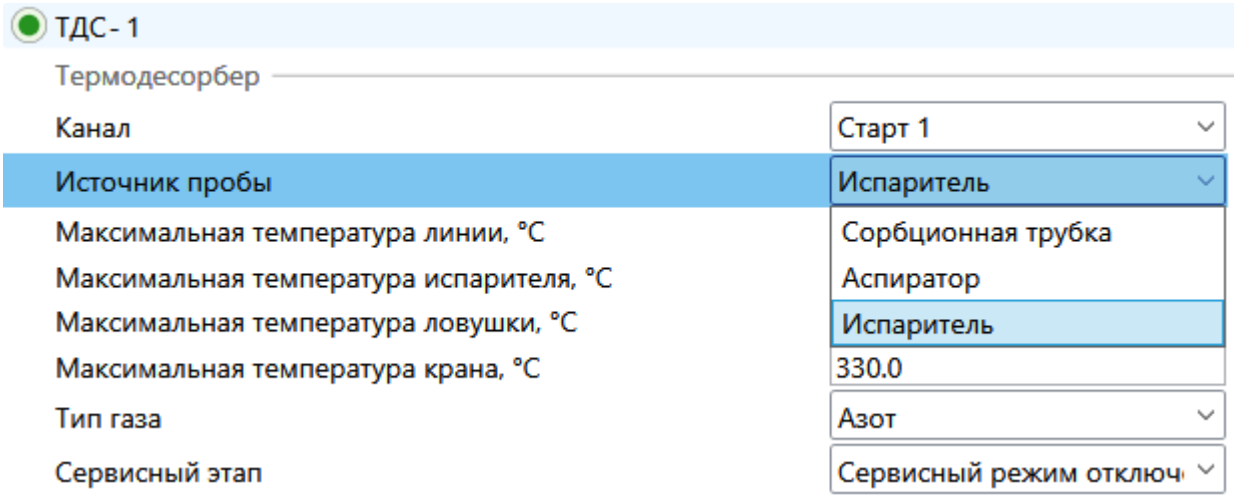
- Далее запустите соединение с прибором с помощью кнопки на рабочем столе "Хроматэк Навигатор". 
- Загрузятся программы "Панель управления" и "Хроматэк Аналитик 3.1". Перейдите на страницу Режим. 
- На боковой панели нажмите на кнопку Периферия. 
- Задайте параметры режима термодесорбера.

Задаваемые параметры режима при работе с сорбционной трубкой показаны на рисунке ниже.



Для смены источника ввода пробы перейдите на страницу Конфигурация. 

На вкладке термодесорбер выберите источник ввода пробы: Испаритель, Сорбционная трубка или Аспиратор.



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.

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

После окончания этапа "Анализ" термодесорбер переходит на этап "Подготовка".

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.

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*-C6 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, летучих спиртов от этанола, метилэтилкетона
Chromosorb 102	Температура кипения от 50 до 200 °C	250	350	Разнообразные ЛОС, включая кислородсодержащие соединения и летучие галогенсодержащие соединения до метиленхлорида
Chromosorb 106	Температура кипения от 50 до 200 °C	250	750	Разнообразные ЛОС, включая углеводороды от *н*-C5 до *н*-C12, а также летучие кислородсодержащие соединения

Сорбент	Диапазон летучести аналитов	Макс. рабочая температура, °C	Удельная поверхность, $м^2/г$	Примеры анализируемых веществ
Carbopack X	От *н*-C3 до *н*-C5	400	240	Летучие углеводороды, ароматические соединения
Carbopack B	От *н*-C5 до *н*-C12	400	100	Разнообразные ЛОС, включая кетоны, спирты, альдегиды (с температурой кипения более 75 °C), все неполярные соединения в указанном диапазоне летучести и перфторуглеродные газы в следовых количествах
Carbopack C	От *н*-C8 до *н*-C20	400	12	Алкилбензолы и алифатические соединения
Carbosieve S-III	Температура кипения от минус 60 до 80 °C. От *н*-C2 до *н*-C5	400	800	Высоколетучие соединения от этана, летучие галогенсодержащие вещества и фреоны
Carboxen 1000	Температура кипения от минус 60 до 80 °C. От *н*-C2 до *н*-C4	400	1200	Высоколетучие углеводороды, летучие галогенсодержащие вещества и фреоны

