

Руководство по эксплуатации газового хроматографа GC-4100

Внимание

Никакая часть данной документации не может быть продублирована, воспроизведена или переведена в любой форме, любыми средствами или сохранена в электронном виде без предварительного письменного разрешения East & West Analytical Instruments, Inc. (EWAI).

Серийный номер руководства
GC-4100XV104I170927.

Версия

Четвертое издание, сентябрь 2017 года.

Гарантия

В течение 12 месяцев с момента покупки услуги по ремонту и замене деталей будут предоставляться бесплатно при условии соблюдения правил эксплуатации и хранения. В течение этого периода не пытайтесь ремонтировать или разбирать прибор каким-либо образом, помимо основных процедур технического обслуживания, описанных в данном руководстве. Если у вас возникнут какие-либо проблемы, которые вы не сможете решить, пожалуйста, обратитесь в службу поддержки клиентов. Наша компания оставляет за собой право улучшать данный продукт и его аксессуары без предварительного уведомления.

Индикаторы безопасности.

Осторожность.

Индикатор “Осторожно” указывает на потенциальную опасность. В нем обращается внимание на процедуру или операцию, которые при неправильном выполнении могут привести к повреждению или поломке прибора, а также к потере данных анализа. Когда вы увидите этот индикатор, пожалуйста, не приступайте к работе до тех пор, пока полностью не усвоите указанные инструкции.

Опасность

Индикатор “Опасность” обозначает потенциальную опасность. Он обращает внимание на процедуру или операцию, которые при неправильном выполнении могут привести к серьезным телесным повреждениям или смерти. Когда вы увидите этот индикатор, пожалуйста, не приступайте к работе до тех пор, пока полностью не усвоите указанные инструкции.

Внимание

Индикатор “Внимание” обозначает важную информацию о вышеуказанной операции. Пожалуйста, прочтите и полностью усвойте указанные требования, прежде чем продолжить.

Содержание

1. Информация.....	7
1.1 Особенности системы.....	7
1.1.1 Система точного контроля температуры.....	7
1.1.2 Полностью автоматизированная система управления потоком.....	7
1.1.3 Гибкая конфигурация с множеством доступных аксессуаров.....	7
1.1.4 Интеллектуальная система безопасности и самодиагностики.....	8
1.1.5 Многофункциональный прибор.....	8
1.1.6 Высокопроизводительный прибор.....	8
1.1.7 Удобное для пользователя программное обеспечение.....	8
1.2. Устройство прибора.....	8
1.3. Технические характеристики.....	10
1.3.1. Прибор.....	10
1.3.2. Инжектор/испаритель/система ввода проб.....	10
1.3.3. Термостат колонок.....	10
1.3.4. Хроматографические колонки.....	11
1.3.5. Детекторы.....	11
1.3.6. Электронное регулирование давления (EPC).....	12
1.3.7. Дополнительные устройства.....	12
2. Важнейшие компоненты.....	12
3. Осмотр и установка.....	13
3.1. Осмотр.....	13
3.1.1. Упаковка.....	13
3.1.2. Распаковка.....	13
3.1.3. Важные меры предосторожности.....	13
3.2. Стандартные принадлежности.....	13
3.3. Установка.....	13
3.3.1. Требования к рабочим условиям в лаборатории.....	13
3.3.2. Требования к источнику питания.....	14
3.3.3. Требования к источнику газа и его давлению.....	14
3.3.4. Меры предосторожности при работе со стальными газовыми баллонами высокого давления.....	15
3.3.5. Установка.....	15
3.3.6. Сбор данных.....	17
4. Установка и работа с хроматографическими колонками.....	18
4.1. Хроматографическая колонка.....	18
4.3. Установка насадочной колонки.....	19
4.3.1. Подсоединение.....	19
4.3.2. Установка.....	19
4.4. Установка капиллярной колонки.....	20
4.4.1. Подсоединение.....	20
4.4.2. Установка.....	20
4.5. Настройки параметров колонки.....	22
5. Работа с приборной панелью.....	23
5.1. Приборная панель GC-4100.....	23
5.2. Настройка параметров с панели прибора.....	24
5.2.1. Как установить параметры.....	24
5.2.2. Самодиагностика и сброс настроек.....	26
5.2.3. Экран начального статуса прибора.....	27

