ХРОМАТОГРАФЫ ГАЗОВЫЕ

214.2.840.039РЭ "Хроматэк-Кристалл 5000"

214.2.840.075РЭ "Хроматэк-Кристалл 9000"

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

ЧАСТЬ 1

ОПИСАНИЕ И РАБОТА. ОБЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ

Редакция 12.02.2025

ОГЛАВЛЕНИЕ

1 Состав руководства по эксплуатации 6

2 Введение 6

2.1 Меры безопасности 7

2.2 Условия эксплуатации 8

2.3 Технические характеристики 8

2.4 Комплектность 10

3 Устройство хроматографа 11

3.1 Газовые регуляторы 17

3.1.1 Общая информация 17
3.1.2 Регуляторы расхода и давления электронные 18
3.1.3 Проверка расходов газов 21
3.1.4 Проверка давлений газов 23

3.2 Фильтры 25

3.2.1 Фильтр 5.886.001 27
3.2.2 Фильтр 5.884.048 28
3.2.3 Фильтр 5.884.064 28
3.2.4 Фильтр 5.884.065 29
3.2.5 Фильтр 6.112.008 29
3.2.6 Фильтр 5.884.015 30
3.2.7 Техническое обслуживание фильтров 30

3.3 Термостаты 33

3.3.1 Температурные зоны хроматографа 33
3.3.2 Термостат колонок 35
3.3.3 Дополнительный термостат колонок 37
3.3.4 Метанатор 38

3.4 Газовые линии и делители потоков 41

3.4.1 Трубопроводы и подключение газовых линий 41
3.4.2 Коллекторы и тройники 42
3.4.3 Делители потока 45
3.4.4 Проверка герметичности соединений газовых линий 46

3.5 Пневмосопротивления 49

3.6 Клапаны 52

3.7 Элементы управления и индикации 53

3.8 Процессорный модуль ПМ3 54

3.8.1 Расположение плат 54
3.8.2 Этапы работы и световая индикация 60
3.8.3 Работа с клавиатурой 62
3.8.4 Меню клавиши КОНТР 63
3.8.5 Меню клавиши МЕТОД 67
3.8.6 Меню клавиши КОНФИГ 71
3.8.7 Меню клавиши ОПЦИИ 78
3.8.8 Меню клавиши ИНФО 80
3.8.9 Меню клавиш СИГН, ДЕТ, ТМП, ИСП, КРАН, ВУ 80

4 Подготовка к работе 82

4.1 Операции с насадочными колонками 82

4.1.1 Общие сведения 82
4.1.2 Подготовка уплотнительных элементов колонок 84
4.1.3 Подготовка устройств для установки колонки 85
4.1.4 Установка насадочной колонки 85

4.2 Операции с капиллярными колонками 86

4.2.1 Размещение колонки в термостате 86
4.2.2 Подготовка колонки к установке 87
4.2.3 Установка капиллярной колонки 88

4.3 Кондиционирование колонок 89

4.3.1 Подготовка колонки к кондиционированию 89
4.3.2 Кондиционирование насадочных колонок 90
4.3.3 Кондиционирование капиллярных колонок 90
4.3.4 Другие способы регенерации колонок 91

4.4 Подготовка жидких и газообразных проб 91

4.4.1 Пробоподготовка 91
4.4.2 Подготовка жидких проб 92
4.4.3 Общие рекомендации по подготовке проб газа 92

4.5 Операции с микрошприцами 93

5 Работа с хроматографом 94

5.1 Управление хроматографом 94

5.2 Проверка работоспособности 94

5.3 Порядок работы 95

5.3.1 Включение хроматографа 95
5.3.2 Выполнение измерений 96
5.3.3 Завершение работы 97

6 Техническое обслуживание 98

6.1 Виды технического обслуживания 98

6.2 Текущее техническое обслуживание 99
6.3 Периодическое техническое обслуживание 100
6.4 Расходные материалы для хроматографа 101
7 Возможные неисправности и рекомендации по их устранению 105

1 Состав руководства по эксплуатации

Руководство по эксплуатации на хроматографы газовые "Хроматэк-Кристалл 5000" и "Хроматэк-Кристалл 9000" состоит из следующих частей:

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

2 Введение

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.

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

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

- Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000" исполнение 1, 214.2.840.039 (далее К5000.1).
- Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000" исполнение 2, 214.2.840.039-01 (далее К5000.2).

Они входят в состав комплекса аппаратно-программного для медицинских исследований на базе хроматографа Хроматэк-Кристалл 5000 ТУ 9443-004-12908609-99.

- Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 9000" (далее К9000) 214.2.840.075 входит в состав "Хроматэк-Кристалл 9000" ТУ 4381-010-12908609-2013.

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

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

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

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

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

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

2.1 Меры безопасности

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

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

2.2 Условия эксплуатации

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

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

Климатическое исполнение хроматографов: УХЛ категории 4.2 по ГОСТ 15150.

2.3 Технические характеристики

Характеристики, контролируемые при выпуске прибора или его ремонте, приведены в формулярах:

- 214.2.840.043ФО (Хроматэк-Кристалл 5000).
- 214.2.840.073ФО (Хроматэк-Кристалл 9000).

В таблице технических характеристик (Таблица 2.1) количество детекторов приведено без учета масс-спектрометрического детектора (МСД), так как конструктивно он является внешним устройством по отношению к хроматографу и устанавливается рядом с ним.

Передача данных от хроматографа:

- цифровая по интерфейсу Ethernet (USB допускается использовать при отсутствии Ethernet; интерфейс RS232 используется только для диагностических целей, поставляется по заказу);
- аналоговая с программируемым электронным аттенюатором (шкала самописца 10 мВ) (отдельное исполнение по заказу)

Характеристики в соответствии с техническими условиями: общие требования, требования надежности, требования по электромагнитной совместимости, комплектности, маркировке, упаковке, требования безопасности, правила приемки приведены:

- для хроматографа "Хроматэк-Кристалл 5000" в составе комплекса в Руководстве по эксплуатации комплекса 214.2.849.043РЭ.
- для хроматографа "Хроматэк-Кристалл 9000" в Руководстве по эксплуатации хроматографа 214.2.849.073РЭ.

Таблица 2.1 – Технические характеристики хроматографов

Параметр	**Значение**
Габаритные размеры хроматографа: (ширина, глубина, высота), мм	460, 590, 480
Электрическое питание	Сеть переменного тока 220В, 50Гц
Потребляемая мощность, Вт	пиковая 2500 средняя 700
Относительное СКО (RSD) по площади пика (для смеси С10-С16 в изооктане или октане) с детектором ПИД при автоматическом дозировании, не более, %	0.3
Термостат колонок	
Диапазон температур (без дополнительных устройств)	от Токр.+4°С до 450 °С
– с устройством вентиляции термостата	от Токр.+3°С до 450 °С
– с системой захолаживания	от -15 °С до 450 °С
Шаг задания температуры	0,1 °С
Скорость программирования нагрева (по линейному закону)	от 0,1 до 125 °С/мин
Число ступеней программирования температуры (нагрева/охлаждения):	33
Длительность ступени программирования	Не ограничена
Время охлаждения от 450°С до 50°С, при Токр.≤ +22°С	5.5 мин
– с устройством вентиляции термостата	3.3 мин
Размеры зоны установки колонок (ширина, глубина, высота), мм (объём, л) Опционально	250, 170, 290 (12.3) 250, 194, 190 (14.0)
Управление газовыми потоками	
Полное электронное управление газовых потоков	Да
Максимальное давление газа-носителя на входе, МПа	от 0,36 до 1,25
Максимальное число каналов регулирования	до 18-ти
Максимальный диапазон расходов газа, мл/мин	От 0 до 1250
Минимальный шаг задания давления, во всем рабочем диапазоне	0,01 кПа или 0,001 psi
Максимальное деление потока	1:12500
Размещение устройств в хроматографе	
Количество испарителей	до 3–х
Количество детекторов	до 4–х
Количество кранов	до 6-ти

Диапазоны рабочих температур расходов и давлений газов, максимальная потребляемая мощность могут быть ограничены индивидуально в каждом хроматографе для оптимизации и удобства и повышения уровня безопасности условий работы прибора. Данные настройки выполняются в пользовательских и экспертных параметрах конфигурации.

Характеристики в соответствии с техническими условиями: общие требования, требования надежности, требования по электромагнитной совместимости, комплектности, маркировке, упаковке, требования безопасности, правила приемки приведены:

- для хроматографа "Хроматэк-Кристалл 5000" в составе комплекса в Руководстве по эксплуатации комплекса 214.2.849.043РЭ.
- для хроматографа "Хроматэк-Кристалл 9000" в Руководстве по эксплуатации хроматографа 214.2.849.073РЭ.

2.4 Комплектность

Комплект поставки хроматографа приведен в документах, приведенных ниже (Таблица 2.2):

Таблица 2.2 – Документы, содержащие информацию о комплектности

Изделие	**Документ**
Комплекс аппаратно-программный для медицинских исследований на базе хроматографа "Хроматэк-Кристалл 5000"	Формуляр 214.2.840.043ФО
Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 9000"	Формуляр 214.2.840.073ФО

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

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

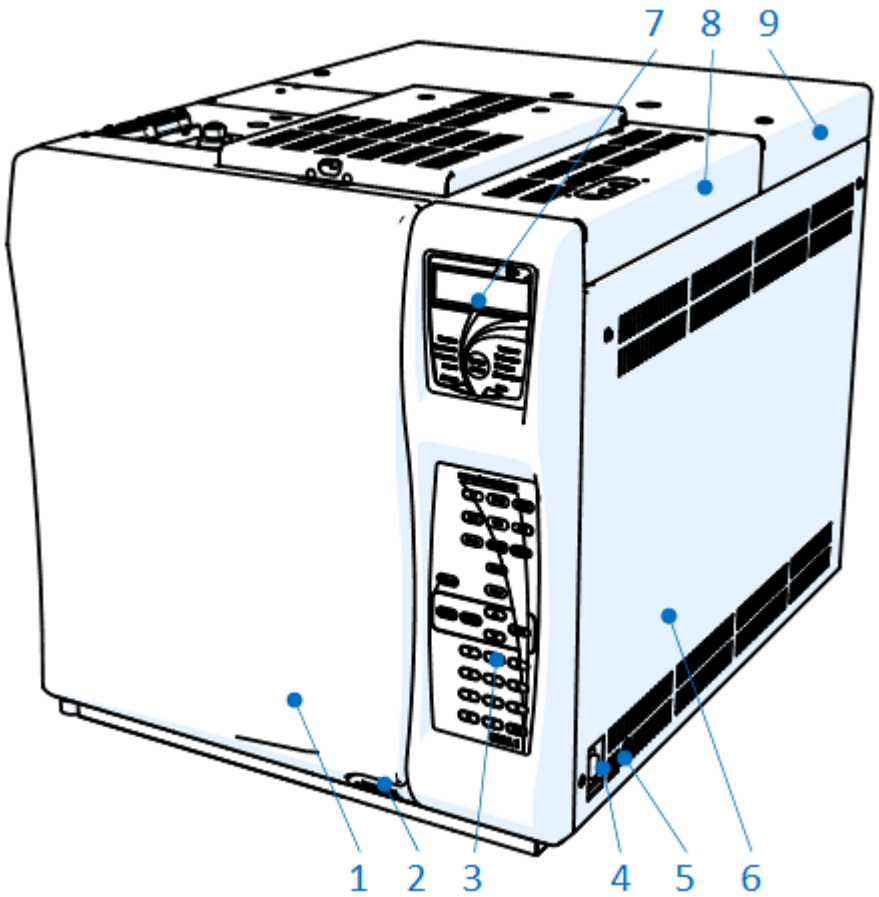
3 Устройство хроматографа

Хроматограф конструктивно представляет собой настольный прибор, состоящий из функциональных узлов, размещенных в корпусе. Встроенные детекторы, испарители и краны расположены на аналитической платформе под верхней передней крышкой ГХ. Газовые регуляторы, клапаны расположены на аналитической платформе под верхней задней крышкой. Электронные платы расположены главным образом под правой боковой крышкой.

Масс-спектрометрический детектор не входит в состав хроматографа и является самостоятельным прибором, способным работать как совместно с хроматографом, так и без него.

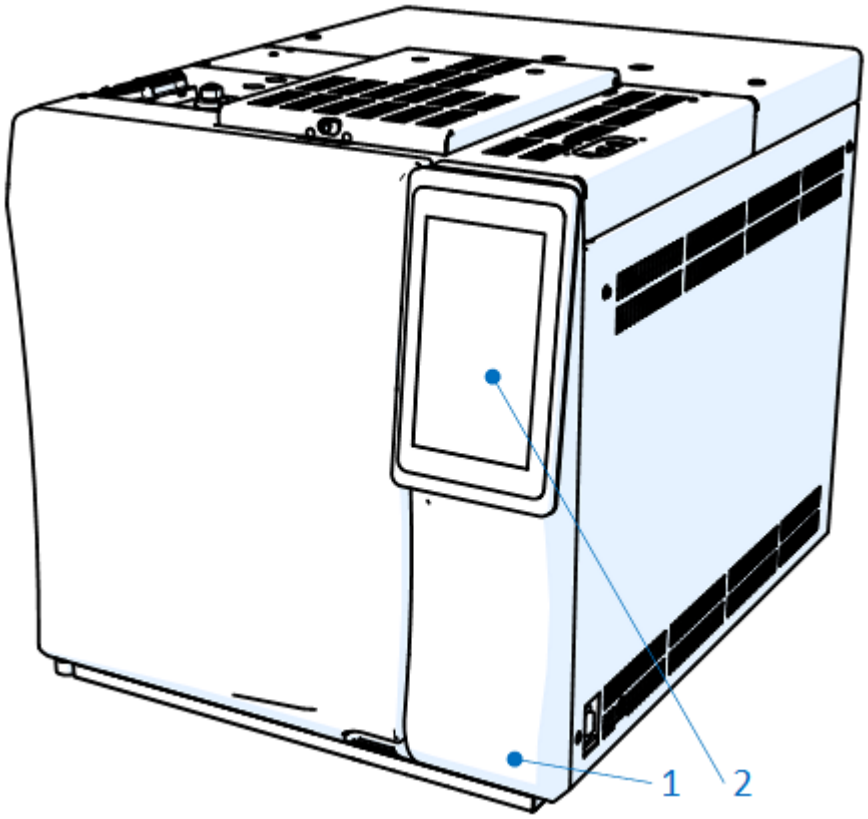
Общий вид хроматографов "Хроматэк-Кристалл 5000", исполнений 1 и 2, а также ("Хроматэк-Кристалл 9000" показан на рисунках ниже.

В соответствии с пожеланиями заказчика хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000.1" может быть укомплектован панелью управления с кнопочной клавиатурой и текстовым четырёхстрочным дисплеем или сенсорным дисплеем.



1 – дверь термостата колонок, 2 – клавиша открытия двери, 3 – встроенная клавиатура (только для К5000.1, 4 – кнопка включения хроматографа, 5 – разъем подключения выносной клавиатуры (только для К5000.2, К9000), 6 – крышка электронного отсека, 7 – индикаторная панель, 8 – верхняя передняя крышка, 9 – верхняя задняя крышка.

Рисунок 3.1 – Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000.1 (9000)". Общий вид



1 – индикатор "Сеть", 2 – сенсорный дисплей.

Рисунок 3.2 – Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000.1" со встроенным сенсорным дисплеем. Общий вид

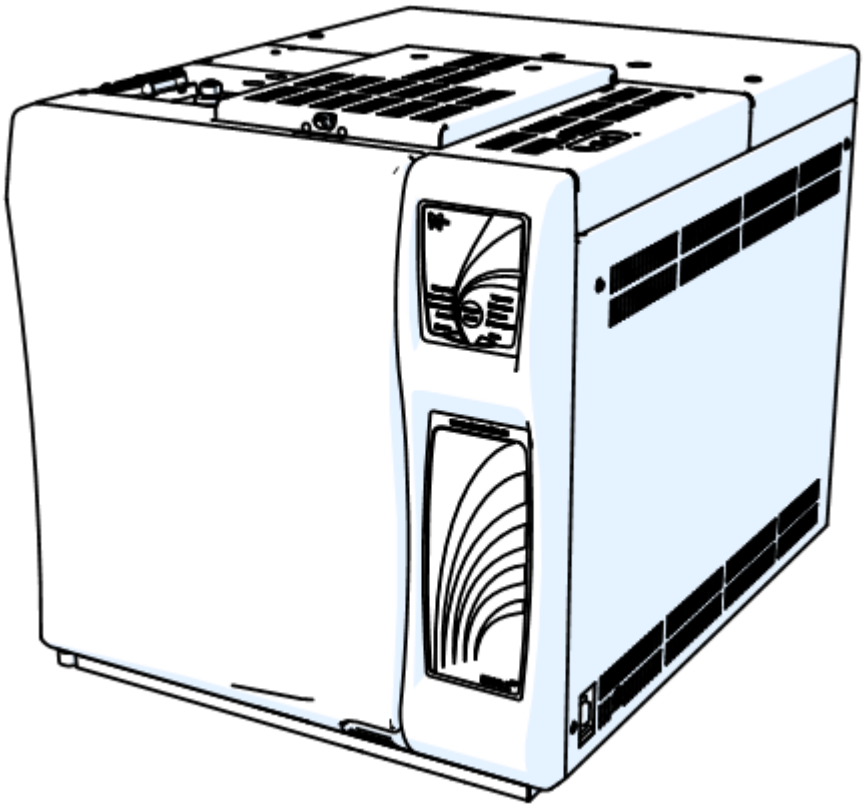
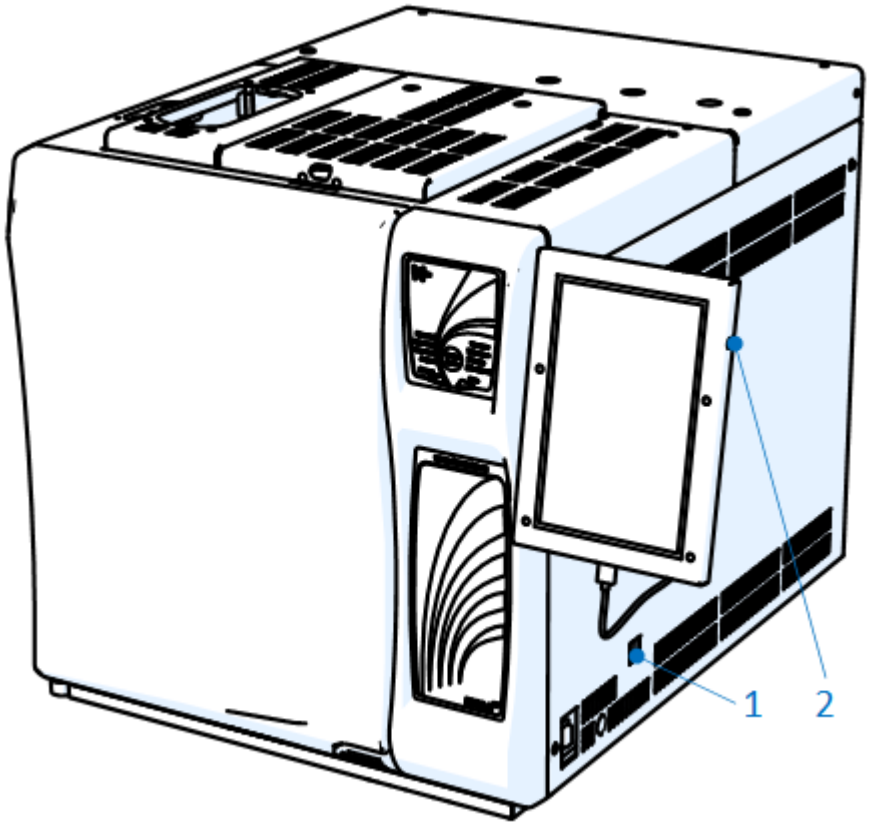


Рисунок 3.3 – Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000.2"

По отдельному заказу хроматограф может быть укомплектован дополнительной сенсорной панелью управления 5.104.030.

В отличие от встроенного сенсорного дисплея (Рисунок 3.2), данная панель управления реализована съёмной, на базе планшетного компьютера с операционной системой Windows

Панель управления крепится на правой боковой крышке хроматографа с помощью держателя 1Э-8181.



1 – разъем USB для подключения кабеля питания планшетного компьютера; 2 – кнопка включения панели управления

Рисунок 3.4 – Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000.2" с панелью управления 5.104.030 на базе планшетного компьютера

Планшетный компьютер с помощью USB-кабеля подключается к соответствующему разъему на правой стенке хроматографа.

На планшетном компьютере устанавливается программа "Панель управления" из пакета ПО "Хроматэк Аналитик".

Связь панели управления с хроматографом осуществляется по беспроводной сети Wi-Fi с помощью роутера, входящего в комплект поставки дополнительной панели управления.

Подключение роутера к хроматографу и компьютеру описано в разделе 3.8.6 инструкции по установке хроматографа.

Версия программы "Панель управления", установленная в планшетном компьютере аналогична версии для ПК. Настройка роутера описана в разделе 2.2.4, особенности работы – в разделе 7.7 руководства пользователя "Хроматэк Аналитик".

Панель управления включается автономно. Выключается панель автоматически при выключении хроматографа.