Сорбенты и их условные обозначения

Сорбент	Условное обозначение
Tenax TA	TTA
Tenax GR	TGR
Porapak N	PN
Porapak Q	PQ
Chromosorb 102	C102
Chromosorb 106	C106
Carbopack B	CB
Carbopack C	CC
Carbopack X	CX
Carbosieve S-III	CSIII

Сорбент	Условное обозначение
Carboxen 1000	C1000
Трубка сорбционная комбинированная	КОМ

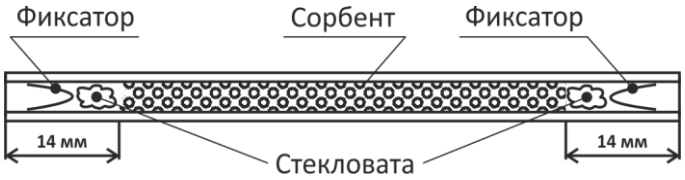
Приготовление сорбционных трубок

При работе с хроматографом с установленным блоком термодесорбера используют сорбционные трубки длиной 89 мм и внешним диаметром 6.35 мм. Трубки могут быть изготовлены из стекла, нержавеющей стали или другого инертного материала. При анализе химически активных веществ, таких как серосодержащие соединения, следует использовать стеклянные трубки.

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

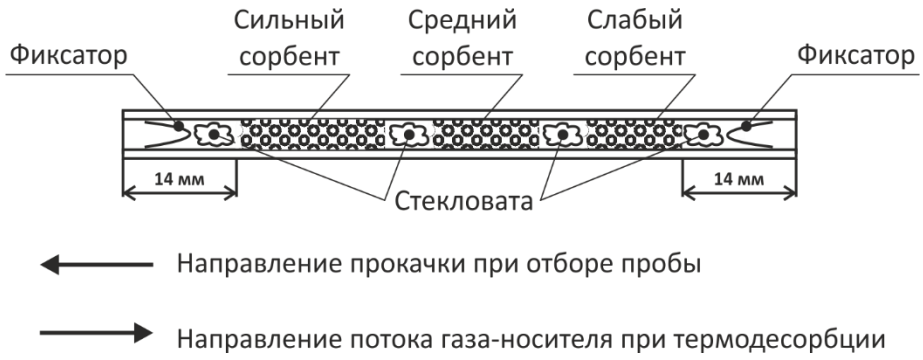
Длина слоя сорбента не должна превышать зону нагрева и отстоять от обоих концов трубки не менее чем на 14 мм, чтобы свести к минимуму погрешности, обусловленные диффузионным проникание при малой скорости прокачки. Для удерживания сорбента в стеклянной трубке используют стекловату или кварцевую вату. 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 275 °C.



Заполнение трубки сорбентом

Если трубка содержит несколько сорбентов, то их располагают по порядку увеличения их силы и отделяют друг от друга слоем стекловаты. Таким образом, проба вводится в направлении от слабого сорбента к сильному, малолетучие компоненты улавливаются слабым сорбентом, а высоколетучие – сильным. Направление отбора пробы показано стрелкой. Десорбция происходит в обратном направлении и малолутечие компоненты не контактируют с сильным сорбентом, что могло бы привести к их необратимой сорбции (**Ошибка! Источник ссылки не найден.**22).



Заполнение трубки несколькими сорбентами

Возможные варианты заполнения трубок несколькими сорбентами приведены в таблице ниже.

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

Сорбционные трубки рекомендуется перенабивать новым сорбентом каждый год или после 100 анализов.

Кондиционирование сорбционных трубок

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

Для быстрого удаления примесей используйте высокий расход инертного газа (100 мл/мин для однослойных трубок или 50 мл/мин для комбинированных). Время кондиционирования новой трубки зависит от типа сорбента и температуры, но в любом случае оно должно быть не менее 1 ч.