5.2.4. Вход в колонку А/В.....	27
5.2.5. Контроль температуры в термостате.....	28
5.2.6. Детекторы.....	30
5.2.7. Главное меню.....	31
5.2.8 Статус прибора и процедуры запуска.....	35
6. Руководство по быстрой эксплуатации и анализу.....	38
6.1. Подготовка.....	38
6.1.1. Подключения питания и выходных сигналов.....	38
6.1.2. Подготовка прибора к работе.....	39
6.2. Выполнение анализа.....	39
6.2.1. Установка параметров и запуск.....	39
6.2.2. Прогрев детекторов и стабилизация базовой линии.....	40
6.2.3. Ввод пробы.....	40
6.2.4. Обработка данных.....	40
6.3. Завершение анализа и выключение.....	40
7. Вход в колонку и система ввода пробы.....	40
7.1. Обзор.....	40
7.2. Вход в насадочную колонку.....	41
7.2.1. Установка септы на входе в насадочную колонку.....	41
7.2.2. Установка лайнера на входе насадочной колонки.....	42
7.2.3. Обнаружение утечки на входе в насадочную колонку.....	42
7.3. Ввод пробы в капиллярную колонку с делением/без деления потока (S/SL).....	43
7.3.1. Режимы с делением и без деления потока.....	43
7.3.2. Установка септы для входа в колонку с делением/без деления потока S/SL.....	43
7.3.3. Установка лайнера для ввода пробы с делением/без деления потока S/SL.....	44
7.3.4. Установка трубки-ловушки для входа с делением/без деления потока S/SL.....	45
7.3.5 Обнаружение утечек на входе в колонку S/SL.....	45
7.4. Настройка параметров при вводе пробы.....	46
7.4.1. Активация используемого входа в колонку.....	46
7.4.2. Установка температуры на входе в колонку.....	46
7.4.3. Настройка расхода/давления.....	48
7.4.3.1. Настройка расхода/давления для насадочных колонок.....	48
7.4.4. Экономия газа.....	51
7.4.4.1. Установка параметров экономии газа.....	51
7.4.4.2. Продление экономии газа.....	52
7.5. Если не используется ЕРС (электронный регулятор давления).....	52
8. Управление пневматикой.....	52
8.1. Введение.....	52
8.2. Об ЕРС (электронный регулятор давления).....	52
8.2.1. Устройство ЕРС.....	52
8.2.2 Теория ЕРС.....	53
8.3 Калибровка ЕРС.....	53
8.4. Диапазон расхода ЕРС.....	53
8.5. Если ЕРС не используется.....	54
9. Детекторы.....	54
9.1. Пламенно-ионизационный детектор (FID).....	54
9.1.1 Принцип работы.....	54
9.1.2. Руководство по применению.....	55
9.1.3. Настройка параметров детектора.....	56
9.1.4. Меры предосторожности.....	57

9.2. Детектор по теплопроводности (TCD).....	58
9.2.1 Принцип работы.....	58
9.2.2. Руководство пользователя.....	58
9.2.3. Настройка параметров детектора.....	59
9.2.4 Меры предосторожности.....	60
9.3. Детектор электронного захвата (ECD).....	61
9.3.1 Принцип работы.....	61
9.3.2. Руководство пользователя.....	61
9.3.3 Настройка параметров детектора.....	62
9.3.4. Меры предосторожности.....	64
9.3.4.1. Меры предосторожности при эксплуатации.....	64
9.3.4.2. Утечки в детекторе.....	64
9.3.4.3. Безопасность и радиоактивность.....	64
9.4. Пламенно-фотометрический детектор (FPD).....	64
9.4.1 Принцип работы.....	64
9.4.2. Руководство пользователя.....	65
9.4.3 Настройка параметров детектора.....	67
9.4.4. Меры предосторожности.....	69
9.5. Азотно-фосфорный детектор (NPD).....	69
9.5.1. Принцип работы.....	69
9.5.2. Руководство пользователя.....	70
9.5.3. Настройка параметров детектора.....	71
9.5.4. Меры предосторожности.....	73
10. Обслуживание приборов и устранение неисправностей.....	73
10.1. Обслуживание прибора.....	73
10.1.1. Вход в колонку.....	73
10.1.1.1. Вход в насадочную колонку.....	73
10.1.1.2. Ввод пробы с делением/без деления потока.....	74
10.1.2. Термостат колонки / колонка.....	74
10.1.3. Детектор.....	75
10.1.3.1. Детектор по теплопроводности (TCD).....	75
10.1.3.2. Пламенно-ионизационный детектор (FID).....	75
10.1.3.3. Детектор электронного захвата (ECD).....	75
10.1.3.4. Пламенно-фотометрический детектор (FPD).....	76
10.1.3.5. Азотно-фосфорный детектор (NPD).....	76
10.1.4. Пневматическая система и управление расходами газов.....	76
10.2. Поиск и устранение неисправностей прибора.....	77
10.2.1. Вход в колонку.....	77
10.2.2. Управление температурой.....	78
10.2.3. Газовый контур и управление расходом.....	79
10.2.4. Детектор по теплопроводности (TCD).....	79
10.2.5. Пламенно-ионизационный детектор (FID).....	80
10.2.6. Пламенно-фотометрический детектор (FPD).....	81
10.2.7. Детектор электронного захвата (ECD).....	82
10.2.8. Азотно-фосфорный детектор (NPD).....	83
Приложение 1: Технические характеристики детекторов.....	83
1. Условия проверки работоспособности детекторов.....	83
Таблица 1. Параметры, используемые при испытаниях детекторов на работоспособность.....	83
Детектор по теплопроводности (TCD).....	84