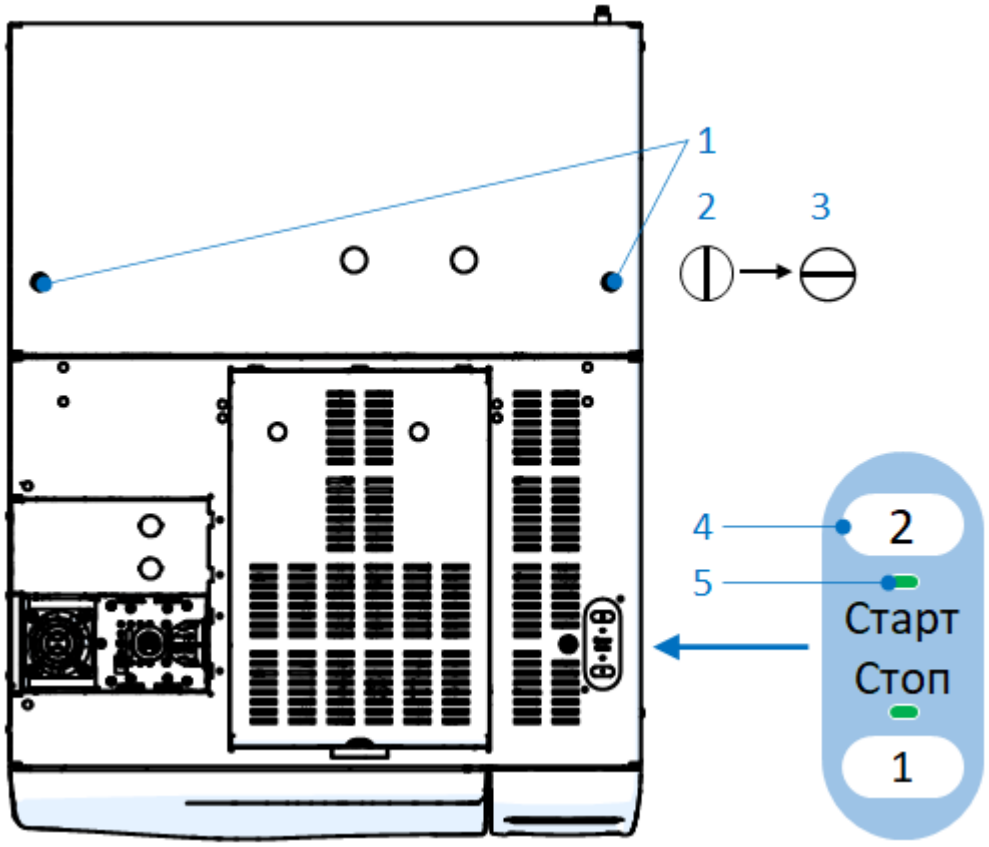
Вышеописанные особенности касаются только внешней съёмной панели управления (Рисунок 3.4) и не относятся к встроенному дисплею (Рисунок 3.2). Для него не требуется Wi-Fi роутер.

При наличии внешнего или встроенного сенсорного дисплея оператору доступны функции:

- Задание режима и конфигурации ГХ и МСД.
- Контроль состояния ГХ, контроль диагностических параметров.
- Просмотр и запись сигналов детекторов и диагностических сигналов (графики изменения температур, расходов и давлений газов, напряжений и т.п.).
- Обеспечение работы хроматографа, МСД и внешних устройств без персонального компьютера



В правом и заднем отсеках хроматографа присутствует опасное для жизни напряжение сети. Запрещается снимать крышки отсеков если вилка подключена к сети.



1 – фиксаторы крышек, 2 – положение "закрыто", 3 – положение "открыто", 4 – дополнительные кнопки старта и остановки анализа, 5 – дополнительный индикатор готовности.

Рисунок 3.5 – Хроматограф. Вид сверху

Для доступа к детекторам, испарителям поверните фиксатор передней крышки и откройте ее. Для доступа к регуляторам и клапанам снимите верхнюю заднюю крышку предварительно повернув фиксаторы в положение "Открыто".

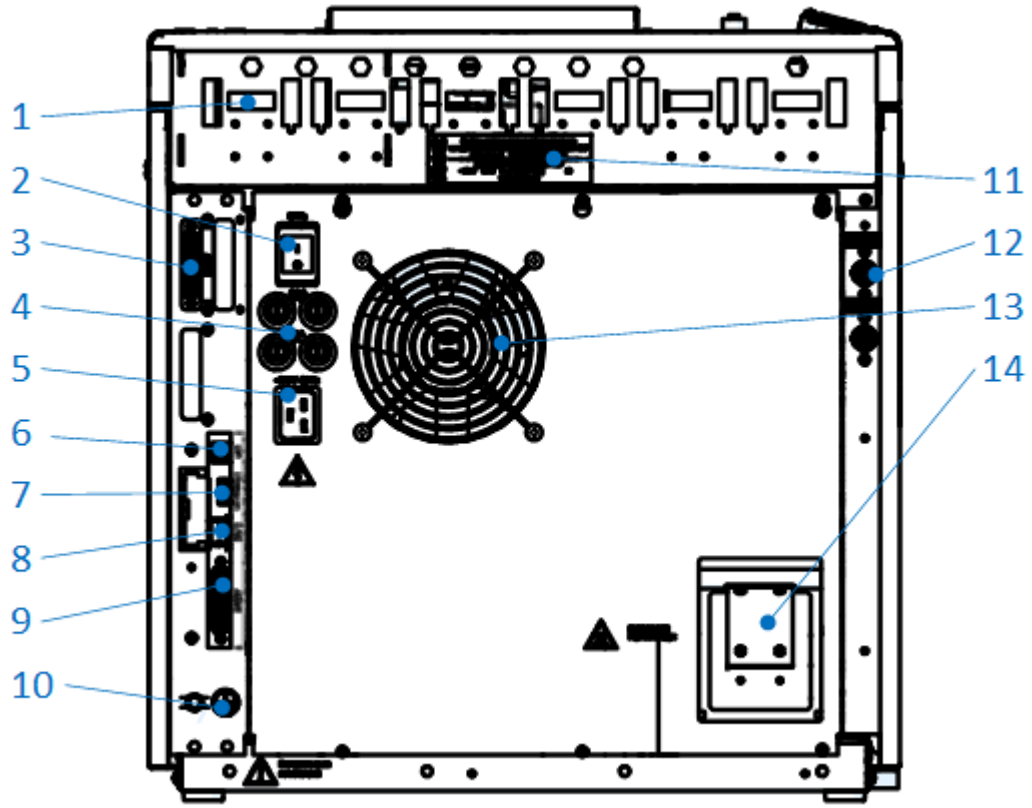
Панели управления хроматографом имеют ряд общих элементов управления и индикации, расположенных на панели индикации:

- световые индикаторы;
- кнопка запуска и остановки анализа;

Хроматограф К5000.1 имеет текстовый дисплей и клавиатуру. Хроматографы К5000.2 и К9000 по заказу оснащаются внешней клавиатурой.

Световые индикаторы панели индикации (Рисунок 3.29) отображают информацию о текущем состоянии прибора (см. п.3.8.2).

Основные этапы работы хроматографа и соответствующая им световая индикация приведены в разделе 3.8.2.



1 – штуцеры подключения газов; 2 – кнопка включения блока питания; 3 – разъем RS-232; 4 – блок предохранителей; 5 – разъем кабеля питания; 6 – разъем подключения кабеля USB к компьютеру; 7 – разъем подключения съемного USB-накопителя; 8 – разъем подключения кабеля Ethernet (LAN); 9 – разъем подключения периферийных устройств "Хроматэк"; 10 – клемма заземления; 11 – бирка с серийным номером хроматографа; 12 – разъемы синхронизации старта с МСД и дозаторами; 13 – вентилятор заднего отсека; 14 – заслонка термостата колонок.

Рисунок 3.6 – Хроматограф. Вид сзади

Сведения о конструкции, использовании и техническом обслуживании детекторов, испарителей, кранов приведены в части 2 данного руководства по эксплуатации.

Доступ к детекторам при установленных на испарители устройствах (например, дозатор автоматический жидкостный) возможен при поднятии верхней передней крышки.



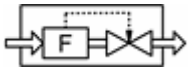
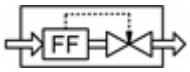
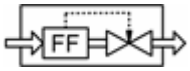
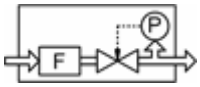
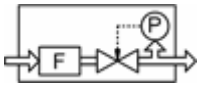
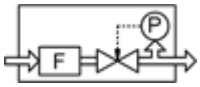
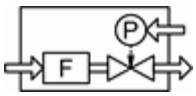
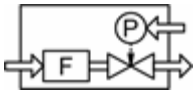
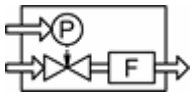
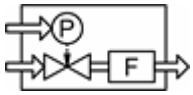
В процессе циклов охлаждения через выходные вентиляционные отверстия термостата колонок (Рисунок 3.6, соответствует поз.14) выходит горячий воздух, который может вызвать ожоги. Не допускается располагать какие-либо предметы ближе, чем на (40–50) см к вентиляционному отверстию.

3.1 Газовые регуляторы

3.1.1 Общая информация

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

Таблица 3.1 – Типы регуляторов расхода и давления

Тип и обозначение	**Входное давление, кПа**	**Схема**	**Параметр**	**Диапазон**
РРГ-10-02 Регулятор расхода	360-1250		Расход	10 – 500 мл/мин
РРГ-10D-02 Регулятор расхода, быстродействующий	360-1250		Расход	1 – 500 мл/мин
РРГ-10Н-03 Регулятор расхода, быстродействующий	360-1250		Расход	5 – 1250 мл/мин
РРГ-11-02 Регулятор давления	360-700		Давление Расход	5 – 450 кПа 10 – 500 мл/мин
РРГ-11Н-02 Регулятор давления	360-1250		Давление Расход	20 – 1050 кПа 10 – 500 мл/мин
РРГ-11Н-03 Регулятор давления	360-1250		Давление Расход	20 – 1050 кПа 5 – 1250 мл/мин
РРГ-11А2-02 Регулятор давления	360-700		Давление Расход	5 – 450 кПа 10 – 500 мл/мин
РРГ-11Н2-03 Регулятор давления	360-1250		Давление Расход	20 – 1050 кПа 5 – 1250 мл/мин
РРГ-11U-02 Регулятор давления "до себя"	20–600		Давление Расход	20 – 450 кПа 10 – 500 мл/мин
РРГ-11U-03 Регулятор давления "до себя"	20–1250		Давление Расход	20 – 1050 кПа 5 – 1250 мл/мин
Измеритель расхода газа и давления (ИРГД) (Индикатор)	20-1250 (датчик расхода) 20-400 (датчик давления)		Давление (абсолютное) Расход (Индикатор)	20 – 400 кПа 10 – 500 мл/мин
Измеритель расхода газа (ИРГ)			Расход (Измеритель)	20 – 450 мл/мин (γ=$\pm$ 4%)[1]

Регулятор давления механический	10-1000	Расход	(1-5) мл/мин

[1] Основная приведенная погрешность измерения расхода

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

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

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

Задание параметров давления для регуляторов РРГ-11 (все типы) возможно в единицах **кПа** (по умолчанию) или в **psi**. Дискретность задания может варьироваться от 0.1 единицы до 0.001, например, 0.001 psi. Настройки выполняются в экспертных параметрах конфигурации.

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

3.1.2 Регуляторы расхода и давления электронные

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

В обозначении РРГ закодированы его базовые характеристики и конструктивные особенности:

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

Ниже показан общий вид регуляторов (Рисунок 3.7), и подключение трубопроводов (Рисунок 3.8).

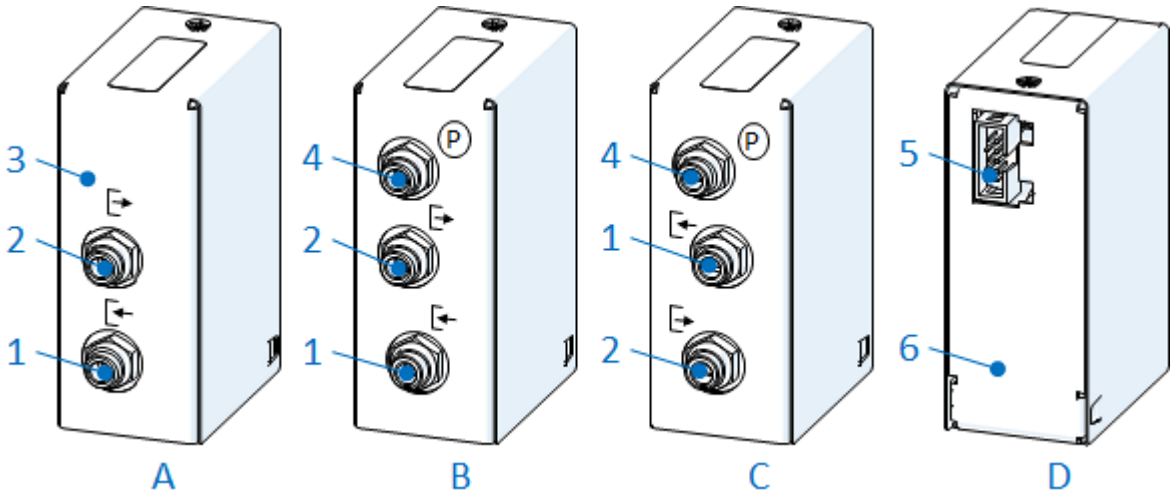
Все регуляторы РРГ-10 содержат управляющий электромагнитный аналоговый клапан и преобразователь расхода газа в напряжение, соединенные между собой.

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

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

Регуляторы РРГ-10-02, РРГ-10D-02 обеспечивают постоянный массовый расход газа при давлении газа на выходе от 0 до 350 кПа и давлении газа на входе от 360 до 700 кПа. Для стабильной работы регулятора расхода рекомендуется, чтобы перепад давления между входом и выходом регулятора был не менее 50 кПа.

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



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

B – РРГ11A2-02, РРГ11H2-03;

C – РРГ11U-02, РРГ11U-03;

D – Вид сзади.

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

Рисунок 3.7 – Электронные регуляторы расхода газа

Измеритель расхода газа и давления (ИРГД) (Индикатор)– измеряет массовый расход газа по тепловому принципу. Имеет дополнительно датчик абсолютного давления. ИРГД (Индикатор) предназначен для наблюдения за изменением величины расхода и давления без оценки их значений с нормированной точностью.

Измеритель расхода газа (ИРГ) имеет схожую с ИРГД конструкцию. Может применяться для измерения расхода анализируемого газа с нормированной метрологической характеристикой – Основной приведенной погрешностью измерения расхода газа.

Калибровка и первичная поверка ИРГ осуществляется на газе азоте заводом изготовителем.

Для измерения расхода других газов необходим пересчёт значений в соответствии с таблицей.

Таблица 3.2 – Газовые коэффициенты

Газ	**Формула**	**Относительный коэффициент при 20°С и 1 атм.**
Азот*	N2	1,00
Аргон*	Ar	1,40
Водород*	H2	1,01
Воздух	Воздух	1,00
Гелий*	He	1,41
Кислород	O2	0,98
Метан	CH4	0,76

* для отмеченных газов поправка вводится в ПО автоматически при задании типа газа, для остальных газов необходим перерасчёт "вручную" относительно заданного типа газа "азот".

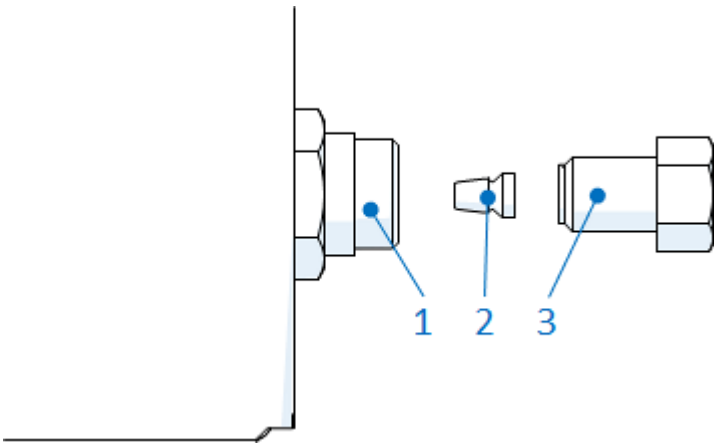
Штуцеры РРГ имеют обозначения, важно обращать на них внимание при подключении:

Вход газа

Выход газа

Штуцер датчика давления

Штуцер для подключения инертного газа для продувки корпуса



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

Рисунок 3.8 – Подключение трубопроводов к штуцерам РРГ

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Следует иметь в виду, что в атмосфере гелия сигнал датчиков расхода смещается – значение расхода может отличаться от 0 при закрытых клапанах. Величина смещения зависит от индивидуальных особенностей датчика расхода и давления газа, подаваемого в прибор (продувочный расход ограничивается пневмосопротивлением, встроенным в штуцер).

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

Программное обеспечение "Хроматэк Аналитик" позволяет задавать параметры регулятора для каждого газового канала в отдельности.

3.1.3 Проверка расходов газов

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

При проверке правильности работы РРГ оцениваются следующие параметры:

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

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

В случае обнаружения несоответствия "электрического нуля" и фактического расхода заданному, можно откалибровать регулятор расхода газа по процедуре, описанной в руководстве пользователя ПО "Хроматэк Аналитик", раздел 7.5. Сервисные операции. Калибровка датчика расхода. Данная функция поддерживается для версии микропрограммы центрального модуля 03.21.16.625, программы Панель управления 2.0.12.0 и выше).

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

Проверка герметичности РРГ:

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

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

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

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

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

Проверка соответствия измеренного расхода газа заданному значению:

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

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

Проверка соответствия показаний фактического расхода РРГ заданному значению

Проверку производят после проверки герметичности РРГ.

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

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

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

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

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

3.1.4 Проверка давлений газов

Проверяют соответствие фактических величин давлений заданным.

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

- Открыть верхнюю крышку прибора.
- Отсоединить от газового выхода проверяемого регулятора расхода газа трубопровод и подключить вместо него тройник 6.453.148.
- К одному из выходов тройника 6.453.148 подключить пневмосопротивление 5.150.010 или 5.150.015, к другому выходу тройника подключить манометр.
- Включить прибор и задать в проверяемом канале давление газа.

- Через 10 мин после задания проверить соответствие фактического давления газа заданному значению.
- Если измеренное значение давления газа отличается от заданного более ±2 кПа, несмотря на отсутствие утечек при давлении газов на входе в хроматограф (0,4±0,04) МПа, то это указывает на неисправность РРГ. В этом случае необходимо обратиться на предприятие-изготовитель или к его региональному представителю.

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

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

Если значение электрического "нуля" по давлению отличается от нулевого и значения заданных давлений отличаются от измеренных, их можно скорректировать в экспертных настройках для каждого РРГ. Для этого следует указать измеренное значение давления электрического "нуля" в параметре "Давление. Компенсация нуля" и поправочного коэффициента "Давление. Калибровка" (для версии микропрограммы центрального модуля 03.09.16.431 и выше).

3.2 Фильтры

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

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

Таблица 3.3 – Типы входных фильтров, устанавливаемые снаружи хроматографа

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

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

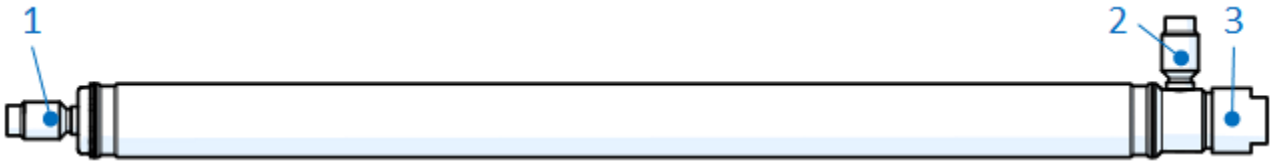
Таблица 3.4 – Типы фильтров, устанавливаемых в хроматограф

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

3.2.1 Фильтр 5.886.001

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

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



1 – выход, 2 – вход, 3 – крышка.

Рисунок 3.9 – Фильтр 5.886.001 (-01). Общий вид

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

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

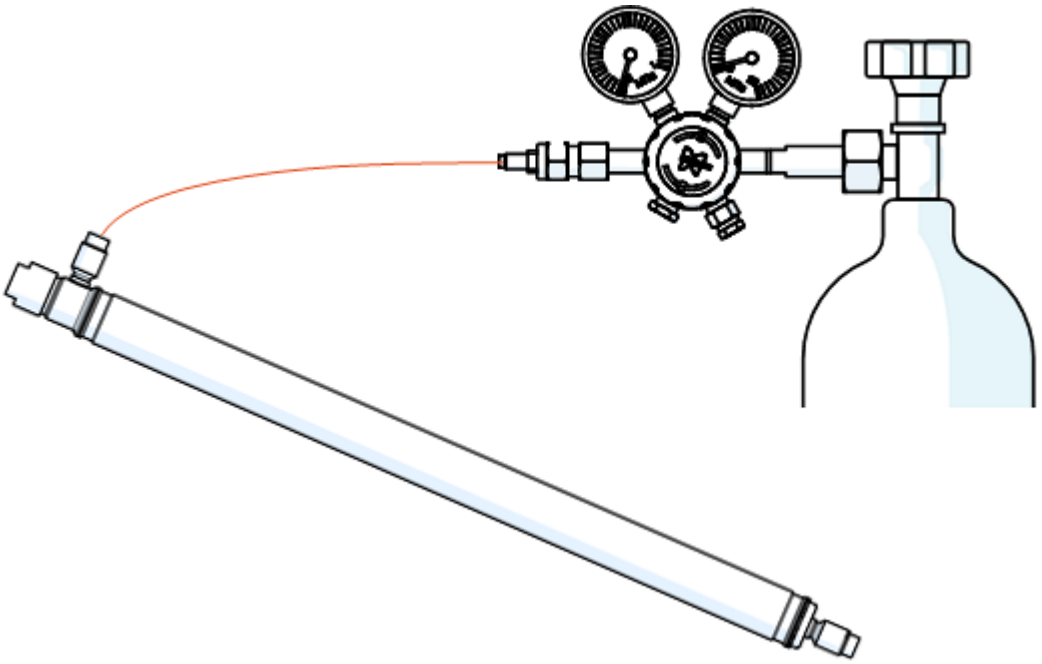
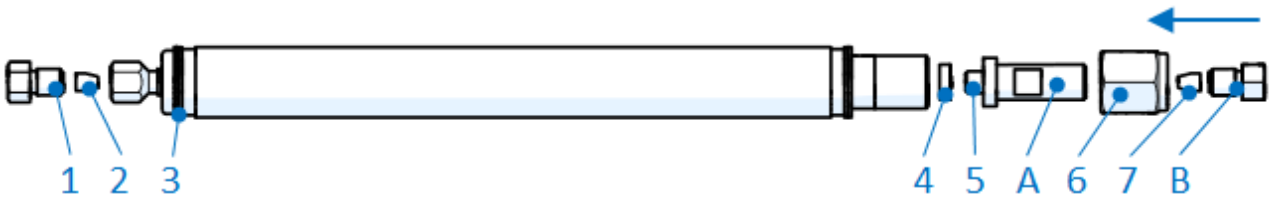


Рисунок 3.10 – Фильтр 5.886.001. Подключение к хроматографу

3.2.2 Фильтр 5.884.048

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

Рабочее положение фильтра вертикальное.