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

Температура кондиционирования не должна превышать максимальную рабочую температуру сорбента.

Рекомендуемые максимальные температуры кондиционирования трубок в зависимости от сорбента. 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.

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 X	350
Carbopack B	350
Carbopack C	350
Carbosieve S-III	350
Carboxen 1000	350

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

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

Прокондиционированные сорбционные трубки следует хранить с установленными заглушками или в герметичном контейнере. Подробное описание хранения сорбционных трубок приведено в п. 4.5.13.

Заполнение ловушки

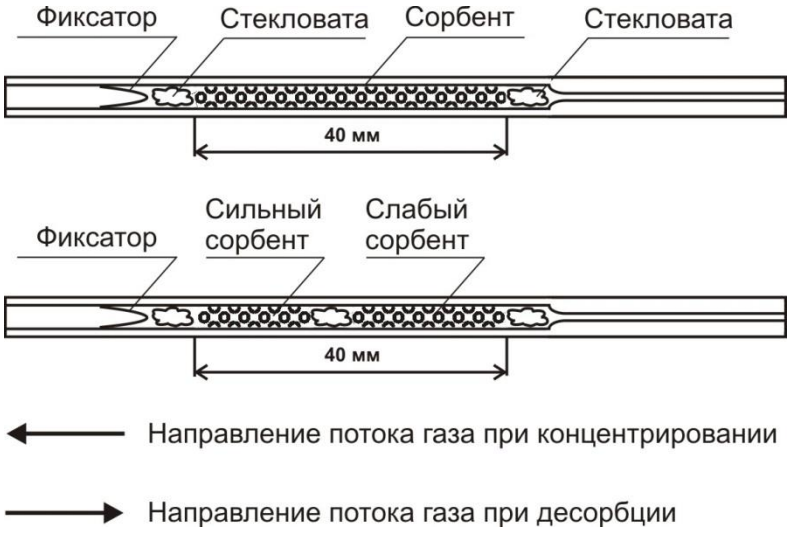
В большинстве случаев ловушка заполняется таким же сорбентом, который используется в сорбционной трубке. Поскольку ловушка концентрирует вещества при низкой температуре и через нее пропускается небольшой объем газа, ее можно заполнить более слабым сорбентом, чем тот, который используется в трубке (Таблица 4.7).

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 X	Carbopack X
Carbopack B	Carbopack B или Tenax GR или Tenax TA
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	Двухслойная ловушка (Tenax TA и Carbosieve S-III)
Tenax GR / Carbopack B / Carboxen 1000	Двухслойная ловушка (Tenax GR и Carboxen 1000)

Сорбент трубки	Сорбент ловушки
Carbopack B / Carbosieve S-III / Carboxen 1000	Двухслойная ловушка (Carbopack B и Carbosieve S-III)
Carbopack C / Carbopack B / Carbosieve S-III	Двухслойная ловушка (Carbopack C и Carbopack B)
Carbopack C / Carbopack B / Carboxen 1000	Двухслойная ловушка (Carbopack C и Carbopack B)

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.



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.

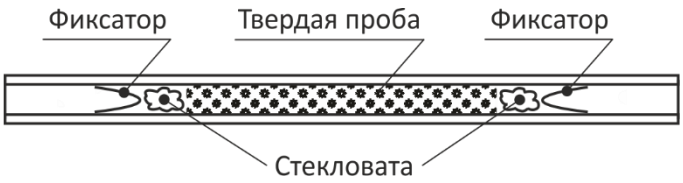
После заполнения ловушка кондиционируется.