2.1. Чувствительность.....	84
2.2. Шумы и дрейф.....	84
3. Пламенно-ионизационный детектор (FID).....	84
3.1. Предел чувствительности.....	84
3.2. Шумы и дрейф.....	84
4. Детектор электронного захвата (ECD).....	84
4.1. Предел чувствительности.....	84
4.2. Шумы и дрейф.....	85
5. Азотно-фосфорный детектор (NPD).....	85
5.1 Предел чувствительности.....	85
5.2. Шумы и дрейф.....	86
6. Пламенно-фотометрический детектор (FPD).....	86
6.1. Предел чувствительности.....	86
Приложение 2: Корректировка расхода газа-носителя.....	86

1. Информация.

Настоящее руководство составлено на основе стандартов предприятия Beijing East & West Analytical instruments Instruments, Inc.Co, Ltd. Q/MGDXF 0031-2017.

1.1 Особенности системы.

Автоматизированный газовый хроматограф GC-4100 представляет собой новое поколение газовых хроматографов, спроектированных и разработанных для обеспечения высокой точности, высокой автоматизации и эффективности, основывая свою концепцию на передовых технологиях Китая и других стран.

1.1.1 Система точного контроля температуры.

1. Восемь независимых точек контроля температуры могут быть настроены на различные температурные параметры в зависимости от требований анализа.
2. Запрограммированная повторяемость температуры обеспечивает превосходный анализ и воспроизводимость результатов.
3. Высокоточная система контроля температуры удерживает колебание температуры печи в диапазоне $\leq \pm 0.03^{\circ}\text{C}$;
4. Очень широкий температурный диапазон, обеспечивающий настройки от чуть выше комнатной температуры до более высоких ($+5 \sim 400^{\circ}\text{C}$).

1.1.2 Полностью автоматизированная система управления потоком.

1. Прибор оснащен высокоточными модулями электронного регулирования давления (EPC).
2. Система потоков газа может быть сконфигурирована по требованию пользователя и быть полностью автоматизированной.
3. Управление пневматикой имеет режимы контроля давления и потока.

1.1.3 Гибкая конфигурация с множеством доступных аксессуаров.

1. Доступно большое количество детекторов, подходящих для широкого спектра аналитических задач.
2. Независимый вывод сигнала для каждого детектора, гибкий одновременный сбор данных.
3. Прибор может быть сконфигурирован с несколькими входами и колонками, обеспечивая больше возможных комбинаций для ваших аналитических задач. Непосредственный ввод в колонку, ввод пробы с делением/без деления потока, ввод при помощи 6-позиционного клапана, ввод холодной пробы - все это доступно для оптимального решения задачи для каждого типа пробы.
4. Система с несколькими клапанами и несколькими колонками обеспечивает разделение сложных матриц.
5. Прибор может быть дополнительно оснащен реактором Polyarc или печью для крекинга и пиролиза.
6. Прибор может быть сконфигурирован для подключения к масс-спектрометру.
7. Прибор может быть сконфигурирован с различными внешними устройствами: автосамплерами, устройством для динамической газовой экстракции, а также термодесорбером.

1.1.4 Интеллектуальная система безопасности и самодиагностики.