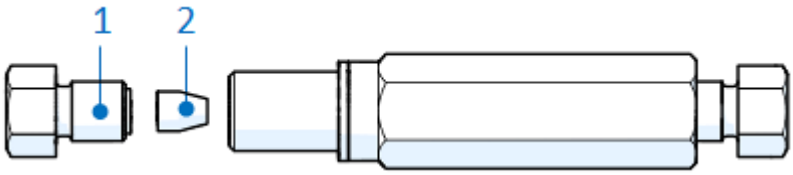
1 – гайка 8.930.167-02, 2 – муфта 8.658.053, 3 – ФНС 5 мкм, 4 – кольцо 8.683.032-02, 5 – сетка 4 мкм, 6 – гайка 8.930.172.

Рисунок 3.11 – Фильтр 5.884.048

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

3.2.3 Фильтр 5.884.064

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



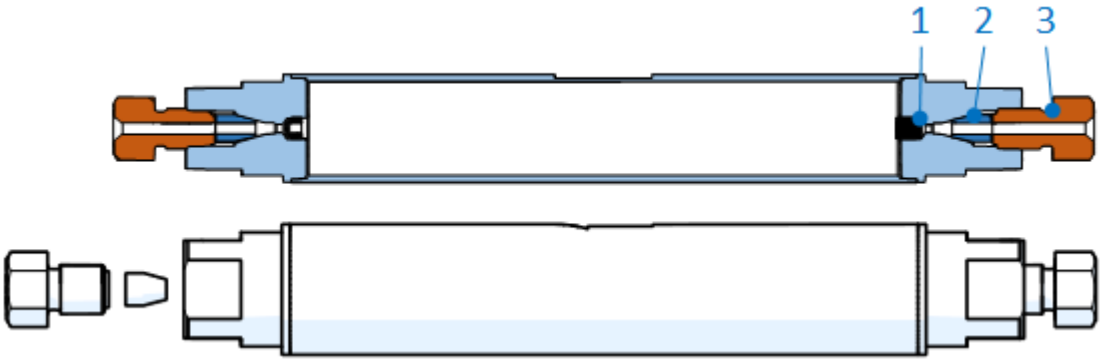
1 – гайка 8.930.161, 2 – муфта

Рисунок 3.12 – Фильтры 5.884.064

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

3.2.4 Фильтр 5.884.065

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

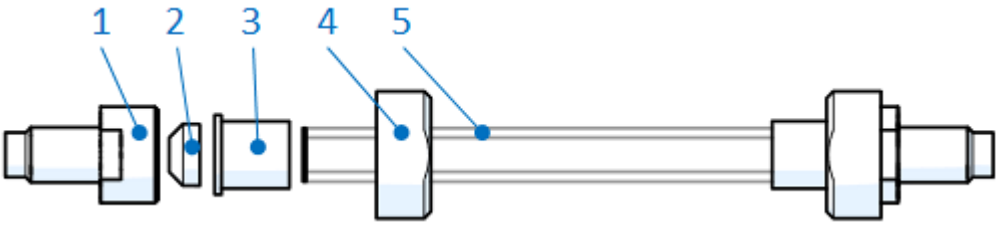


1 – фритта, 2 – муфта, 3 – гайка 8.930.161

Рисунок 3.13 – Фильтр 5.884.065

3.2.5 Фильтр 6.112.008

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



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

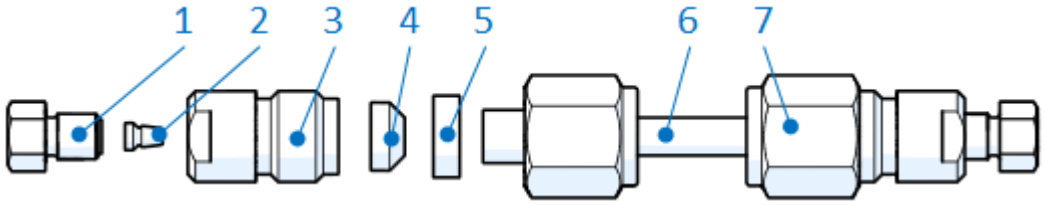
Рисунок 3.14 – Фильтр 6.112.008

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

3.2.6 Фильтр 5.884.015

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

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



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

Рисунок 3.15 – Фильтр 5.884.015

3.2.7 Техническое обслуживание фильтров

Общие сведения по регенерации фильтров

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

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

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

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

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

Хранить фильтры необходимо закрытыми (с установленными заглушками).

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

Регенерация или замена адсорбента во входных газовых фильтрах.

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

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

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

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

Температуры прокаливания наполнителей фильтров:

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

После установки фильтров следует проверить герметичность в соответствии с рекомендациями раздела 3.4.4.

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

Регенерация или замена адсорбента в фильтре сброса пробы 5.884.048

Регенерация или замена адсорбента в фильтре сброса пробы (наполнение – молекулярные сита) должна выполняться через каждые (300–500) ч работы, а также при появлении

характерных ложных пиков в начале хроматограммы, являющихся причиной попадания летучих соединений из канала сброса.

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

Регенерация сорбента в фильтре сброса пробы выполняется аналогично фильтру 5.886.001.

Регенерация фильтров 5.884.064, 5.884.065

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

Фильтры по каналу водорода

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

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

Фильтры по линии газа-носителя

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

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

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

3.3 Термостаты

3.3.1 Температурные зоны хроматографа

Максимально хроматограф имеет 15 температурных каналов:

- Термостат колонок;
- 3 канала для испарителей;
- 3 канала для детекторов;
- 4 канала для кранов, инжекторов бесшприцевого ввода;
- 4 дополнительных температурных канала. На дополнительных термостатах могут быть размещены: метанатор, дополнительный термостат колонок, инжектор бесшприцевого ввода.

Вышеуказанное разделение между температурными каналами является условным и может отличаться в конкретном приборе. Распределение термостатируемых устройств между температурными каналами в конкретном приборе показано на газовой схеме хроматографа. При включении хроматограф автоматически определяет наличие термостатируемых зон. Настройка взаимосвязей между температурными каналами и термостатами встроенных узлов устанавливается в конфигурации хроматографа (см. раздел 3.8.4, настройки силового модуля).

При поставке хроматографа в упрощенных вариантах конфигурации поставляется силовой модуль с ограниченным числом температурных зон. Таким образом, хроматограф может иметь при поставке 7 температурных каналов или 5 температурных каналов. Распределение температурных зон при поставке 7 каналов: 1 для термостата колонок, 2 для детектора, 2 для испарителя, 2 дополнительные зоны.

Таблица 3.5 – Термостатируемые устройства и их компоненты

Термостатируемая зона	**Нагревательная панель**	**Нагреватель**	**Датчик температуры**
Детекторы ДТП или ДТХ	214.5.863.171	214.5.863.165	214.5.182.027-02
Нагреватель для одного детектора ПИД, ФИД, ТИД, ПФД, ЭЗД	214.5.863.170	214.5.863.165	214.5.182.027-02
Нагреватель для двух детекторов ПИД, ФИД, ТИД, ПФД, ЭЗД	214.5.863.185	214.5.863.164-01	214.5.182.027
Испаритель 7.2	нет	214.5.863.164	214.5.182.027
Кран термостатируемый слева на кронштейне	214.5.863.193	214.5.863.166	214.5.182.027
Кран термостатируемый на платформе	214.5.863.167	214.5.863.166	214.5.182.027-01
Инжектор бесшприцевого ввода	214.5.863.198	214.5.863.164	214.5.182.027-01
Дополнительный термостат колонок	нет	214.5.863.164	214.5.182.027-01
Метанатор	нет	214.5.863.166	214.5.182.027

Каждая нагревательная панель представляет собой сборку: нагреватель, радиатор, датчик температуры, кронштейны для установки. Разъем нагревателя и датчика температуры каждого термостата подключается в соответствующий разъем силового модуля. При подключении необходимо, чтобы нагреватель и датчик температуры подключались к одному и тому же каналу термостатирования.

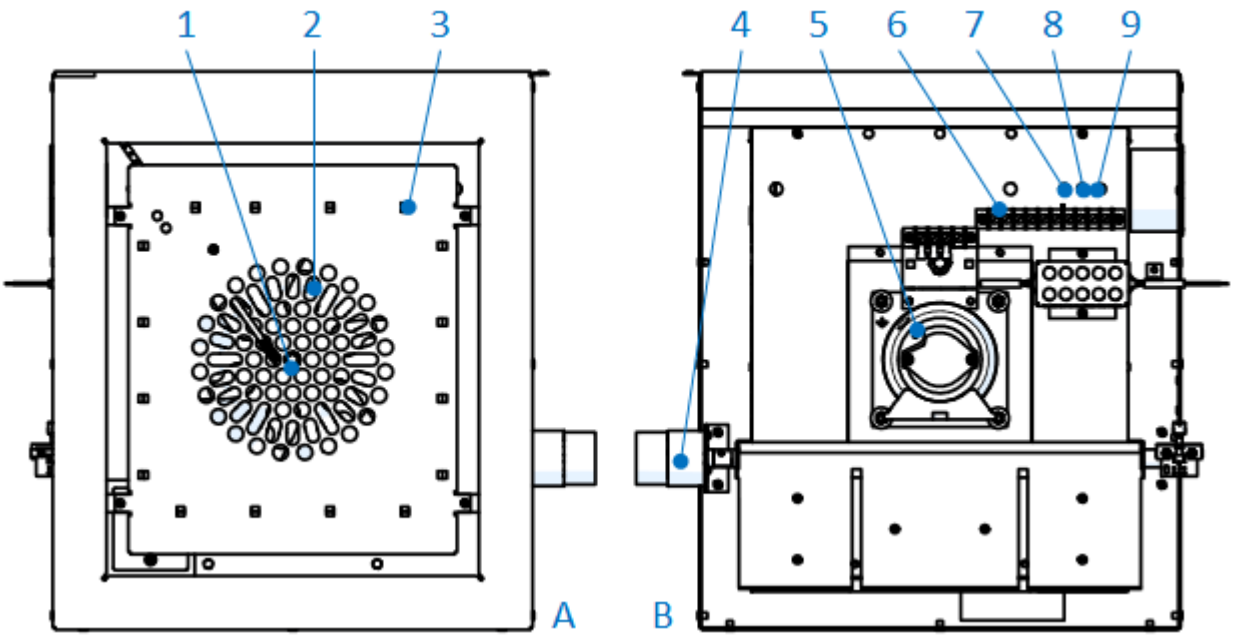
Детекторы ДТП и ДТХ (в количестве до трех) устанавливаются на общей нагревательной платформе.

Унифицированные детекторы (ПИД, ФИД, ТИД, ПФД, ЭЗД) могут размещаться в комбинации два детектора на одной нагревательной платформе.

3.3.2 Термостат колонок

На рисунке ниже показаны основные составные части термостата колонок.

В режиме поддержания температуры заслонки термостата закрыты. Регулирование угла закрытия заслонок при охлаждении термостата – пошаговое, с помощью привода (7).



А – вид спереди, В – вид сзади

Рисунок 3.16 – Термостат колонок

Таблица 3.6 – Основные части термостата колонок

№	Обозначение	Наименование	Назначение
1	5.132.016-01*	Датчик температуры	Измерение температуры в термостате
2	6.393.009	Крыльчатка	Перемешивание воздуха в термостате
3	5.863.092	Нагреватель	Нагрев термостата
4	6.330.052	Привод	Управление заслонками термостата
5	6.330.067	Привод	Перемешивание воздуха в термостате
6	ТВ–41–10	Клеммник	Подключение проводов нагревателя и датчика температуры
6	8.626.021	Трубка	Изолятор сигнальных проводов датчика температуры
7	5.132.086	Датчик температуры	Датчик температуры аварийного отключения термостата
8	8.626.397	Трубка-изолятор	Изолятор силового напряжения нагревателя
9	МКРц2х/к 4,6×0,9	Трубка	Изолятор силового напряжения нагревателя

* входит в нагреватель 5.863.092



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

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

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

Стабильность поддержания температуры термостат колонок – 0.02 °С.

Минимальная скорость программирования температуры 0.1 °С. Дискретность задания значений температуры термостата и программирования 0.1 °С.

Максимальная скорость программирования термостата колонок по линейному закону 125 °С/мин (для диапазона температур 50 – 70 °С).

Максимально достигаемая скорость программирования термостата колонок 250 °С/мин (для диапазона температур 40 – 45 °С).

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

Опции термостата колонок

Диапазон рабочих температур и динамические характеристики термостата колонок могут быть расширены за счет дополнительных опций.

Устройство вентиляции термостата 214.5.883.050 обеспечивает нижнюю границу рабочей температуры от Т(окр.ср.) +3 °С, а также скорость охлаждения термостата колонок с 450 до 50 °С за 3.3 минуты (при комнатной температуре 22 °С).

Система захолаживания термостата колонок позволяет поддерживать нижнюю границу термостатирования -10 °С или -15 °С в зависимости от модели устройства.

Опция захолаживания термостата углекислотой позволяет поддерживать нижнюю границу термостатирования от -40 °С, опция охлаждения жидким азотом – от -100 °С.

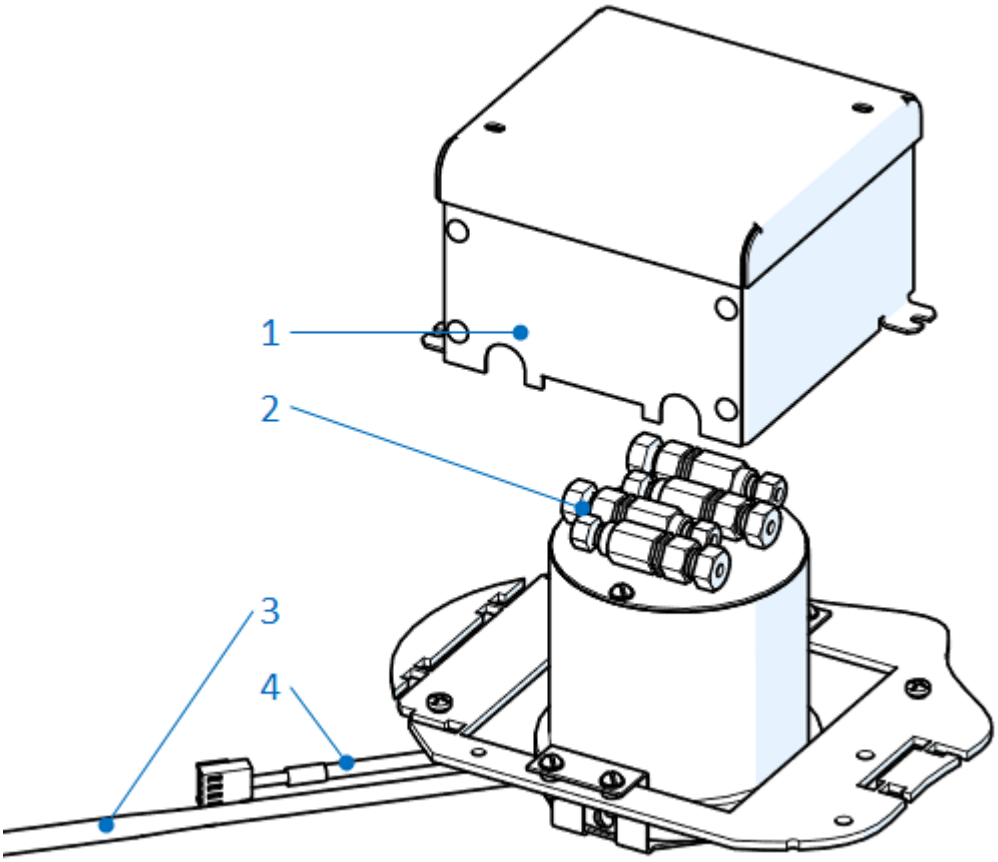
3.3.3 Дополнительный термостат колонок

Дополнительный термостат колонок, в сборке – комплект монтажных частей 4.075.124 (далее – термостат) предназначен для создания в хроматографе независимой дополнительной температурной зоны, в которой размещаются насадочные колонки.

Таблица 3.7 – Технические характеристики термостата

Параметр	**Значение**
Температура термостата, °С	от 50 до 150
Режим работы	изотермический
Параметры размещаемых колонок:	
общая длина колонок, м	3,0
диаметр навивки колонок, мм	70,0
наружный диаметр колонок, мм	3,0

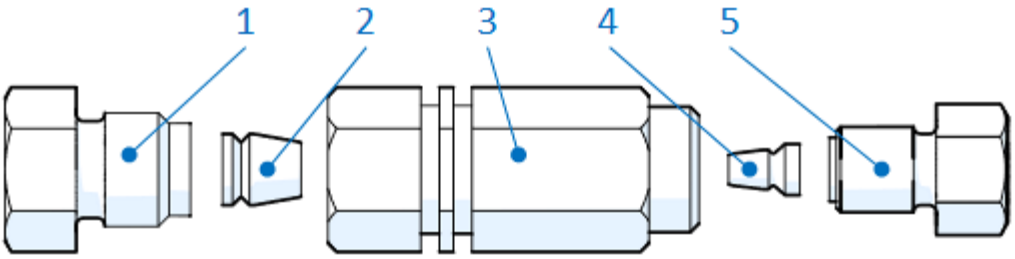
Термостат представляет собой термостатируемую камеру, образованную двумя теплоизолирующими кожухами,



1 – кожух 6.430.0377, 2 – переходники 6.115.168-01, 3 – нагреватель 5.863.164, датчик температуры 5.182.027-01

Рисунок 3.17 – Дополнительный термостат колонок (КМЧ 4.075.124)

Конструкция переходника 6.115.168-01 термостата и подключение к нему колонки и трубопровода (трубки) приведены ниже (Рисунок 3.18).



1 – гайка 8.930.114 (М8×1, латунь); 2 – муфта 8.658.038 (латунь, отв. Ø3 мм); 3 – корпус 8.034.473-01 (12Х18Н10Т); 4 – муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь, отв. Ø1,6 мм); 5 – гайка 8.930.161 (М6×0,75, латунь).

Рисунок 3.18 – Переходник 6.115.168-01

В термостате используются насадочные колонки из нержавеющей стали со специальной навивкой (тип 7), имеющие внутренний диаметр 2 мм. В комплект колонки при поставке входят гайки 1 и уплотнительные муфты 2.

При замене колонок, после подключения газовых линий следует проверить герметичность соединений.

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

3.3.4 Метанатор

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

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

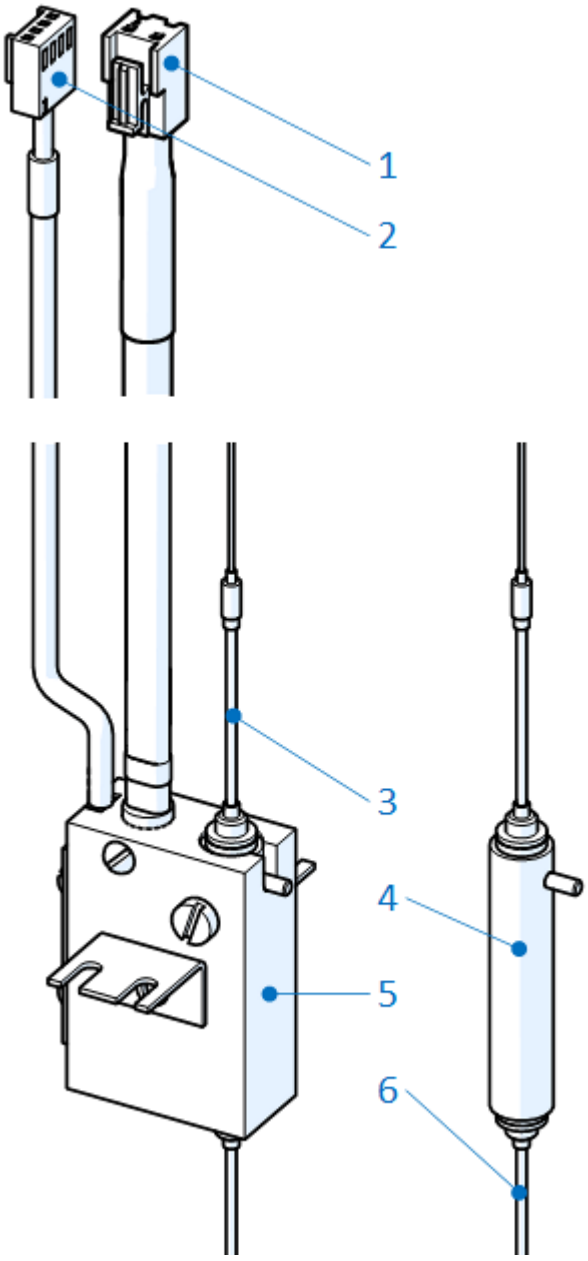
Метанатор представляет собой, нагреваемую металлическую трубку, заполненную катализатором.

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

Метанатор 5.886.059 (Рисунок 3.19) включает в себя цельносварной неразборный реактор 5.884.109 заполненный катализатором. Газ-носитель и водород смешиваются в тройнике, расположенном перед метанатором.

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

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



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

Рисунок 3.19 – Конструкция метанатора 5.886.059

На рисунке ниже показана зависимость степени восстановления (конверсии) оксидов углерода от температуры метанатора. Оптимальной, для одновременной конверсии оксидов углерода, является температура 325 °С.