Анализ твердых проб

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

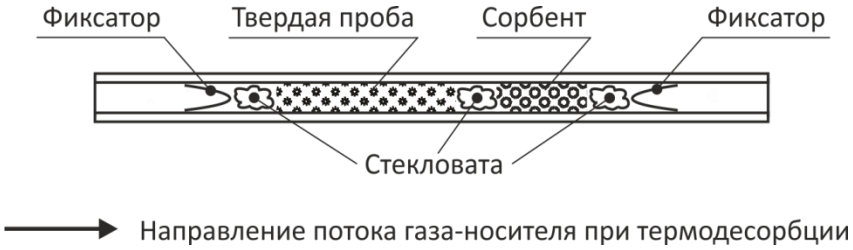
Полное извлечение летучих компонентов из твердых проб возможно только для высокодисперсных гомогенных систем. В остальных случаях метод термодесорбции дает только информацию о составе, которую можно использовать, например, при сравнении нескольких образцов или построении профиля продукта ("отпечаток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

Твердую пробу помещают в центральную часть трубки и фиксируют двумя заглушками из стекловаты. Для предотвращения уноса стекловаты потоком газа устанавливают фиксаторы (Рисунок 4.27).



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 4.28).



Размещение сорбента перед твердой пробой

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

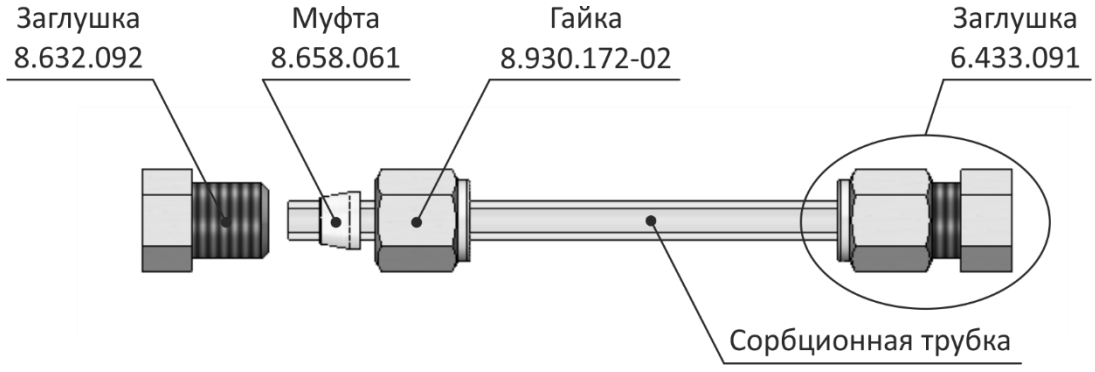
Хранение трубок

Для герметичного хранения сорбционных трубок используют заглушки 6.433.061.

Порядок установки заглушки 6.433.061:

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

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



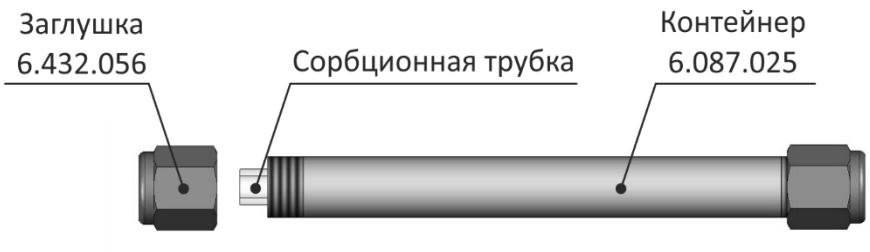
Установка заглушки на сорбционную трубку

Вместо заглушек для хранения сорбционных трубок может быть использован контейнер 6.087.025.

Порядок установки сорбционной трубки в контейнер 6.087.025:

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

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



Установка сорбционной трубки в контейнер

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

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

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

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

Общие рекомендации по проведению анализа

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

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

Заглушки и контейнеры для хранения сорбционных трубок, если они не используются, следует хранить в чистой герметичной емкости (например, в эксикаторе). При длительном хранении

заглушки или контейнеры для сорбционных трубок могут сорбировать органические загрязнения из окружающего воздуха. Также после использования заглушек и контейнеров при герметизации сорбционных трубок на них может оставаться незначительное количество примесей. Для очистки заглушки помещают в ультразвуковую ванну с изопропанолом на время от 10 до 15 мин. После этого их тщательно промывают дистиллированной водой и высушивают при 60 °С 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.

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