1. Процедура самодиагностики при включении питания обеспечивает стабильную работу.
2. Контроль наличия газа-носителя выключает нагрев печи при отсутствии потока газа-носителя через колонку. Функция контроля температуры также отключает прибор при прекращении подачи газа-носителя. Эта функция защищает прибор и колонки.
3. Программная и аппаратная защита от перегрева обеспечивает надежный механизм безопасности.
4. Самодиагностика прибора позволяет быстро обнаружить и устранить потенциальные проблемы.

1.1.5 Многофункциональный прибор.

1. Параметры прибора и аналитическая методика могут быть установлены с помощью программного обеспечения.
2. Данная функция позволяет хранить отдельные файлы методов для каждого анализа, что предотвращает человеческую ошибку при установке сложных параметров анализа.
3. Доступно программирование многопараметрового температурного режима, если анализ занимает длительное время.
4. Доступно множество опций и настроек для конкретного метода.
5. Режим экономии газа позволяет снизить потребление газа-носителя, что снижает эксплуатационные расходы.
6. Автоматическая функция продувки снижает загрязнение прибора и повышает точность анализа.

1.1.6 Высокопроизводительный прибор.

Высокоточный контроль температуры обеспечивает стабильные результаты анализа.

Высокая чувствительность детектора электронного захвата обеспечивает сверхнизкий предел обнаружения и точный количественный анализ.

Ввод пробы с делением/без деления потока, ручной ввод пробы или при помощи автосамплера обеспечивают стабильные времена удерживания и воспроизводимые площади пиков, а также достоверные результаты количественного и качественного анализа.

1.1.7 Удобное для пользователя программное обеспечение.

1. Простой и удобный английский интерфейс.
2. Многоканальный ввод проб позволяет проводить несколько анализов одновременно.
3. Все параметры прибора могут быть установлены с помощью программного обеспечения без необходимости их ввода вручную.
4. Гибкий, настраиваемый формат отчета можно использовать для создания более полного отчета, подходящего для вашего приложения. Вы можете настроить форматы отчета и вывода данных, которые оптимально подходят для вашей методики.
5. Множественные функции обработки хроматограмм, коррекция базовой линии и другие усовершенствованные функции позволяют получать более точные результаты.

1.2. Устройство прибора.

Внешний вид прибора показан ниже:

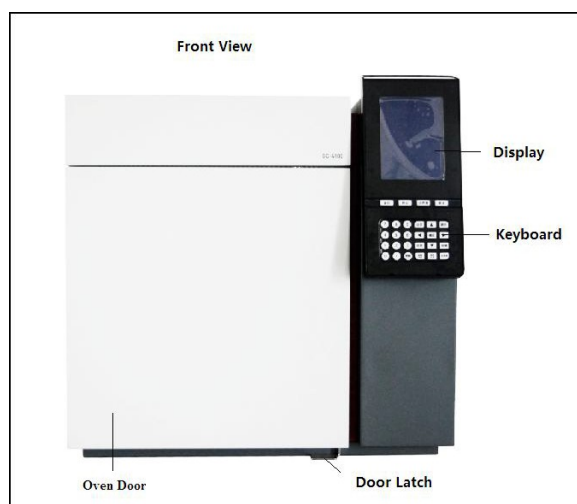


Рис. 1-1. Внешняя схема прибора GC-4100 - спереди.

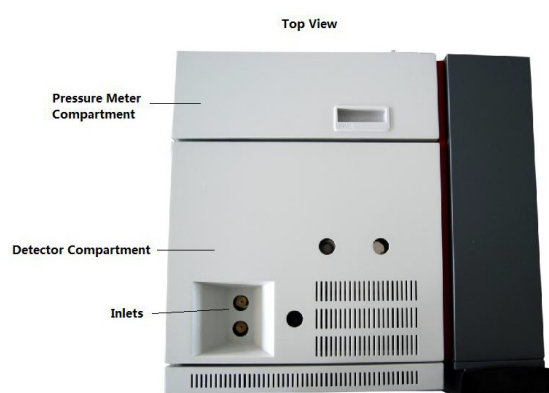


Рис. 1-3. Внешняя схема прибора GC-4100 — вид сверху.

Рис. 1-2. Внешняя схема прибора GC-4100 — сзади.