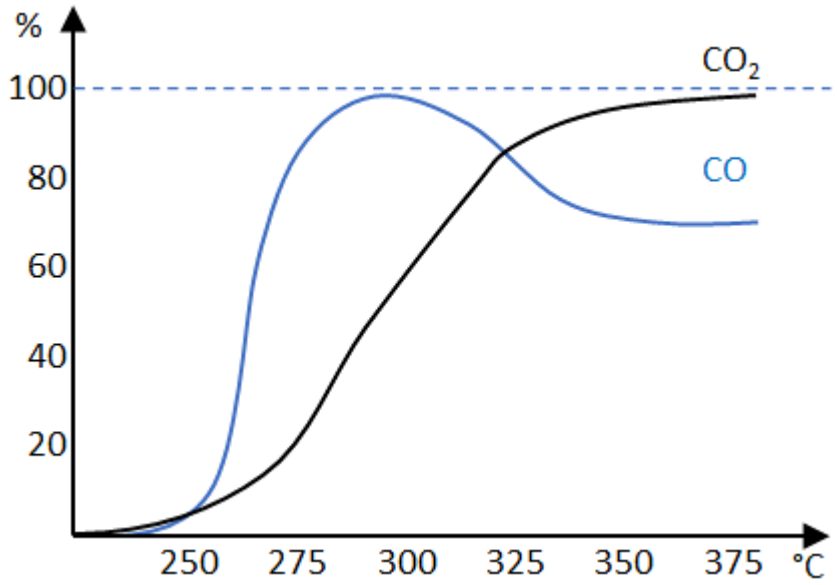


Рисунок 3.20 – График зависимости конверсии от температуры метанатора

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

Регенерация катализатора

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

Для окисления реактива метанатора следует:

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

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

Для восстановления реактива следует:

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

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

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

3.4 Газовые линии и делители потоков

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

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

3.4.1 Трубопроводы и подключение газовых линий

Внешние подключения описаны в разделе 3.4 Инструкции по установке.

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

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

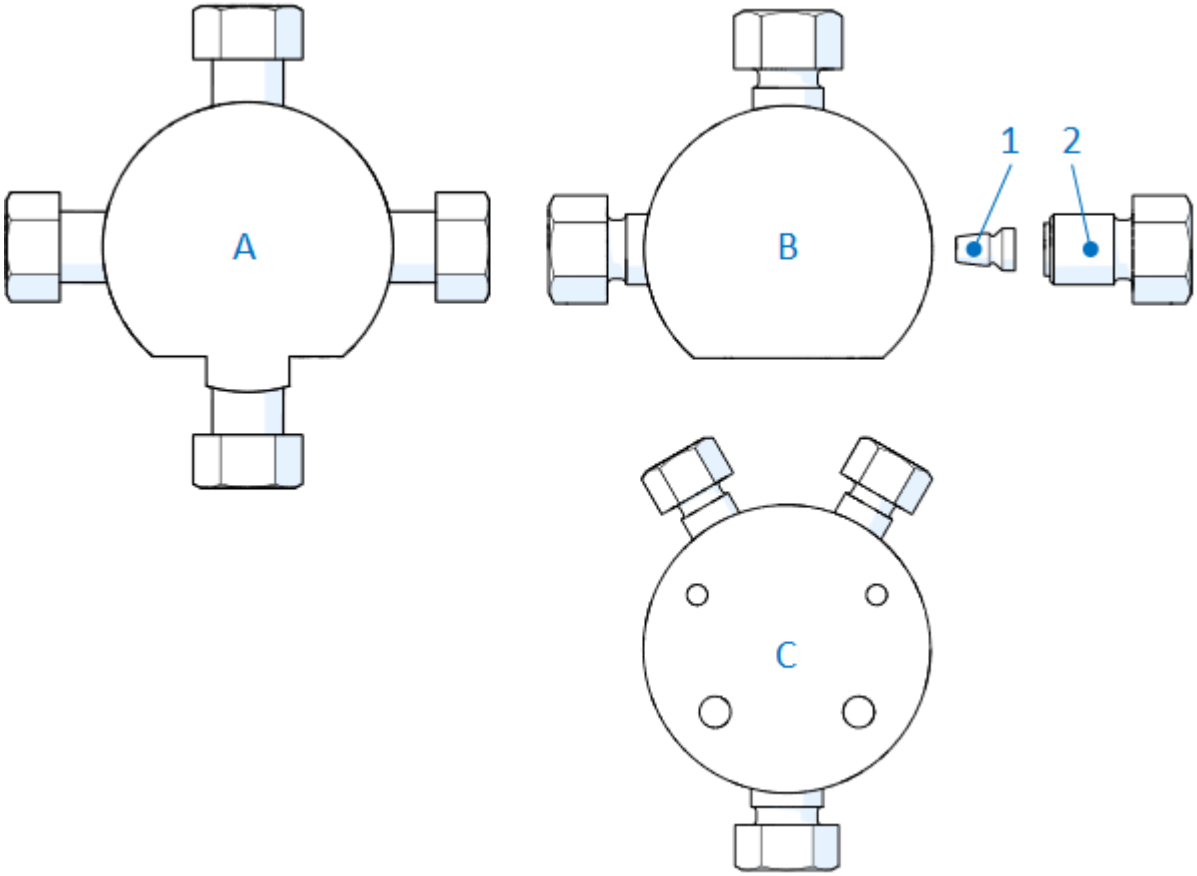
При необходимости удлинения трубопровода или для соединения в трубопроводе трубок различных диаметров, используются соответствующие переходники (поставляются в комплекте ЗИП или по заказу).

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

3.4.2 Коллекторы и тройники

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

Описание коллекторов представлено ниже:



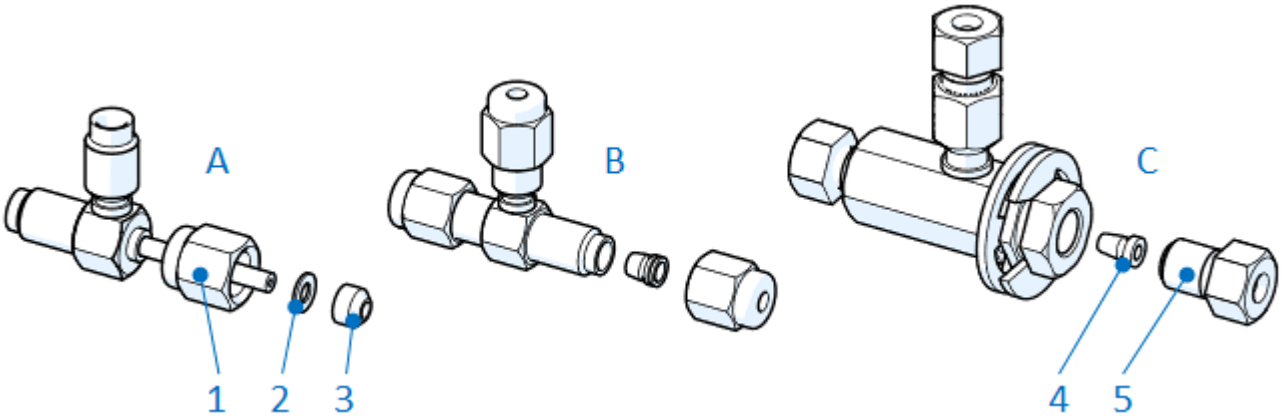
Коллекторы: А – 6.617.013, В – 6.617.014, С – 6.617.015, 1 – муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь); 2 – гайка 8.930.161

Рисунок 3.21– Коллекторы

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

Таблица 3.8 – Коллекторы. Описание

Обозначение	Кол-во портов	Материал корпуса	Резьба, отверстие	Гайки, муфты
6.617.013	4	латунь	M6×0,75	Гайка 8.930.161 Муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь)
6.617.013-01	4	нерж. сталь	M6×0,75	
6.617.014	3	латунь	M6×0,75	
6.617.014-01	3	нерж. сталь	M6×0,75	
6.617.015	3	латунь	Вход (1порт): M8×1 (3мм)	Вход: Гайка 8.930.114, Втулка 8.220.272-01 (резина)
			Выход (2порта): M6×0,75 (1,6мм)	Выход: Гайка 8.930.161, Муфта 8.658.053 (резина)
6.617.015-01	5	латунь	Вход (1порт): M8×1 (3мм)	Вход: Гайка 8.930.114, Втулка 8.220.272-01 (резина)
			Выход (4порта): M6x0,75 (1,6мм)	Выход: Гайка 8.930.161, Муфта 8.658.053 (резина)
6.617.015-02	3	латунь	Вход (1порт): M8×1 (3мм)	Вход: Гайка 8.930.114, Муфта 8.658.038-02 (латунь)
			Выход (2порта): M6x0,75 (1,6мм)	Выход: Гайка 8.930.161, Муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь)
6.617.015-03	5	латунь	Вход (1порт): M8×1 (3мм)	Вход: Гайка 8.930.114, Муфта 8.658.038-02 (латунь)
			Выход (4порта): M6x0,75 (1,6мм)	Выход: Гайка 8.930.161, Муфта 8.658.039-01 (нерж. сталь)



A) 6.453.148, B) 6.454.022, d) 6.453.094

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

Рисунок 3.22 – Тройники

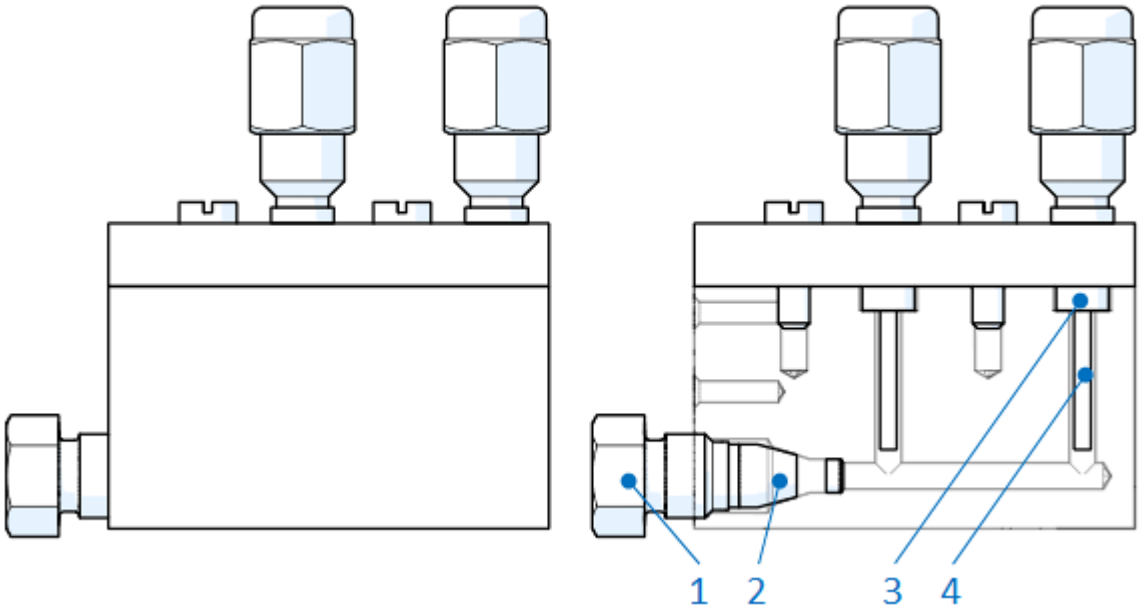
Тройники 6.454.022 и 6.453.148 используются для соединения внешних газовых линий диаметром 3мм.

Тройник 6.453.094 имеет штуцеры с внутренней резьбой М6х0,75 для подключения трубки 1.6мм. Подключение осуществляется с помощью гаек 8.930.161 и муфт 8.658.039-01 (нерж.сталь) или 8.658.053 (резина). Тройник 6.454.094-01 два противоположных порта с внутренней резьбой М8×1 для трубки 3мм (подключение гайкой 8.930.114 и муфтой 8.658.038 или втулкой 8.220.272-01) и один порт с резьбой М6×0,75 для трубки 1,6мм. Гайки и уплотнительные элементы с состав не входят.

3.4.3 Делители потока

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

Делитель потока 5.885.010-01 для воздуха. Делитель потока для водорода 5.885.016 имеет аналогичную конструкцию.



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

Рисунок 3.23 – Делители потока

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

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

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

3.4.4 Проверка герметичности соединений газовых линий

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

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

Признаками появления негерметичности являются:

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

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

Газовые линии могут быть следующих типов:

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

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

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

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

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

Небольшие утечки могут быть обнаружены прокапыванием соединений – вероятных мест утечки – этиловым спиртом. Если течь присутствует (визуально наблюдаются пузырьки), следует подтянуть гайку на 30 градусов, если данная процедура не помогает, необходимо произвести замену уплотнения. Более подробная информация о подключении газовых линий приведена в разделе 3.4.1.

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

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

Проверка баллонного регулятора давления (редуктора).

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

Проверка электронного регулятора расхода газа РРГ10-02:

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

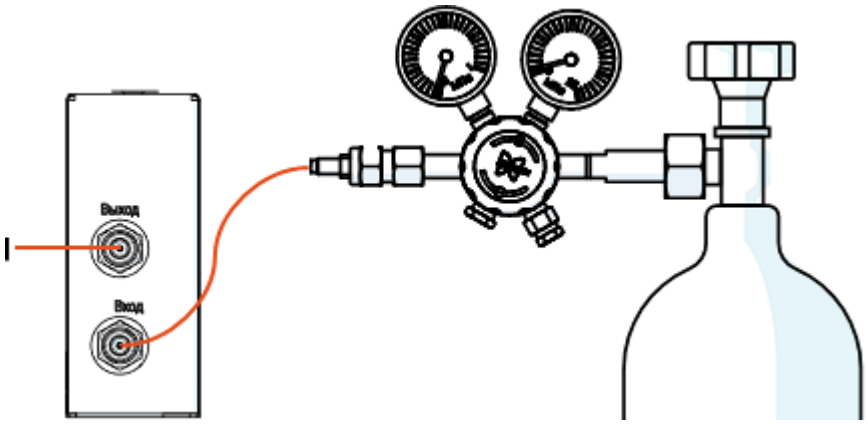


Рисунок 3.24 – Схема проверки электронного регулятора расхода газа

Проверка герметичности с помощью РРГ:

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

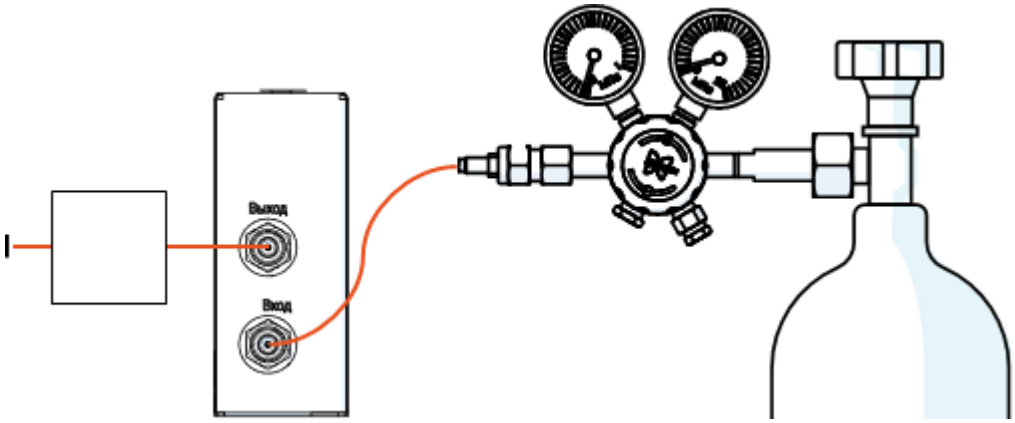


Рисунок 3.25 – Проверка герметичности с помощью РРГ10

При проведении вышеуказанных действий следует учитывать:

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

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

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

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

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

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

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

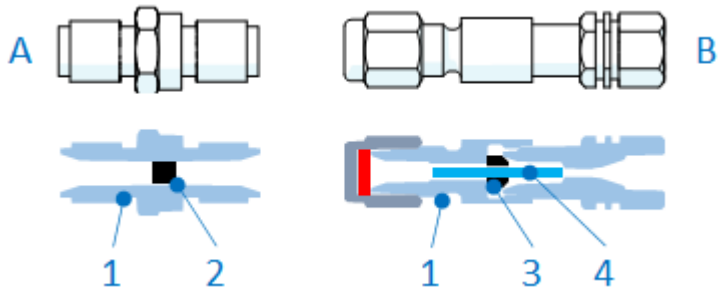
Герметичность таких линий предлагается оценивать по фоновому сигналу и уровню шумов детекторов на хроматограмме.

3.5 Пневмосопротивления

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

Таблица 3.9 – Пневмосопротивления

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



A – 5.150.010 и 5.150.015, B – 5.150.017

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

Рисунок 3.26 – Внешний вид и конструкция пневмосопротивлений

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

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

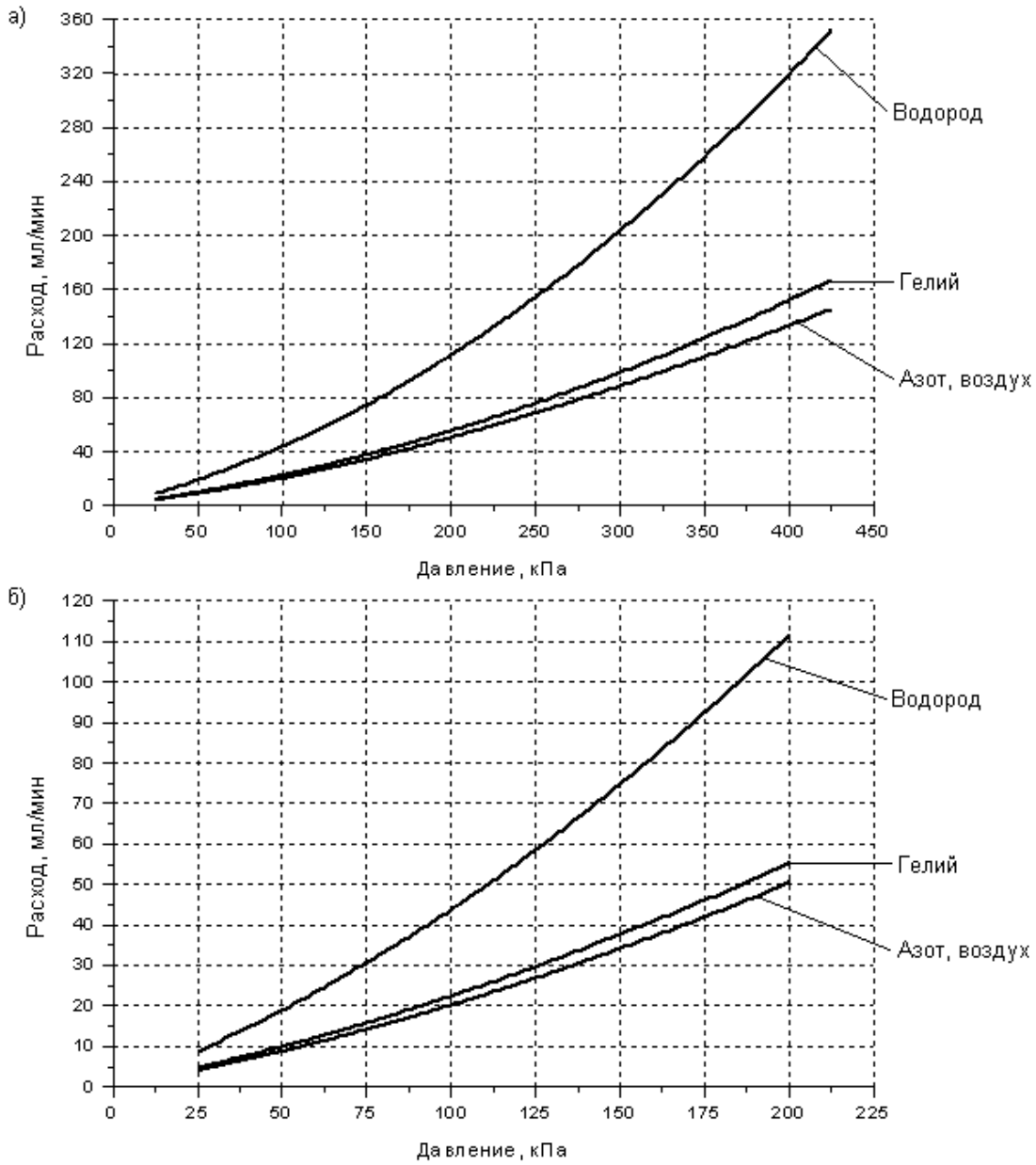


Рисунок 3.27 – Зависимость расхода газа от давления для пневмосопротивления 5.150. 010 в диапазоне от 25 до 425 кПа (а); от 25 до 200 кПа (б)

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

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

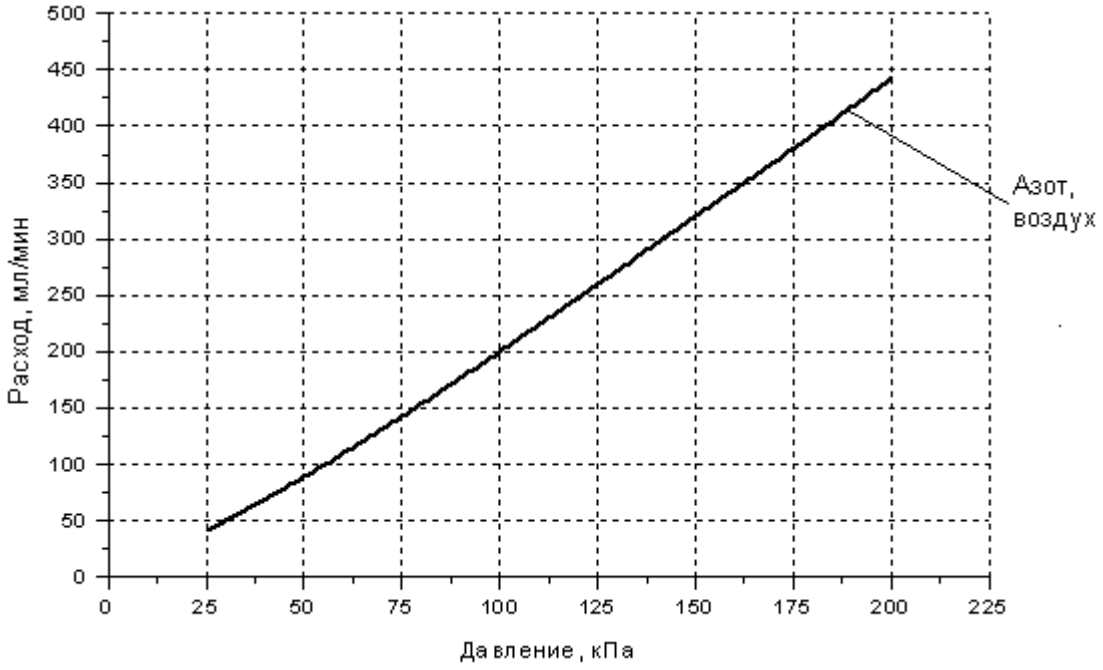


Рисунок 3.28 – Зависимость расхода газа (азота, воздуха) от давления для пневмосопротивления 5.150.010-01

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

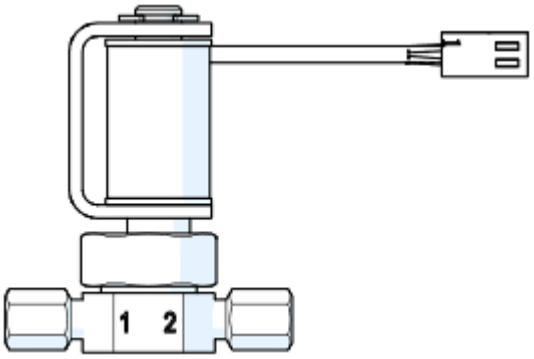
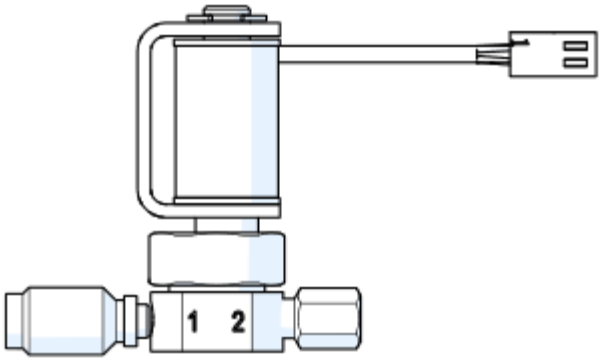
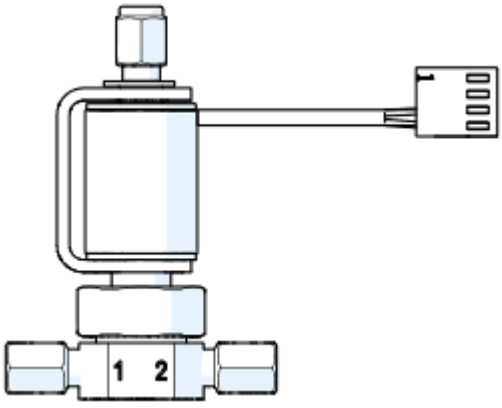
3.6 Клапаны

Клапаны используются в составе приборов для переключения потоков:

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

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

Таблица 3.9 – Клапаны. Описание

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

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

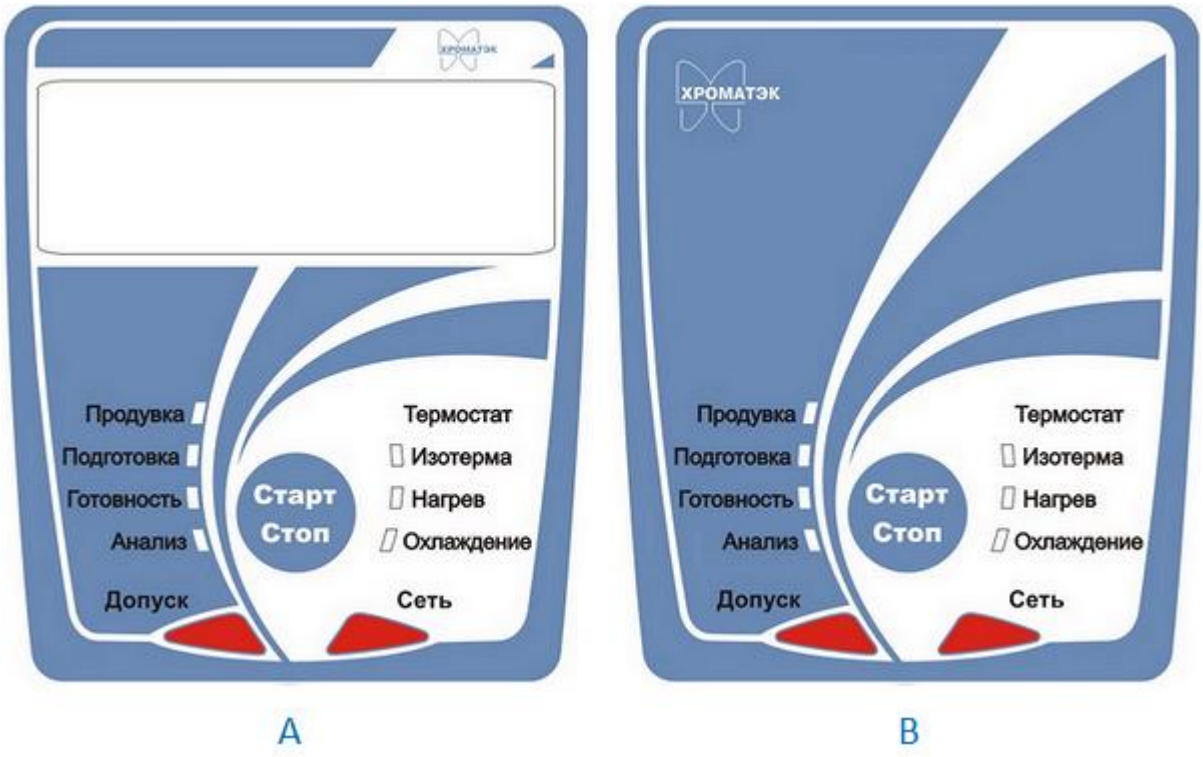
Максимальное рабочее давление клапанов 300 кПа.

3.7 Элементы управления и индикации

Хроматографы "Хроматэк-Кристалл" вне зависимости от дизайна лицевой панели имеют ряд общих элементов управления и индикации, расположенных на панели:

- световые индикаторы;
- кнопка запуска и останова анализа.

Световые индикаторы панели индикации (Рисунок 3.29) отображают информацию о текущем состоянии прибора. Хроматограф 5000.1 на панели индикации имеет также текстовый дисплей.



A) Панель индикации хроматографов К5000.1. B) Панель индикации хроматографа К5000.2, К9000.

Рисунок 3.29 – Панель индикации хроматографа

Все хроматографы имеют на лицевой панели кнопку **Старт/Стоп**, с помощью которой осуществляется запуск и останов анализа.

Кроме этого, на верхней крышке хроматографа, в области испарителей расположены кнопки Старт 1 и Старт 2 (Рисунок 3.5), предназначенные для запуска и останова анализа по независимым каналам 1 и 2. Кнопка **Старт 1** полностью дублирует функции кнопки **Старт/Стоп** на лицевой панели.

3.8 Процессорный модуль ПМ3

Процессорный модуль ПМ3 является основой встроенной электроники управляющей хроматографом. Электроника хроматографа полностью обеспечивает работу хроматографа, его встроенных узлов и программное взаимодействие с внешними устройствами. Основные функции: полный электронный контроль рабочими параметрами прибора, контроль и регулирование температур нагреваемых зон, электронное (цифровое) управление газовыми потоками, диагностика и контроль ошибок и аварий, сигнализация аварий, резервное хранение хроматограмм, программное взаимодействие с компьютером и внешними устройствами.

3.8.1 Расположение плат

Таблица 3.10 – Платы в составе контроллера ПМ3

Обозначение	**Плата или блок**	**В составе контроллера**	**Расположение**
214.2.087.030	Блок питания	Всегда	В заднем отсеке
214.3.030.014	Процессорный модуль (Processor module)	Всегда	В правом отсеке
214.5.428.009	Модуль силовой (Power electronic module)	Всегда	В заднем отсеке
214.5.081.068	Модуль РРГ 1.x (DFPC module 1.x)	В зависимости от конфигурации	В правом отсеке
214.5.081.058	Модуль РРГ 2.x (DFPC module 2.x)	В зависимости от конфигурации	В правом отсеке
214.5.123.014-01	Стабилизатор 200 В	В зависимости от конфигурации	В правом отсеке
214.5.123.015-01	Стабилизатор 800 В	В зависимости от конфигурации	В правом отсеке
214.5.123.013-01	Стабилизатор 3мА	В зависимости от конфигурации	В правом отсеке
	Усилители	В зависимости от конфигурации	В правом отсеке
214.6.730.157	Вариатор	Всегда	В заднем отсеке

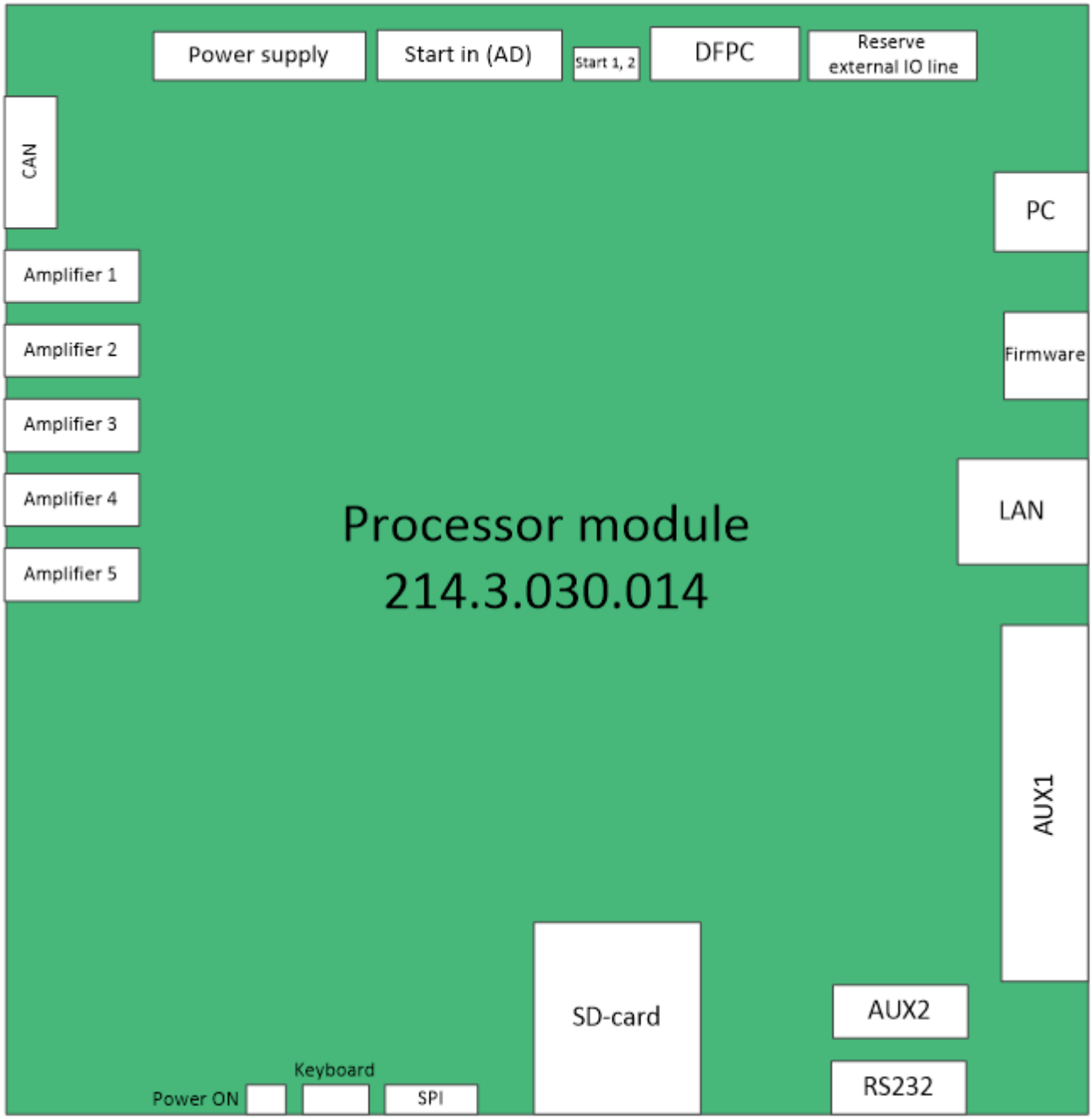


Рисунок 3.30 – Расположение разъемов на процессорном модуле

Таблица 3.11 – Обозначение разъемов процессорной платы

Обозначение	**Расшифровка**
CAN	Подключение силового модуля. Ответный разъем в силовом модуле обозначен аналогично (Рисунок 3.31).
Power supply	Подключение питания контроллера.
Start in (AD)	Разъем подключения старта внешнего устройства (автономной периферии, стороннего производства).
Start1,2	Подключение кнопок старта.
DFPC	Подключение модуля газовых регуляторов. Если газовых модулей несколько, они подключаются с помощью общего кабеля. С несколькими разъемами.
Reserve external IO line	Вспомогательные цифровые входы и выходы.
PC	Подключение хроматографа к компьютеру по интерфейсу USB.
Firmware	Подключение съемного USB-устройства (флэш-память) для перезаписи микропрограммы (прошивки) хроматографа.
LAN	Подключение к компьютеру по интерфейсу Ethernet.
AUX1	Подключение к хроматографу периферийных устройств производства СКБ "Хроматэк".
AUX2	Порты для подключения дополнительной периферии (с помощью выносного разъема на задней стенке хроматографа).
RS-232	Подключение хроматографа к компьютеру по интерфейсу RS232.
SD-карта	Карта памяти SD. Используется для хранения конфигурации хроматографа, резервных копий хроматограмм.
SPI	Резервный интерфейс.
Keyboard	Подключение клавиатуры хроматографа.
Power on	Разъем для слаботочной кнопки включения питания.
Amplifier 1…5	Разъемы подключения усилителей.

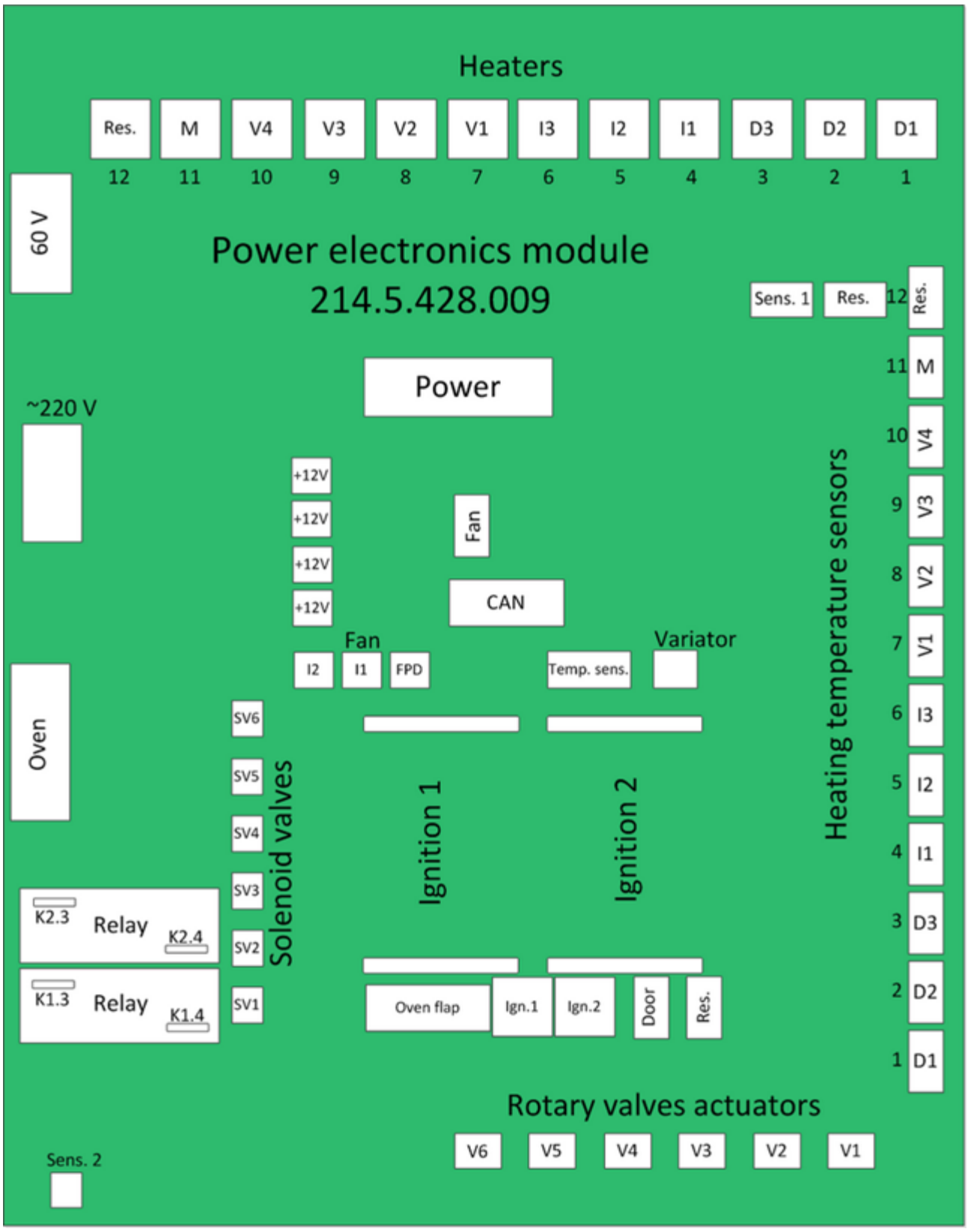


Рисунок 3.31 – Расположение разъемов на силовом модуле

Таблица 3.12 – Обозначение разъемов силового модуля

Обозначение	**Расшифровка**
Oven	Подключение нагревателя термостата колонок
220 V	Вход напряжение 220В для нагрева термостата колонок
60 V	Вход напряжения 60 В для нагрева прочих термостатов
Heaters1..12	Разъемы подключения нагревателей и соответствующих им датчиков температуры (справа вертикально). По умолчанию назначение разъемов следующее: 1, 2, 3 (D1, D2, D3) – управление термостатами детекторов 4, 5, 6 (I1, I2, I3) – управление термостатами испарителей 7, 8, 9, 10 (V1, V2, V3, V4) – управление термостатами кранов. 11 (M) – управление термостатом метанатора 12 (Res.) – резервный термостат Res.– резервный датчик температуры (без соответствующего нагревателя) 14 (Sens.1) – датчик температуры колонки
V1..V6	Rotary valves actuators. Подключение приводов кранов
SV1..SV6	Solenoid valves. Подключение электромагнитных клапанов
Oven flap	Подключение привода заслонов
Ign.1, Ign.2	Подключение свечей поджига пламенных детекторов
Ignition 1, Ignition 2	Подключение силовых микроплат поджига
Door	Датчик открытия двери термостата колонок
Variator	Управление вариатором
Temp. sens.	Датчик температуры окружающей среды
Fan	Вентилятор заднего отсека
Fans I1, I2	Подключение вентиляторов охлаждения испарителей
Fan FPD	Подключение вентиляторов охлаждения ПФД
CAN	Подключение процессорного модуля

Двенадцать каналов управления термостатами универсальны. При необходимости подключить какое-либо устройство, для которого отдельный разъем не предусмотрен, например **Метанатор-2**, оно может быть подключено к любому свободному нагревателю, например H10 (если в данной конфигурации нет 4-го отдельного термостата кранов). Программа позволяет переназначить нагреватель и датчик температуры (см. раздел3.8.4, Настройки силового модуля).

Нумерация разъемов определяет номер программного объекта. Например, если привод крана включен в разъем Кр3, то программно будет создан объект Кран-3 несмотря на то, что краны 1 и 2 отсутствуют.

В контроллере ПМ3 могут использоваться газовые регуляторы двух типов:

- Функциональные.
- Универсальные, РРГ-10 и РРГ-11 (совместимы с контроллерами предыдущих версий ПМ1 и ПМ2).

Тип регулятора подключенного к контроллеру ПМ31 определяется автоматически.Все РРГ подключаются к соответствующему газовому модулю.

На модуле устанавливается датчик атмосферного давления MPXA6115A6U, который используется для компенсации давления при расчётах потока и скорости газа-носителя в капиллярной колонке, а также при расчёте объёма газовой пробы при вводе краном-дозатором.

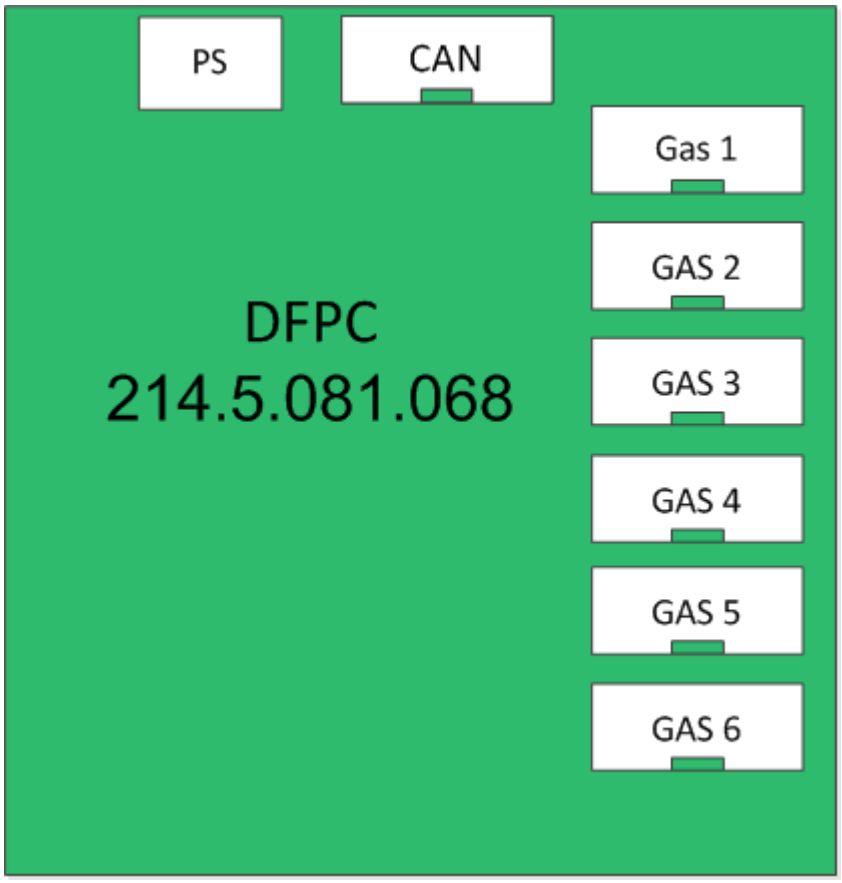


Рисунок 3.32 – Расположение разъемов на газовом модуле

Таблица 3.13 – Обозначение разъемов газового модуля

Обозначение	**Расшифровка**
Питание	Подключение питания модуля
Общая шина	Подключение газового модуля к процессорному модулю.
Газ-1..Газ-6	Разъемы подключения газовых регуляторов.