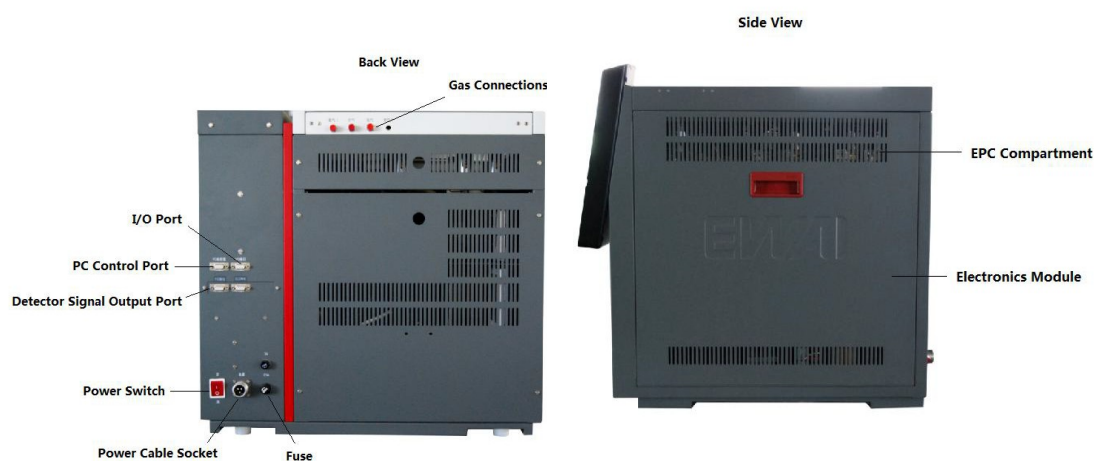


Рис. 1-4. Внешняя схема прибора GC-4100 — вид сбоку.

1.3. Технические характеристики.

1.3.1. Прибор.

Размеры (мм): 565 мм × 520 мм × 535 мм (длина × ширина × высота).

Мощность: 2500 Вт.

Масса: 65 кг.

1.3.2. Инжектор/испаритель/система ввода проб.

Способы ввода пробы:

Непосредственный ввод в колонку (с обдувом септы);

Ввод пробы с делением/без деления потока (для капиллярной колонки).

Холодный ввод пробы или ввод при помощи 6-позиционного клапана (опция).

Диапазон температур: Максимум 400°C.

Точность поддержания температуры: 0,1°C.

Диапазон коэффициента деления потока: (10:1) — (200:1).

1.3.3. Термостат колонок.

Размеры (мм): 280 мм×315 мм×280 мм (Д×Ш×В×Г).

Полезное пространство: 280мм×190мм×280мм (Д×Ш×В).

Температурный диапазон: (комнатная температура +5) до 400°C.

Скорость нагрева: 0~40°C/мин.

Скорость охлаждения: воздушное охлаждение, снижение температуры от 300°C до 100°C в течение 5 минут, стабильность температуры (согласно JJG 700): не более 0,1%.

Минимальное увеличение заданной температуры: 0,1°C.

Программируемая скорость повышения температуры: 0,1~30 °C/мин (минимальное увеличение 0,1°C/мин).

Воспроизводимость запрограммированной температуры (согласно JJG 700): не более 1%.

Максимальное количество шагов программирования температуры: 14.

Максимальное время программирования температуры: 999,9 мин (минимальное увеличение: 0,1 мин).

Защита от перегрева: Используйте клавиатуру для установки максимальной температуры 400°C. Перед отправкой с завода устанавливается предельная температура для дополнительной защиты.

1.3.4. Хроматографические колонки.

Можно заказать насадочную колонку из нержавеющей стали, стеклянную колонку и капиллярные колонки:



Нерж. сталь



Стекло



Капиллярная

1.3.5. Детекторы.

Доступные детекторы: детектор по теплопроводности (TCD), пламенно-ионизационный детектор (FID), пламенно-фотометрический детектор (FPD), детектор электронного захвата (ECD) и азотно-фосфорный детектор (NPD).

1) Детектор по теплопроводности (TCD).

- а) Чувствительность: не менее 10000 мВ-мл/мг.
- б) Дрейф базовой линии: не более 0,2 мВ/30 минут.
- с) Шум базовой линии: не более 0,1 мВ.

2) Пламенно-ионизационный детектор (FID).

- а) Предел обнаружения: не более 1×10^{-11} г/с.
- б) Дрейф базовой линии: не более 3×10^{-13} А/30мин (или не более 3мВ/30мин, настройка 1010Ω).
- с) Шум базовой линии: не более 1×10^{-13} А (или не более 0,1 мВ, настройка 1010Ω).

3) Детектор электронного захвата (ECD).