Функциональный регулятор не может быть включен в газовый модуль для универсальных, и наоборот. Регуляторы разных типов имеют различные по габаритам разъемы.

Если требуется увеличить количество регуляторов в хроматографе, а все каналы газового модуля уже заняты, устанавливается дополнительный газовый модуль. Оба газовых модуля подключаются к процессорному модулю общим кабелем.

На втором газовом модуле номера разъемов Газ-1...Газ-6 необходимо переопределить, как Газ-7...Газ-12. Это осуществляется с помощью настройки, описанной в разделе 3.8.4 (подраздел **Настройки газового модуля**).

В хроматографе в зависимости от задачи может быть установлено до 4-х газовых газовых модулей. Общее число РРГ при этом может достигать 24. При этом 10 РРГ устанавливаются на аналитической платформе внутри хроматографа, а остальные могут быть установлены на внешнем кронштейне.

3.8.2 Этапы работы и световая индикация

Расположение светодиодов на лицевой панели – см. Рисунок 3.29.

Таблица 3.14 – Световая индикация этапов работы ● горит, ○ не горит, ◉ мигает

	Продувка	**Подготовка**	**Готовность**	**Анализ**	**Старт-1**	**Старт-2**
Нет метода	○	○	○	○	○	○
Подготовка	○	●	○	○	○	○
Ожидание	○	◉	◉	○	◉	◉
Поджиг	○	◉	○	○	○	○
Готовность	○	○	●	○	●	●
Подготовка к продувке	◉	◉	○	○	○	○
Продувка	●	○	○	○	○	○
Охлаждение	○	●	○	○	○	○
Анализ	○	○	○	●	○	○

Светодиоды 1 и 2, расположенные около кнопок Старт 1/Старт 2 на верхней крышке хроматографа, отображают состояние соответствующего канала. Светодиоды на главной панели показывают состояние канала 1.

Светодиод СЕТЬ горит всегда, когда хроматограф включен.

Светодиод ДОПУСК горит, когда в любом из каналов, в любой момент времени какой-либо параметр вышел за допуск. На этапах "Инициализация" и "Нет метода" – не горит.

Светодиод НАГРЕВ горит всегда, когда температура термостата колонок повышается.

Светодиод ОХЛАЖДЕНИЕ горит всегда, когда температура термостата колонок понижается.

Светодиод ИЗОТЕРМА горит на этапе "Анализ", когда температура термостата колонок не изменяется.

Если все светодиоды одновременно мигают, это означает, что внутренняя программа хроматографа была повреждена при перепрошивке (например, при пропадании

электрического питания в момент перепрошивки). В этом случае процедуру перепрошивки необходимо повторить (см. раздел 3.8.4).

Краткое описание этапов работы хроматографа

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

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

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

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

Поджиг. На этапе Поджиг выполняется поджиг пламенных детекторов (ПИД, ТИД, ПФД). На этапе поджиг выполняется специальная программа потоков газов, соответствующая оптимальному режиму поджига пламени.

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

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

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

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

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

Охлаждение. Снижаются температуры всех зон, при этом поддерживаются потоки газов, заданные в соответствующем режиме "Охлаждение". Этап выполняется по окончании работы перед выключением прибора.

СОН. На этапе СОН выключены все температурные зоны и потоки газов. Переход из этапа СОН к работе (этап Подготовка) осуществляется в заданное оператором время.

3.8.3 Работа с клавиатурой

- Для прокрутки экранных меню используйте клавиши со стрелками.
- Для выбора параметров из списка возможных, используйте клавишу ВЫБОР.
- Для ввода цифровых значений используйте цифровую часть клавиатуры.
- Для того, чтобы войти в выделенное курсором меню или принять изменение какого-либо параметра используйте клавишу ВВОД.
- Для того, чтобы выйти из какого-либо диалога на уровень выше, используйте клавишу НАЗАД. Кроме этой клавиши, в диалогах присутствует одноименная команда с аналогичным действием, а также команда **Далее**, которая позволяет перейти к следующему диалогу.

Клавиши СИГН (сигнал), ДЕТ (детекторы), ТМП (термостаты и газы), ИСП (испаритель), КРАН (кран), ВУ (внешние устройства) предназначены для оперативного просмотра и редактирования параметров хроматографа и устройств, описание – см. раздел 3.8.9.

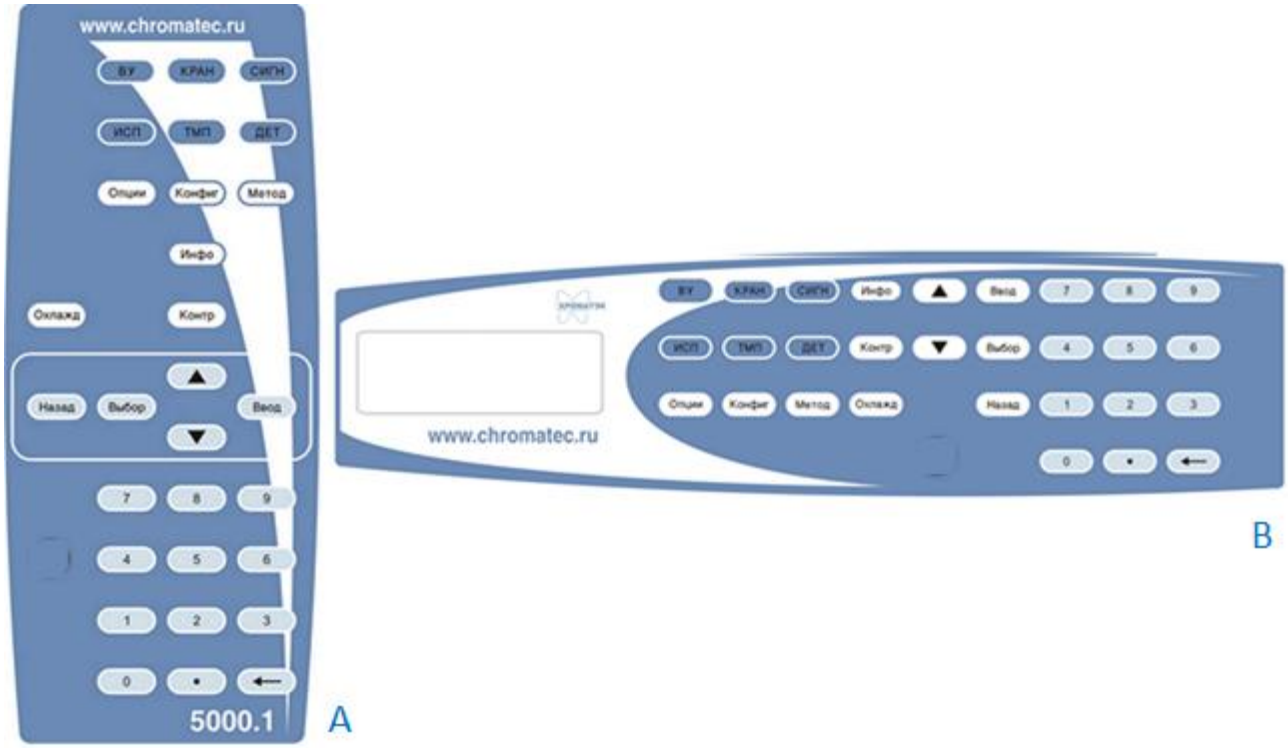


Рисунок 3.33 – Встроенная (A, К5000.1) и выносная (B, К5000.2, К9000) клавиатуры

Хроматографы К5000.2 и К9000 опционально могут поставляться с выносной клавиатурой, подключаемой к разъему возле кнопки включения хроматографа.

3.8.4 Меню клавиши КОНТР

Это основное меню, через которое можно получить доступ ко всем разделам микропрограммы хроматографа, а также к дополнительным функциям.

Каналы **Канал 1.....Подготовка** **Время этапа.....12:25**	Здесь выводится информация о текущем состоянии каналов хроматографа.
Метод	Альтернативный вход в меню клавиши МЕТОД, описание см. раздел 3.8.5.
Просмотр параметров	Вход в меню просмотра текущего состояния всех устройств.
Термостаты	Вход в меню просмотра текущего состояния термостатов.
ПИД-1.....150.0/150.0 **ДТП-1.....160.0/155.5** **Исп-1.....100.0/76.6** **Колонка.....50.0/50.0**	Состояние отображается, как: "задано" / "измерено".
Газы	Вход в меню просмотра текущего состояния газовых регуляторов.
Рег 1:0.....20.0/20.0 **Рег 1:1.....200.0/200.0** **Рег 1:2.....20.0/19,3** **Рег 7.....30.0/30.0** **Рег 8.....25.5/24.1**	Состояние отображается, как: "задано" / "измерено". Для многоканальных функциональных регуляторов после номера РРГ через двоеточие отображается номер его канала.
Сигнал	Вход в меню клавиши СИГН для просмотра сигнала детекторов.
Конфигурация	Вход в меню клавиши КОНФИГ – "Конфигурация", описание – см. раздел 3.8.6
Перепрошивка	Вход в меню прошивки хроматографа
Центр **ГМ 00930001** **ПИД 00130030** **ДТП 00145201** **СМ 00130021** **ФункРег 00300013**	Здесь представлены модули, для которых оператор может поменять прошивку. Центр – основная программа хроматографа. ГМ – газовый модуль. СМ – силовой модуль. ФункРег – функциональный регулятор.

Остальные устройства в списке – детекторы.

Цифры после названия каждого устройства – его серийный номер.

Для выполнения прошивки запишите ее файл на съемное устройство USB-flash. Отключите USB-flash от компьютера и подсоедините к порту Firmware на задней стенке хроматографа. После чего в данном меню выберите соответствующий пункт.

Файл основной прошивки (центр) называется – **Image.pm3**.

После выполнения перепрошивки, хроматограф будет автоматически перезагружен.

Если в момент загрузки прошивки пропадет электрическое питание хроматографа, то после его восстановления автоматически запустится резервная программа. При этом все светодиоды на передней панели хроматографа будут мигать.

После запуска резервной программы, оператор может повторить попытку перезаписи прошивки. Конфигурация хроматографа, настроенная ранее, сохранится.

Охлаждение/Сон	Вход в меню клавиши ОХЛАЖД для включения охлаждения и настройки режима "Сон".
Сон **Режим.....выкл** **Время пробужд.....7:00**	Для перевода хроматографа в спящий режим включите соответствующую опцию.

Прибор перейдет в состояние низкого энергопотребления. Управление газами, нагрев термостатов будут отключены. Фактически, энергия будет расходоваться лишь на определение текущего времени. По достижении заданного времени пробуждения хроматограф загружает режим, указанный в меню ОПЦИИ (Автозапуск метода, см. раздел 3.8.7).

Режим сна удобно использовать, когда требуется, чтобы к началу рабочего дня хроматограф уже находился на этапе "готовность". При этом хроматограф никогда не выключается.

Настройка	Вход в меню "Настройка", вызывается также клавишей ОПЦИИ, описание – см. раздел 3.8.7.
Сервис	Вход в меню экспертных настроек, выполняемых при выпуске хроматографа.
Хроматограф **ГМ 00930001** **СМ 00130021** **ПИД 00130030** **ДТП 00145201** **ФункРег 00300013**	Выберите в списке устройство для настройки его параметров.

Настройки хроматографа:

Хроматограф **Кол-во каналов.....1**	Подробнее о каналах см. раздел3.8.6.

Калибр давл.....98.123	Введите здесь значение давления окружающей среды (в кПа), измеренной поверенным барометром. В соответствии с ним будут скорректированы показания датчика хроматографа
Управл мощностью	Вход в меню ограничения мощности нагревателей (для работы с ИБП).
Мощность трансф.....600 **Тд1 мощность.....60** **Тд1 предел.....25**	Задайте мощность трансформатора, установленного в хроматографе.

Для всех представленных в списке термостатов задайте мощность нагревателя (Вт), а также ограничение мощности (Вт).

Ограничение мощности позволяет снизить энергопотребление хроматографа, а также повысить надежность нагревателей. При этом уменьшится скорость нагрева соответствующего термостата.

Хроматограф	
Сохран данные.....выкл	Опция позволяет сохранять хроматограммы во встроенной памяти хроматографа.
Сер.номер.....930501	Программа позволяет поменять серийный номер контроллера, если он не совпадает с номером прибора (такое случается при замене контроллера).
COM-порты	Вход в меню управления портами для подключения периферии.

Настройки силового модуля:

Перейдите к меню СМ xxxxxxxx (где xxxxxxxx – серийный номер платы силового модуля) и нажмите ВВОД.

СМ 00030010 **Термостаты** **Краны** **Назад**	Перейдите в диалог **Термостаты**.
Термостаты **Термостат 1** **Термостат 2** **Термостат 3**	Перейдите в диалог термостата, который вы хотите настроить, например, **Термостат 1**.
Термостат 1 **Тип.....Детектор** **Номер.....1**	Задайте тип термостата и его номер.

Оператор может переопределить температурные зоны прибора, например, создать нагревательную зону для 4-го детектора. Данная настройка зависит от конкретной конфигурации термостатов и практически никогда не меняется. Для большинства приборов подходит конфигурация по умолчанию.

Настройки газового модуля:

Перейдите к меню ГМ xxxxxxxx (где xxxxxxxx – серийный номер платы газового модуля) и нажмите ВВОД.

ГМ 00930001 **Номер.....7-12**	Укажите, какие РРГ подключены к данной плате.

Возможные варианты:

- 1-6
- 7-12

Например, в приборе одиннадцать одноканальных РРГ (совместимых с ПМ2). РРГ с 1-го по 6-й подключены к газовому модулю 0930001, а РРГ с 7-го по 11-й подключены к модулю 0930003.

Тогда должна быть задана такая конфигурация:

- ГМ 0930001 1-6
- ГМ 0930003 7-12

Когда настройщик подключает кабели РРГ к газовому модулю, он должен посмотреть серийный номер платы (написан на ней краской).

Настройки усилителей:

Перейдите к меню усилителя, который нужно настроить, например ПИД xxxxxxxx (где xxxxxxx – серийный номер усилителя) и нажмите ВВОД.

Выберите тип **ПИД 00900628.....ПИД** **Номер.....1**	Задайте тип усилителя (ПИД, ТИД, ФИД) и его порядковый номер (ПИД-1, ПИД-2 и т.д.).

Порядковый номер можно задать и для всех остальных детекторов, например – ПФД XXXXXX.

Тип усилителя задается только для ПИД, ТИД и ФИД, поскольку для этих трех детекторов используется один усилитель.

Порядковый номер усилителя, определяет детекторный канал в Хроматэк Аналитик.

Инфо **Вне допуска**	Вход в меню клавиши ИНФО, описание см. раздел 0. В этом меню показаны параметры, не соответствующие заданному режиму. При наличии несоответствующих параметров на панели горит красный индикатор Допуск.

3.8.5 Меню клавиши МЕТОД

В данном контексте термины "режим" и "метод" являются синонимами.

Для работы с режимом хроматографа используйте клавишу МЕТОД.

```
Метод
Создать
Изменить
Загрузить
Сохранить
Удалить
```

Создание режима (метода):

Перейдите к команде **Создать** и нажмите ВВОД.

```
Создать
Для канала 1
Сохранить
```

Здесь предлагается выбрать канал, для которого будет создан метод. Если в хроматографе несколько каналов, то для каждого может быть создан свой метод.

```
Старт 1. Создать метод
Анализ, мин.....10
Ожидание, мин.....0
Продувка.....выкл
```

Задайте время анализа, время ожидания и необходимость продувки после окончания анализа.

```
ПИД-1
ДТП-1
Испаритель-1
Термостат колонок-1
```

Ниже располагается список устройств, входящих в состав хроматографа.

Время ожидания определяет длительность этапа "Ожидание". Данный этап наступает после этапа "Подготовка", когда все параметры хроматографа приходят в пределы допуска, если время ожидания не равно нулю. Этап используется, как задержка выхода хроматографа на "Готовность".

Время ожидания полезно задавать, если после выхода хроматографа на этап "Готовность" существует недопустимый дрейф нулевой линии. Для того чтобы хроматограф перешел на этап "Готовность" только после стабилизации нулевой линии, задайте время ожидания больше времени стабилизации. Время стабилизации определяется экспериментальным путем.

В случае, если в режиме задан **предстарт**, этап "Ожидание" не ограничивается по времени, несмотря на значение **времени ожидания**. Этап "Ожидание" длится до тех пор, пока оператор или планировщик не выполнят предстарт, т.е. не нажмут на хроматографе клавишу старта, не вводя пробу.

Включение опции **Продувка** позволяет задать программирование температуры термостата колонок после окончания анализа (графическая циклограмма этапа показана ниже).

Чтобы установить продувку после анализа, необходимо включить соответствующую опцию и задать предложенные параметры программирования температуры.

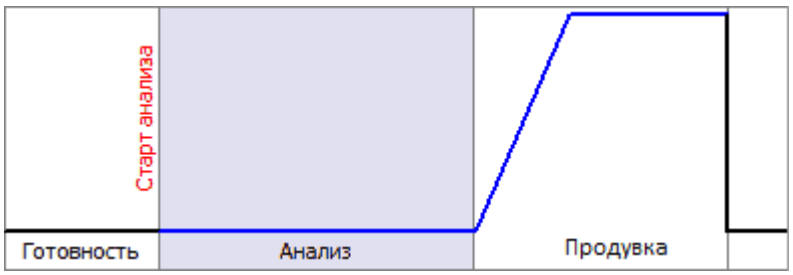


Рисунок 3.34 – Продувка после анализа

Если опция **Продувка** выключена, программирование температуры будет ограничено временем анализа.

Далее программа предлагает настроить режим устройств.

Режим термостата колонок:

```
Термостат колонок-1
Число изотерм.........2
Расх. изо1..........60.0
Время изо1,мин.......5.0
Скорость 1/2........10.0
Расх. изо 2........150.0
Далее
Назад
```

При вводе числа изотерм (по умолчанию 1) и нажатии кнопки ВВОД (или перевод курсора) в диалоге формируются параметры **Время изо** и **Скор-тьх/у**. Этих параметров на 1 меньше заданного числа изотерм. Если изотерма одна, параметры отсутствуют.

Время последней изотермы длится до конца анализа.

Режим детекторов:

В режиме детекторов задаются температуры и расходы питающих газов (воздух, водород, поддув, газ сравнения и т.п.), согласно требованиям методики.

```
ПИД-1
Температура........200.0
Воздух.............200.0
Водород.............20.0
Поддув..............15.0
Далее
```

Задайте здесь температуру детектора, а также расходы газов – воздуха, водорода и поддувного газа (не все детекторы имеют такой набор вспомогательных газов).

Нажмите ВВОД на команде **Далее** для перехода к следующему устройству.

Режим испарителей:

В режиме испарителей задаются температуры. Режимы газов задаются в режиме колонок.

```
Испаритель-1
Число изотерм.........2
Темп.изо1...........35.0
Время изо1,мин.........0
Скорость 1/2.......300.0
Темп.изо 2.........150.0
Далее
```

В данном примере задано программирование температуры (2 ступени). Подобный режим может использоваться с испарителем 8.1

```
Назад
```

Задайте температуры изотерм, время изотерм (длительность последней задавать не нужно) и скорость нагрева.

Максимальное количество ступеней программирования температуры, расходов и давлений газов – 33.

Длительность каждой ступени не ограничена.

Режим колонок:

Здесь задаются:

- параметры газа-носителя (расход, давление, скорость или поток), подаваемого на вход колонки, подключенной к данному испарителю,
- параметры сбросного газа (если колонка капиллярная).

```
Колонка-1
Число изо расх.........1
Расход..............30.0
Далее
Назад
```

Пример режима колонки с регулятором расхода газа-носителя на входе (насадочная колонка).

Если количество изолиний больше 1, то параметры **Расход** меняются на соответствующие меню (см. ниже).

```
Колонка 1
Число изо давл.........1
Давл изо 1............30
Время изо 1............0
Число изо сброс........2
Сброс изо 1...........25
Время изо 1............5
Скорость 1/2...........0
Сброс изо 2...........10
Время изо 2............0
Деление.............1:20
Далее
Назад
```

Пример режима колонки с регулятором давления газа-носителя на входе (капиллярная колонка)

Задано программирование расхода сбросного газа (число изолиний сброса – 2).

Время последней изолинии и скорость программирования сбросного газа не задаются (они всегда равны нулю).

Расход, давление и поток при работе с капиллярной колонкой взаимосвязаны. При задании одного параметра автоматически пересчитываются другие параметры колонки.

Деление и сброс пробы взаимозависимы. При задании сброса и нажатии кнопки ВВОД происходит автоматическое вычисление деления.

Экономия газа при работе с капиллярными колонками.

Если число изолиний расхода и давления газа больше одного, в режиме подготовки выполняется последняя изолиния (как правило, уменьшенный расход на сбросе пробы). После выхода всех параметров в норму, хроматограф переходит на этап "Ожидание

готовности" (на приборе попеременно мигают индикаторы "Готовность" и "Подготовка"). Для выхода на этап "Готовность" и задания первых значений изолиний необходимо нажать Старт. При работе с автоматическими периферийными устройствами переход на готовность осуществляется автоматически.

Режим кранов:

В режиме кранов задаются:

- температуры (если кран обогреваемый),
- параметры переключения крана (если автоматический),

Режимы газов задаются в режиме колонок.

```
Кран-1
Температура.........60.0
Число перекл-ний.......2
Перекл. 1, мин.......0.2
Перекл. 2, мин.........2
Предстарт...........Выкл
Далее
Назад
```

Параметр **Температура** присутствует, если в конфигурации крана указан термостат, в противном случае кран считается автоматическим необогреваемым.

Параметры **Перекл. N, мин** появляются после выбора **Число переключений** и нажатия кнопки ВВОД.

При включении опции **Предстарт**, как только все параметры хроматографа приходят в пределы допуска, он переходит на этап "Ожидание". Когда оператор, не вводя пробу, нажмет клавишу СТАРТ, происходит переключение крана (оно не указывается в режиме) и хроматограф переходит на этап "Подготовка", а затем "Готовность". После этого оператор может ввести пробу и снова нажать СТАРТ. Начинается анализ и кран выполняет заданную в режиме программу переключений.

Такое поведение используется в хроматографах, газовая схема которых предполагает обратную продувку предколонки. Особенностью таких схем является то, что начальное направление потока – обратное (для препятствия попадания тяжелых компонентов пробы из испарителя в колонку между анализами). Для переключения потока с обратного на прямой непосредственно перед вводом пробы выполняется **Предстарт**.

Режим клапанов:

В режиме клапана задаются параметры его переключения.

```
Клапан-1
Число перекл-ний.......2
Перекл. 1, мин.......0.2
Перекл. 2, мин.........2
Предстарт...........Выкл
Далее
Назад
```

Параметры **Перекл. N, мин** появляются после выбора число переключений и нажатия кнопки ВВОД.

Поведение клапана при включении опции **Предстарт** аналогично вышеописанному поведению крана.

Когда все параметры метода настроены, на дисплее появляется диалог сохранения:

Сохранение метода **Номер метода.....123** **Отмена**	Введите имя метода (оно может состоять только из цифр, поскольку буквенная клавиатура отсутствует) и нажмите ВВОД.
Применить.....да	После сохранения метода предлагается его применить. Это можно сделать немедленно или отложить, чтобы создать еще один метод.

Загрузка режима (метода):

Для того, чтобы загрузить один из ранее созданных методов, в меню клавиши МЕТОД выберите команду **Загрузить**.

Загрузить **1** **2** **newMtd**	Выберите нужный метод в списке и нажмите ВВОД.

3.8.6 Меню клавиши КОНФИГ

В этом меню настраивается конфигурация хроматографа. Обычно данные настройки выполняются только один раз, при установке хроматографа. В некоторых случаях может потребоваться изменение каких-либо параметров и в дальнейшей работе.

Нажмите клавишу КОНФИГ.

Конфигурация **ПИД-1** **ЭЗД-1** **Испаритель-1** **Испаритель-2**	На экране появится список найденных устройств Наличие того или иного устройства определяется газовой схемой хроматографа.
Добавить.....нет	Некоторые устройства (такие, как "колонка") не могут быть найдены автоматически и их необходимо добавить в конфигурацию вручную. С помощью клавиши ВЫБОР укажите, такое устройство и нажмите ВВОД.
Удалить.....нет	Для удаления добавленного вручную устройства найдите его в списке с помощью клавиши ВЫБОР и нажмите ВВОД.
Сохранить	Нажмите для сохранения конфигурации.

Согласно газовой схеме хроматографа добавьте устройства, которые не были найдены автоматически. К таким относятся:

- **Кран-Р**. Кран ручной.

- **ВУ**. Внешнее устройство (добавляются периферийные устройства, стороннего производства, а также термодесорбер одностадийный).
- **Газ инд-тор**. Газовый индикатор.
- **Рег давл**. Регулятор давления.
- **Колонка**. Хроматографическая колонка.

После добавления дополнительных устройств в конфигурацию, перейдите к первому в списке и нажмите ВВОД.

Когда параметры выбранного устройства будут настроены, на экране появится команда **Далее**. Нажмите ВВОД для перехода к следующему устройству.

После того, как все устройства будут настроены, на экране вновь появится диалог **Конфигурация**.

`Сохранить`	Перейдите к команде **Сохранить** и нажмите ВВОД.

Общим для всех устройств является свойство **Канал**.

Канал – признак, по которому группируются все устройства (узлы) хроматографа. Такая группировка нужна для обеспечения возможности проведения на одном хроматографе одновременных и независимых анализов. Фактически, хроматограф с двумя каналами – это два хроматографа в одном.

Часто под термином "2-, 3-канальный хроматограф" понимают наличие у такого хроматографа 2-х или 3-х детекторов. В хроматографе с контроллером ПМ3 это понятие более широкое. Здесь двухканальный хроматограф может иметь, к примеру, 3-4 детектора, также, как и одноканальный.

Свойство Канал может принимать значения:

- **Старт-1**, **Старт-2** означает, что данное устройство будет участвовать в анализе, когда будет нажата соответствующая кнопка старта.
- **Нет** – данное устройство не будет относиться ни к одному каналу, хроматограф не будет следить за его состоянием и управлять его параметрами.

Термостат колонок общий для всех каналов, поэтому для него канал старта не указывается.

По умолчанию все хроматографы настроены на один канал. Задание количества каналов выполняется в сервисных параметрах конфигурации (см. раздел 3.8.4).

Описание всех конфигурационных параметров приведено ниже.

Детекторы:

`Канал.....Ст1`	Выбирается канал старта **Ст1**, **Ст2** или **нет**.
`Термостат.....Тд1`	Выбирается термостат детектора. Здесь **Тд1** означает, что детектор установлен на ближнюю нагревательную платформу, а **Тд2** – на дальнюю. В одном термостате могут располагаться сразу несколько детекторов, например три детектора ДТП.

Газ рег-ры 1х.....выкл	Эта опция указывает, какие газовые регуляторы подключены к детектору: универсальные (вкл) или функциональные (выкл). Далее, в зависимости от типа регуляторов, появляются дополнительные газовые настройки.
Газ.регулятор.....нет	Этот параметр появляется для функциональных регуляторов. Выбирается номер регулятора, подключенного к данному детектору. Для детектора **ДТП** этот параметр указывает на универсальный регулятор "1х", который формирует газ сравнения.
Рег-тор поддув.....1	Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ДТП**, **ДТХ**, **ФИД**, **ЭЗД**. Выбирается номер РРГ, управляющего расходом поддувного газа. Присутствует, если опция **Газ рег-ры 1х** включена.
Рег-тор возд.....2	Выбирается номер РРГ, управляющего расходом воздуха. Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ПФД**. Присутствует, если опция **Газ рег-ры 1х** включена.
Рег-тор водор.....3	Выбирается номер РРГ, управляющего расходом водорода. Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ПФД**. Присутствует, если опция **Газ рег-ры 1х** включена.
Частота, Гц.....25	Частота детекторного канала оказывает влияние на информативность хроматограммы. Чем выше частота, тем более узкие пики могут быть обнаружены, но и тем выше уровень шумов. Возможны варианты: 5, 10, 25, 50, 100, 200, 300 Гц на выбор. Установленное по умолчанию значение 25 Гц является оптимальным.
Макс. темп-ра.....350	Максимально допустимая температура детектора. При ее превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение. Значение температуры зависит от типа детектора. Рекомендуется задавать: ПИД, ТИД, ЭЗД – 450 °С; ПФД – 400 °С; ФИД – 250 °С; ДТП – 300 °С; ДТХ 5.184.023-01.00 – 200 °С; ДТХ 5.184.023-02.00 – 80 °С. При размещении нескольких типов детекторов на одном термостате необходимо задавать наименьшее значение температуры.
Питание ФЭУ.....вкл	Включение и выключение питания фотоумножителя детектора **ПФД**.
Нулевой фон ФЭУ.....0.0	Вследствие технологических разбросов параметров ФЭУ некоторые экземпляры **ПФД** имеют ненулевой фоновый сигнал до поджига пламени. В этом случае хроматограф может при отсутствии пламени зарегистрировать его

	наличие. Чтобы избежать этого, задайте значение данного параметра на измеренное в момент достижения заданного значения температуры детектора.
Смещение.....100	Задайте значение смещение нулевой линии сигнала. Усилитель автоматически балансируется таким образом, чтобы фон детектора соответствовал заданному смещению. Рекомендуемое значение для ДТП и ДТХ – (800-1000) мВ.
Инверсия.....выкл	Установите эту опцию, если на хроматограмме все пики отрицательные (обратные).
Мощность.....100%	Параметр детекторов **ДТП** и **ДТХ**. Параметр задает мощность нагрева датчиков (спиралей) в зависимости от типа текущего через детектор газа-носителя. Для **ДТП** мощность 100% допускается задавать только при использовании гелия или водорода в качестве газа-носителя. В остальных случаях устанавливается мощность 25%. Для **ДТХ** задается 80%, при недостатке чувствительности допускается задавать 100%.
Спираль ДТП.....вкл	При включении данной опции, **ДТП** переводится в автоматический режим защиты спиралей от перегрева. Во время работы спираль ДТП должна находиться в автоматическом режиме. Нагрев спиралей ДТП рекомендуется выключить для технического обслуживания или кондиционирования колонок.
Датчик ДТХ.....вкл	При включении данной опции, **ДТХ** переводится в автоматический режим защиты датчиков от перегрева. Во время работы датчик ДТХ должна находиться в автоматическом режиме. Нагрев датчика ДТХ рекомендуется выключить для технического обслуживания или кондиционирования колонок.
Лампа ФИД.....вкл	Включение и выключение лампы **ФИД**.
Ток ЭЗД.....100	Значение опорного тока **ЭЗД**, соответствующее величине протекающего через детектор ионизационного тока. Ток ЭЗД задается в относительных единицах от 0 (0 нА) до 350 (4.1 нА), значение по умолчанию – 100, которое соответствует примерно 1.17 нА. Задаваемое значение зависит от величины активности используемого радиоактивного источника.
Газ поддува.....Азот	Выбор типа поддувного газа: азот, гелий, аргон
Порог поджига.....2.0	Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ПФД**. При поджиге пламени измеряемый фон пламенных детекторов увеличивается. Для того чтобы хроматограф зафиксировал наличие пламени, фон должен превысить заданное пороговое значение. Рекомендуется задавать:

	• ПИД – 2 мВ; • ТИД – 4 мВ; • ПФД – 0,5 мВ.
Приращение H2.....5	Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ПФД**. Величина, на которую увеличивается расход водорода при каждой следующей попытке поджига если предыдущая была неудачна.
Свеча поджига.....#1	Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ПФД**. Указывает, какая плата управляет свечой поджига данного детектора.
Контр пламени.....вкл	Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ПФД**. Если опция выключена, хроматограф не следит за наличием пламени данного детектора и выйдет на этап "готовность", даже если его нет.
Расх O2 охлажд.....15 **Расх H2 охлажд.....15** **Расход поддув охл.....10**	Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ПФД**. Расходы воздуха, водорода и поддувного газа на этапе "охлаждение".
Расх O2 поджиг.....250 **РасхH2 поджиг.....40**	Параметр детекторов **ПИД**, **ТИД**, **ПФД**. Расходы воздуха и водорода на этапе "поджиг".
Допуск фона.....0.0	Допустимый сигнал детектора. При его превышении выдается сообщение о необходимости проведения техобслуживания. Значение 0 отменяет данную опцию.
Выход ЦАП.....выкл	Выдает сигнал детектора на аналоговый выход (для подключения самописца).
Фильтрация.....выкл	Опция включает/выключает фильтрацию сигнала детектора "на лету".

Колонки:

Газ рег-ры 1х.....on	Эта опция указывает, какие газовые регуляторы формируют потоки газа через колонку и на сброс: универсальные (вкл) или функциональные (выкл).
Газ.регулятор.....нет	Выбирается функциональный регулятор, если такие установлены в хроматографе.
Рег-тор вход.....1	Выбор универсального газового регулятора по линии газа-носителя (на входе в колонку).
Рег-тор сброса.....2	Выбор универсального газового регулятора по линии сбросного газа.
Вход давл.....до 4 атм	Максимально задаваемое давление на входе в колонку. В зависимости от типа регулятора РРГ-11 необходимо задавать: • До 4 атмосфер – для всех кроме РРГ11.h • До 10 атмосфер – для РРГ11.h

	Некорректно заданный параметр приведет к некорректной работе регулятора.
Тип газа.....гелий	Выбор типа газа-носителя.
Режим.....давление	Режим работы РРГ: давление, скорость, поток или расход.
Длина кол.....30.0	Длина капиллярной колонки, м.
Диаметр кол.....0.53	Внутренний диаметр капиллярной колонки, мм.
Контроль герм-ти.....выкл	Параметр определяет, используется или нет автоматический контроль герметичности в испарителе, к которому подключена колонка.
Значение герм-ти.....5	Данная величина задает допустимый поток утечки при автоматическом контроле герметичности, мл/мин. Если: Расход $ГН_{ИЗМЕР}$> (Расход $сброс_{ЗАДАН}$ + Поток $ГН_{РАСЧЁТ}$ + Допустимый поток $утечки_{ЗАДАН}$), то будет выдано сообщение о негерметичности и хроматограф не перейдет на этап "готовность".
Вых. Колонки.....атм.давл	Параметр устанавливает давление **на выходе колонки**: • атм. давление (показания датчика атмосферного давления). • вакуум (давление равно нулю). • отн. давление (относительное давление, задано оператором в опции "Давл на выходе", см. ниже). • абс. давление (абсолютное давление, задано оператором в опции "Давл на выходе", см. ниже).
Давл на выходе....101.325	Значение давления на выходе колонки (см. предыдущий параметр).
Давл охлажд.....15	Давление на входе в колонку на этапе "Охлаждение".
Сброс охлажд.....15	Расход сбросного газа на этапе "охлаждение".

Испарители:

Канал.....Ст1	Выбирается канал старта **Ст1**, **Ст2** или **нет**.
Макс. темп-ра.....350	Максимально допустимая температура. При ее превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение. Рекомендуется задавать 400 °С.

Краны:

Канал.....Ст1	Выбирается канал старта **Ст1**, **Ст2** или **нет**.
Термостат.....Ткр1	Выбирается термостат крана. В одном термостате могут быть установлены сразу несколько кранов.

Нач. положение.....А	Начальное положение согласно газовой схеме.
Регулятор 1.....нет **Регулятор 2.....нет**	Вспомогательные газовые регуляторы, которые могут быть подключены к крану.
Макс. темп-ра.....150	Максимально допустимая температура. При ее превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение. Рекомендуется задавать 150 °С.
Не возвращать.....выкл	Не возвращать кран в начальное положение после окончания анализа. Такой алгоритм работы используется для кранов, которые при любом повороте вводят пробу в колонку через одну из двух дозирующих петель.
Тип газа 1(2).....азот	Если для крана указан вспомогательный РРГ, задается его тип газа.
Давл охлажд 1(2).....15 **Давл поджиг 1(2).....15**	Если для крана указан вспомогательный РРГ, задается давление (или расход) на этапах "охлаждение" и "поджиг".

Клапаны:

Канал.....Ст1	Выбирается канал старта **Ст1**, **Ст2** или **нет**.
Нач. положение.....А	Начальное положение согласно газовой схеме.
Регулятор.....нет	Вспомогательный газовый регулятор, который может быть подключен к клапану.
Тип газа 1(2).....азот	Если для клапана указан вспомогательный РРГ, задается его тип газа.

Термостат колонок:

Макс. темп-ра.....250	Максимально допустимая температура. При ее превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение. Рекомендуется задавать на 10 °С ниже максимально допустимой температуры колонки по ее паспорту.
Т <Тдетектора.....вкл	При включении данной опции температура колонки никогда не превысит измеренное значение температур детекторов.
Тип нагрева.....нормал	Устанавливает тип нагрева – нормальный или двойной. Двойной используется для корректной работы источника бесперебойного питания.
Режим нагрева.....нормал	Устанавливает режим работы заслонок– нормальный или медленный. В последнем случае меняется алгоритм

	управления заслонками термостата при температурах, близких к комнатной.
Предстарт.....выкл	Предстарт для термостата колонок. Если опция включена, то первоначально будет отработана последняя ступень программирования температуры. После выполнения предстарта, хроматограф переходит на этап "подготовка" и отрабатывает первую ступень программирования температуры.

3.8.7 Меню клавиши ОПЦИИ

Данное меню содержит параметры, большая часть которых настраивается один раз при первом включении хроматографа по месту его установки.

Нажмите клавишу ОПЦИИ.

Настройка Активация	Включение/выключение ознакомительного периода работы. Нажмите ВВОД для настройки параметров активации.
Активация не нужна Защита.....выкл	Включение/выключение ознакомительного периода работы. Включите защиту, если необходимо. Появятся дополнительные параметры настройки.
Активация нужна Защита.....вкл	
Конеч дата.....14/08/14	Дата, когда закончится ознакомительный режим и будет установлен режим ограничения функционала. **В этом режиме хроматограф скрывает значения сигналов детекторов.**
Код	Код, который нужно ввести для активации хроматографа и перевода его в полнофункциональный режим работы.
Автозапуск метода.....нет	Здесь можно выбрать рабочий метод, который будет автоматически загружен при включении хроматографа или в режиме сна. Метод должен быть создан заранее.
Метод продув.....нет	Продувка после включения (кондиционирование колонки в начале рабочего дня) будет автоматически проведена в соответствии с выбранным методом, затем будет загружен метод, указанный в предыдущем пункте меню. Метод должен быть создан заранее.
Звук.сопровождение	
Клавиатура.....выкл Готовность.....выкл При включении.....вкл	В этом подменю устанавливается, в каких случаях хроматограф подает звуковой сигнал.
Соединение	Здесь настраиваются параметры соединения с ПК.

Ethernet **IP.....192.168.55.100** **Маска.....255.255.255.0** **MAC.....00D0:9300:05E9**	Здесь задается IP-адрес хроматографа. Если хроматограф включен в локальную сеть, его IP должен выдать сетевой администратор.
USB **IP.....192.168.10.5** **Маска.....255.255.255.0** **MAC.....7292:DF02:D0F4**	Здесь задается IP-адрес хроматографа в случае его подключения по шине USB.

Рекомендуется создавать соединение с компьютером по интерфейсу Ethernet. Другие варианты соединения (USB, RS232) применяются при невозможности подключить хроматограф по интерфейсу Ethernet, поскольку они обладают меньшей скоростью передачи данных и устойчивостью к помехам.

Процедура создания соединения с помощью программы "Панель управления" описана в разделе 2.5 Руководства пользователя "Хроматэк Аналитик".

В ПМ3 соединение с компьютером по шине USB преобразуется в соединение по сети с помощью специального драйвера. Поэтому здесь, как в случае с Ethernet-соединением требуется введения IP-адреса и маски подсети.

Если кроме данного хроматографа, к компьютеру не подключено других сетевых устройств, IP-адрес может быть любым (используемым по умолчанию).

Пример использования:

К компьютеру по Ethernet подключены два хроматографа. Компьютер в локальную сеть не включен.

Хроматографы могут иметь одинаковый IP и если они будут оба включены, произойдет конфликт IP-адресов. Чтобы этого избежать, включите сначала один прибор и в вышеописанном диалоге измените адрес по умолчанию на другой, например:

Был адрес: 192.168.55.100.

После изменения: 192.168.55.10.

После изменения адреса, настройки нужно сохранить. Для этого с помощью клавиши НАЗАД вернитесь в меню **Настройка**, выберите команду **Сохранить** и нажмите ВВОД.

Language – Язык	Вход в меню выбора языка интерфейса.
English **Русский**	Выберите язык меню.
Доступ	Вход в меню управления доступом к настройкам
Доступ **Проверять.....Нет** **Пароль.....******	Если нужно ограничить доступ к настройкам, укажите значение "Да" и задайте пароль.

3.8.8 Меню клавиши ИНФО

В меню этой клавиши отображается информация о версиях прошивок электронных модулей хроматографа:

```
Инфо
Центр
ГМ 00930001
СМ 00130021
ПИД 00130030
ДТП 00145201
Центр
v.03.09.16.433
11.08.14 16:02:43
Сер.номер.........930501
```

Двойное нажатие на клавишу ИНФО открывает список параметров вне допуска:

```
Вне допуска
Нет связи с ПК
Температура Исп-1
```

3.8.9 Меню клавиш СИГН, ДЕТ, ТМП, ИСП, КРАН, ВУ

Клавиши предназначены для оперативного просмотра и редактирования параметров:

- СИГН – оперативный просмотр сигнала с детекторов.
- ДЕТ – параметры детекторов
- ТМП – параметры термостата колонок, метанатора, переходной линии, потоков газов колонок.
- ИСП – параметры испарителя.
- ВУ – параметры вспомогательных (внешних) устройств, таких, как автоматические дозаторы (ДАЖ, ДАГ, ДРП).
- КРАН – параметры кранов и клапанов.

Меню клавиши СИГН:

```
Сигнал
ПИД-1 Ст1..........25.5
ПФД-1 Ст1...........4.3
```

Здесь отображается сигнал детекторов, а также канал старта, к которому относится детектор.

Меню клавиши ДЕТ (на примере детектора ПИД-1):

```
Детекторы
ПИД-1
ПФД-1
Ручной поджиг
```

ПИД-1 – нажмите ВВОД для редактирования параметров детектора

Ручной поджиг – принудительное включение на 5 секунд спиралей поджига детекторов.

```
ПИД-1
Темп-ра.......200.0/198.5
Воздух........200.0/200.0
Водород.........20.0/20.0
Поддув..........20.0/20.0
Сигнал..............16.83
Редактировать
Назад
```

Отображается текущее состояние выбранного детектора

Здесь 200.0/198.5 – заданный/измеренный параметр.

Редактировать – вход в диалог изменения параметра. Изменение можно выполнить, как с сохранением в методе, так и без сохранения.

```
ПИД-1
Температура.........200.0
Воздух..............200.0
Водород.............20.0
Поддув..............15.0
Далее
```

Здесь можно изменить необходимые параметры

Далее – переход в меню сохранения изменений

```
ПИД-1
Сохр. в методе?.......нет
Отмена
```

После любого ответа появляется следующий вопрос: **Сохр. в методе?** При согласии следует нажать ВЫБОР, затем ВВОД.

```
ПИД-1
Применить.............да
Отмена
```

Для применения измененного параметра выбрать **Да**.

Меню клавиши ТМП

```
Термостаты
Термостат колонок-1
Колонка-1
```

В данном меню можно просмотреть и отредактировать температурные режимы термостата колонок, дополнительных термостатов, метанатора, а также параметры работы колонок (расходы и давления газов, деление потока и т.д.)

```
Термостат колонок-1
Темп-ра......150.0/150.0
Редактировать
```

Здесь отображается текущее состояние термостата колонок. Для редактирования выберите соответствующую команду.

```
Колонка-1
Темп-ра......150.0/150.0
Расход.........25.0/25.0
Редактировать
```

Здесь отображается текущее состояние выбранной колонки. Для редактирования выберите соответствующую команду.

Проведенные изменения параметров могут быть применены с изменением в методе или без изменения.

Аналогично осуществляется работа с прочими клавишами оперативного доступа.

4 Подготовка к работе

4.1 Операции с насадочными колонками

4.1.1 Общие сведения

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

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

Материал колонок

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

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

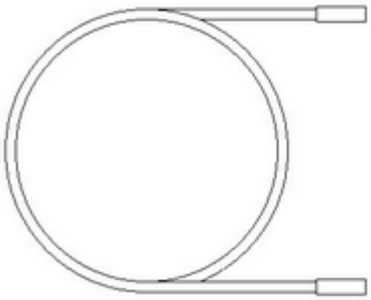
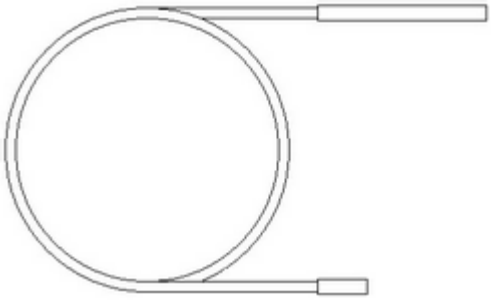
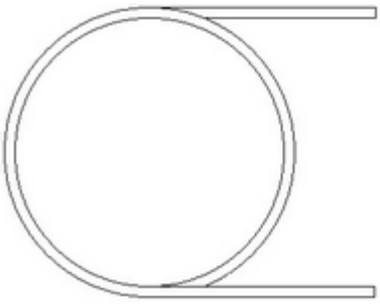
Конфигурация (тип) колонок

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

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

Распространенные типы колонок, используемые в хроматографе, приведены ниже (Таблица 4.1).

Таблица 4.1 – Типы используемых колонок и их описание

Тип	Описание	Внешний вид
1	Симметричные концы диаметром 5.5 мм. Стандартные штуцеры под насадочную колонку. Графитовые или резиновые уплотнения. Гайки и муфты в комплект не входят.	
2	Концы диаметром 5.5 мм. Удлиненный входной конец для установки в испаритель (прямой ввод пробы в колонку). При установке в испаритель используется штуцер 8.652.376-06 (по заказу). Графитовые или резиновые уплотнения. Гайки и муфты в комплект не входят.	
3*	Симметричные концы диаметром 3 мм (для колонок 2 и 3мм ID) или 1/8” для соответствующей трубки. Используются для исключения влияния диффузии компонентов воздуха при анализе следов газов. Гайки и муфты из нерж. стали входят в комплект: Гайка 8.930.285, Муфта 8.658.038-01 (3мм) или Муфта 8.658.038-03 (1/8”).	
7	Внутренний диаметр 2 мм, диаметр навивки 70 мм. Используется в дополнительном термостате колонок (См. раздел 3.3.3). Металлические уплотнения. Гайки и муфты не входят в комплект.	

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

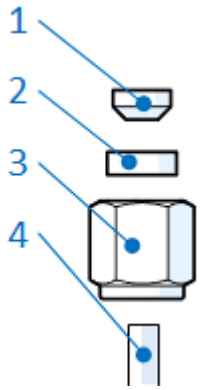
4.1.2 Подготовка уплотнительных элементов колонок

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

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

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

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



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

Рисунок 4.1 – Резиновое уплотнение

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

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

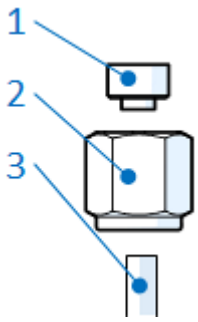
Состояние резиновых уплотнений рекомендуется периодически проверять. При наличии видимых следов загрязнений, деформаций или трещин уплотняющую муфту необходимо заменить.

Муфта 6.453.038 (с графитом) используется совместно с гайкой 8.930.172.

Графитовые уплотнения более надежны и особенно предпочтительны при работе на высоких температурах (выше 200 °С).

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

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



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

Рисунок 4.2 – Графитовое уплотнение

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

4.1.3 Подготовка устройств для установки колонки

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

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

4.1.4 Установка насадочной колонки

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

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

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

- На концы колонки надеть необходимые уплотнения.
- Установить колонку в штуцеры до упора. Обратить внимание на правильность установки относительно потока газа (начало колонки обычно помечено биркой).
- Плотно затянуть гайки с усилием "от руки".

- При использовании графитовых уплотнений довернуть ключом на (30-60) градусов (при использовании графитовых уплотнений в первый раз угол доворота должен быть несколько больше: до (90-120) градусов).
- При использовании металлических уплотнений колонок угол доворота составляет (30-60) градусов.

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

4.2 Операции с капиллярными колонками

4.2.1 Размещение колонки в термостате

Капиллярную колонку размещают внутри термостата на кронштейне 6.133.078 (Рисунок 4.3), который крепится в верхней части термостата. Для размещения трех и более колонок рекомендуется использовать кронштейн 6.133.089.

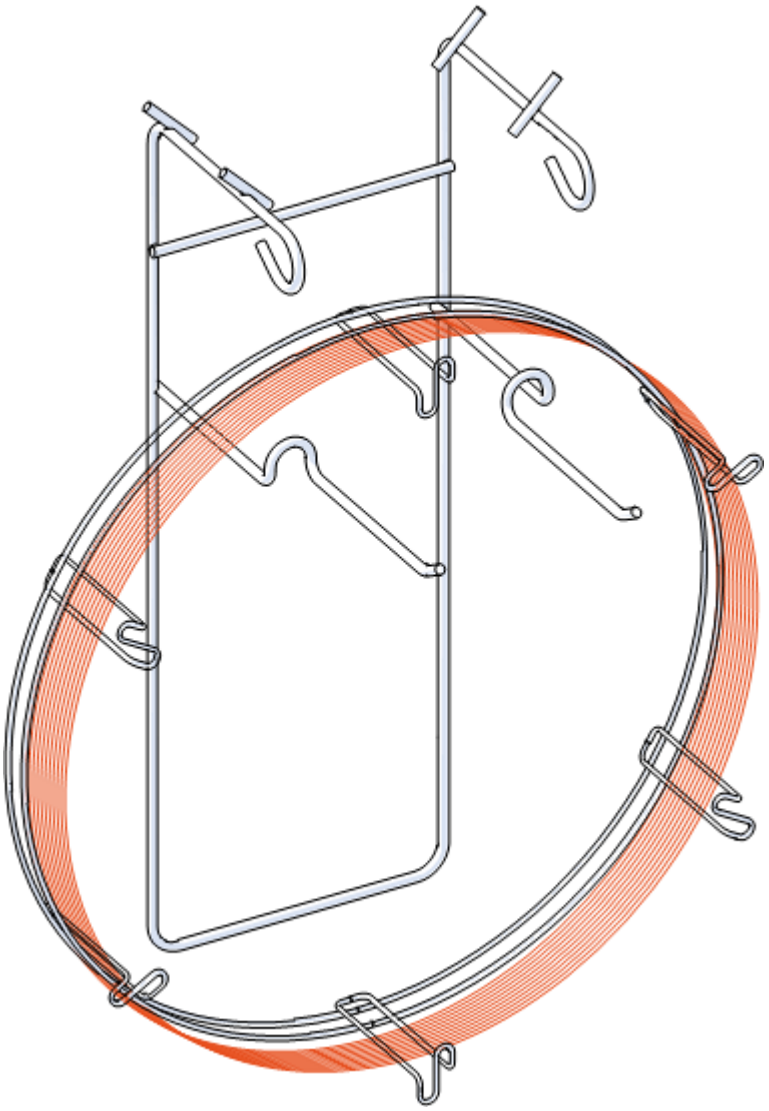


Рисунок 4.3 – Размещение капиллярной колонки на кронштейне 6.133.087

Колонка должна размещаться в центральной части термостата, нельзя допускать контакта секций и витков колонки со стенками термостата. При подсоединении колонки к устройствам располагать концы таким образом, чтобы образовывались плавные витки (особенно важно для широких колонок).

4.2.2 Подготовка колонки к установке

Необходимые изделия:

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

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

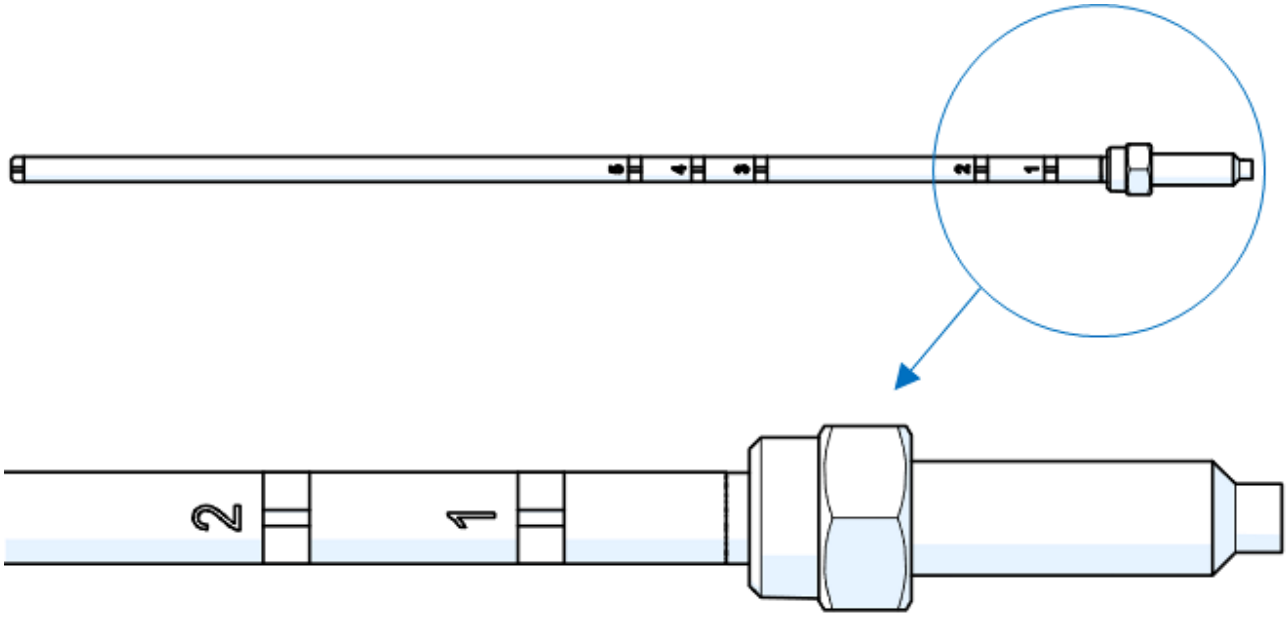


Рисунок 4.4 – Шаблон 6.236.249

Расстояния для устройств:

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

4.2.3 Установка капиллярной колонки

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

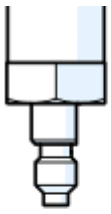
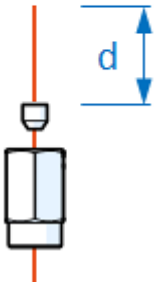
Ниже приводятся общие рекомендации по установке капиллярной колонки.

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

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

Порядок установки колонки:

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

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

- Вставить колонку в штуцер испарителя или детектора, затянуть гайку "от руки".
- Затем подтянуть гайку ключом на 45-60 градусов так, чтобы колонку нельзя было вытянуть из гайки (колонка зафиксирована феррулой).

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

Новую колонку рекомендуется прокондиционировать как описано в разделе 4.3.

Подсоединить колонку к детектору аналогичным образом.

4.3 Кондиционирование колонок

4.3.1 Подготовка колонки к кондиционированию

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

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

Подготовка к кондиционированию выполняется следующим образом:

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

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

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

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

При работе с детектором ДТП спирали детектора необходимо отключить.

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

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

4.3.2 Кондиционирование насадочных колонок

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

Действия при кондиционировании насадочных колонок и условия кондиционирования:

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

4.3.3 Кондиционирование капиллярных колонок

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

Этапы кондиционирования капиллярных колонок:

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

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

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

4.3.4 Другие способы регенерации колонок

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

Для насадочной колонки перенабить начальный участок.

Для капиллярной колонки отрезать начальный участок 20 – 30 см.

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

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

4.4 Подготовка жидких и газообразных проб

4.4.1 Пробоподготовка

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

Процедура пробоподготовки перед анализом включается в следующих случаях:

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

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

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

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

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

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

4.4.2 Подготовка жидких проб

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

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

Дополнительно, при работе с микрошприцами для ввода жидких проб, рекомендуется ознакомиться с подразделом 4.5.

4.4.3 Общие рекомендации по подготовке проб газа

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

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

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

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

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

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

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

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

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

4.5 Операции с микрошприцами

Эксплуатация микрошприцев описана в руководстве "Микрошприцы для газовой хроматографии серии SGE-Chromatec 214.2.835.001".

5 Работа с хроматографом

5.1 Управление хроматографом

Управление режимами работы хроматографа производится в форме диалога при помощи персонального компьютера (ПК) или посредством панели управления (ПУ).

- При работе с ПК, с помощью программного обеспечения "Хроматэк Аналитик" необходимо воспользоваться руководством пользователя 214.00045–51И.
- При работе с хроматографом с помощью ПУ необходимо ознакомиться с ее описанием (раздел 3.8 данного руководства).

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

При задании параметров методики следует учитывать:

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

Создание режима хроматографа описано в разделе 3.8.5 данного руководства.

Наблюдение рабочих и диагностических параметров хроматографа, внешних и внутренних периферийных устройств производится в меню клавиши КОНТР.

5.2 Проверка работоспособности

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

Рекомендуемая ежедневная практика проверки состоит в следующем:

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

При необходимости (при подозрениях на загрязненность детекторов, испарителей; при снижении чувствительности и т.д.), а также при длительных перерывах в работе рекомендуется проводить оценку как можно большего числа параметров. В этих случаях проверку выполняют в соответствии с подразделом 6.2 "Опробование" методики поверки 214.2.840.043Д.

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

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

5.3 Порядок работы

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

Управление работой хроматографа выполняют в соответствии с рекомендациями раздела 5.1. При работе с программным обеспечением "Хроматэк Аналитик" к началу работы должны быть проведены все предварительные настройки (установка ПО, соединение с прибором, создание рабочего проекта и т.д.). По тексту приводятся ссылки на Руководство пользователя "Хроматэк Аналитик" версия 3.0.

Перед началом работы следует выполнить необходимые процедуры раздела 4.

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

5.3.1 Включение хроматографа

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

ранее, передают готовый метод. После передачи режима хроматограф переходит на этап "Подготовка", выполняются расходы газов, начинают нагреваться термостаты детекторов, испарителей, других термостатируемых устройств.
- При наличии пламенных детекторов через 20-25 минут после передачи режима начинается этап "Поджиг", происходит автоматический поджиг пламени детекторов ПИД, ТИД, ПФД.

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

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

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

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

5.3.2 Выполнение измерений

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

- Выполнение градуировки;
- Выполнение анализа неизвестной пробы.

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

Процедуры работы с хроматографом, на данном этапе следующие:

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

В некоторых конфигурациях также выполняются этапы

- При использовании "Предстарта", программирования расходов и давлений газов, после этапа "Подготовка" хроматограф переходит на этап "Ожидание готовности" (попеременно мигают световые индикаторы Подготовка и Готовность). Для перехода на этап "Готовность" нажимают кнопку Старт.
- Если задан режим экономии газов или используется предстарт по какому-либо устройству, при этом следующий анализ не был своевременно начат, хроматограф переходит на этап "Ожидание". Для возврата на этап "Готовность" следует нажать кнопку "Старт" на хроматографе.

5.3.3 Завершение работы

- По окончании работы с хроматографом, перед выключением, необходимо охладить температурные зоны прибора. Для этого передают режим "Охлаждение" (см. раздел 3.7 руководства пользователя "Хроматэк-Аналитик").
- После охлаждения выключают хроматограф. При ежедневной работе, тумблер блок питания на задней панели можно не выключать.

Режим "Охлаждение" запускается также при нажатии кнопки включения хроматографа (Рисунок 3.1). В этом случае хроматограф автоматически выключится по достижении температуры термостата колонок 40°С.

- Закрывают вентиль баллона с газом носителем (по часовой стрелке).
- Освобождают пружину редуктора (против часовой стрелки).
- Выключают питание всех внешних устройств.

6 Техническое обслуживание

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

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

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

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

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

6.1 Виды технического обслуживания

Для хроматографа предусматривается два вида технического обслуживания:

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

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

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

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

Периодичность технического обслуживания может изменяться:

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

6.2 Текущее техническое обслуживание

Таблица 6.1 – Параметры текущего технического обслуживания

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

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

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

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

Таблица 6.2 – Источники акустических шумов

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

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

6.3 Периодическое техническое обслуживание

Параметры периодического технического обслуживания (Таблица 6.3):

Таблица 6.3 – Параметры периодического технического обслуживания

Операции	**Периодичность**	**Раздел руководства, где описано**
Регенерация или замена адсорбента в газовых фильтрах	См. раздел3.2.7	3.2.7
Проверка герметичности соединений газовых линий	Раз в полгода	3.4.4
Обслуживание испарителей (кроме замены мембраны (септы))	После снятия уплотняющего кольца и лайнера, и регенерации фильтров	Раздел 1.6 части 2 настоящего РЭ
Проверка расходов газов	Ежегодно*	3.1.3
Проверка давлений газов	Ежегодно*	3.1.4
Обслуживание детекторов	Раз в полгода	Раздел 3 части 2 настоящего РЭ
Ежегодное техническое обслуживание	Раз в год	Регламент технического обслуживания

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

Замена хроматографических колонок не является операцией технического обслуживания.

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

6.4 Расходные материалы для хроматографа

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

Таблица 6.4 – Расходные материалы для хроматографа

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

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

Наименование	Признаки износа	Факторы, влияющие на срок службы	Номинальный срок службы. Рекомендации
Колонка капиллярная, насадочная	Ухудшение разделения критических пар компонентов, общее снижение эффективности, уменьшение времен удерживания	Наличие тяжелых компонентов в пробе, чистота газа-носителя, работа при температуре близкой к максимальной	От 3 месяцев до 3 лет. Провести кондиционирование или другие способы регенерации (см. раздел 4.3.4). При невозможности регенерации заменить колонку.
Уплотнительные элементы колонок	Разные внешние признаки в зависимости от материалов: – резина: трещины и потеря упругости, – графит: проседание, – металл: трещины и несимметричность при обжиме, невозможность достичь герметичности	Правильность уплотнения (недопустимы чрезмерные усилия). Частота сборки/разборки. Для резиновых муфт недопустима высокая температура.	Резиновые: 1-3 месяца. Графитовые: до 1 года Метал: 3 года и более. Графит и металл. уплотнения имеют ограничение по числу циклов установки сборки / разборки Только замена.
Материалы для приготовления, дозирования и ввода проб в хроматограф			
Микрошприцы для ручного ввода	Засорение иглы. Поврежденная или изогнутая игла (плунжер). Затирание плунжера Негерметичный плунжер (для газоплотных шприцев). Неудовлетворительная сходимость.	Аккуратность обращения. Регулярная промывка шприца после работы Характер пробы (вязкость, наличие солей, механических частиц и др.)	3-6 месяцев. Промывка плунжера и корпуса шприца. Чистка иглы и правильная подготовка кончика иглы.
Микрошприцы для автосамплера	Все указанное выше для ручного шприца.	Все указанное выше для ручного шприца. Правильная установка шприца в дозатор, настройка дозатора и установка на ГХ.	3-12 месяцев. Промывка плунжера и корпуса шприца. Чистка иглы и правильная подготовка кончика иглы.
Виалы	–		Разовое использование. Промывка или замена.

Наименование	Признаки износа	Факторы, влияющие на срок службы	Номинальный срок службы. Рекомендации
Септы для виал, алюминиевые колпачки для виал	–		Разовое использование. Только замена.

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

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

Перечень основных расходных материалов, рекомендуемых для проведения технического обслуживания, приведен в таблице ниже. Полный перечень и каталожные номера расходных материалов для заказа зависят от конфигурации используемого оборудования и реализуемой аналитической задачи.

Таблица 6.5 – Расходные материалы

Наименование	Количество	Обозначение
Ионитовый фильтр для генератора водорода	1	214.6.112.004
Лайнер	2	214.6.236.034
Кольца уплотнительные	4	214.8.683.032
Мембрана 214.7.010.019-01 (100шт/уп, с низким газовыделением)	1	
Микрошприц SGE-Chromatec-02-10мкл, ТУ4321-011-12908609-08 с метрологической поверкой	1	
Вата силанизированная, г	2	
Феррула для колонок 0.1-0.32мм (графит, отв.0.5мм, 10шт/уп)	1	
Сорбент цеолит CaA 1-2мм, г	200	
Сорбент Уголь АГ-5 1-2мм, г	200	

Вспомогательные материалы, реактивы

Безворсовые салфетки, хлопковые аппликаторы для чистки деталей.

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

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

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 изнашиваемых частей в испарителях (лайнер, уплотнительное кольцо, мембрана);
- замены регуляторов расхода газа;
- замены или регенерации сорбента газовых фильтров;
- замены или регенерации хроматографических колонок.

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

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

Ниже Таблица 7.1 приведены некоторые возможные неисправности хроматографа, их причины и рекомендации по устранению.

Таблица 7.1 – Неисправности и рекомендации по их устранению

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

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

Панель управления выдает ошибку – "Нагрев запрещен. Проверьте газ-носитель".	