- а) Предел обнаружения: не более 3×10^{-14} г/мл.
- б) Дрейф базовой линии: не более 0,3 мВ/30 мин.
- с) Шум базовой линии: не более 0,1 мВ.

4) Азотно-фосфорный детектор (NPD).

- а) Предел обнаружения: не более 1×10^{-12} г/с (N) не более 1×10^{-12} г/с (P).
- б) Дрейф базовой линии: не более 2×10^{-13} А/30мин (или не более 0,2мВ/30мин, настройка 1010Ω).
- с) Шум базовой линии: не более 1×10^{-13} А (или не более 0,1 мВ, настройка 1010Ω).

5) Пламенно-фотометрический детектор (FPD).

- а) Предел обнаружения: не более 3×10^{-11} г/с (S) не более 3×10^{-13} г/с (P).
- б) Дрейф базовой линии: не более 0,2 мВ / 30 мин.
- с) Шум базовой линии: не более 0,1 мВ.

1.3.6. Электронное регулирование давления (ЕРС).

Электронное регулирование давления (ЕРС) используется для автоматизации управления потоком газа.

1) Газ-носитель.

Режим управления: давление / скорость потока.

Диапазон расхода: если позволяют условия, максимум 999,9 мл/мин; минимальное увеличение 0,1 мл/мин.

Диапазон давления: если позволяют условия, максимум 980 КПа; минимальное увеличение 0,1 КПа.

2) Воздух/водород.

Если позволяют условия, максимум 999,9 мл/мин; минимальное увеличение 0,1 мл/мин.

1.3.7. Дополнительные устройства.

Прибор может быть оснащен реактором Polyarc, автосамплером, термодесорбером устройством ввода равновесной паровой фазы.

2. Важнейшие компоненты.

Таблица 2: Список важнейших компонентов.

Устройство	Производитель	Модель	Точность или максимально допустимая погрешность.
Детектор по теплопроводности (TCD)	East & West Analytical Instrument, Inc.	A410-02-00	Чувствительность: ≥ 10000 мВ*мл/мг
Пламенно-ионизационный детектор (FID)	East & West Analytical Instrument, Inc.	A409-00-00	Предел чувствительности: $\leq 0,01$ нг/с
Детектор электронного захвата (ECD)	East & West Analytical Instrument, Inc.	GC0098A50	Предел чувствительности: $\leq 0,03$ пг/мл
Пламенно-фотометрический детектор (FPD)	East & West Analytical Instrument, Inc.	GC0155A00	Пределы чувствительности: $\leq 0,03$ нг/с (S); $\leq 0,3$ пг/с (P).
Азотно-фосфорный детектор (NPD)	East & West Analytical Instrument, Inc.	NPD01400	Пределы чувствительности: ≤ 1 пг/с (N) ≤ 1 пг/с (P)

3. Осмотр и установка

3.1. Осмотр.

3.1.1. Упаковка.

По прибытии прибора сначала осмотрите внешнюю упаковку, чтобы определить, не было ли повреждений во время транспортировки.

3.1.2. Распаковка.

Проверьте упаковочный лист, чтобы убедиться, что все заказанные части были доставлены и все ли запасные части присутствуют.

Газовый хроматограф GC-4100 включает в себя:

- 1) Основной прибор;
- 2) Коробка с запасными частями (см. список запасных частей);
- 3) Руководство по эксплуатации;
- 4) Сертификат;
- 5) Упаковочный лист;
- 6) Протокол испытаний.

Дополнительные устройства:

- 1) Рабочая станция для обработки данных;
- 2) Генератор водорода GH-200;
- 3) Воздушный компрессор G-103;
- 4) Фильтр.

В конце списка ответственное лицо должно поставить свою подпись. Если имеются какие-либо проблемы, пожалуйста, немедленно свяжитесь с поставщиком.

3.1.3. Важные меры предосторожности.

Перед включением питания и нагревом необходимо снять все защитные колпачки, чтобы не загрязнить систему после повышения температуры.

3.2. Стандартные принадлежности.

Подробности см. в коробке запасных частей.

3.3. Установка.

3.3.1. Требования к рабочим условиям в лаборатории.

Для обеспечения надлежащей работы прибора должны быть соблюдены следующие условия:

- а) Температура окружающей среды: (5~35) °C.
- б) Относительная влажность: не более 85%.
- с) Отсутствие сильных электромагнитных помех, коррозионных газов и сильных вибраций.
- д) Электропитание: напряжение переменного тока 220 В ± 22 В, частота 50 Гц ± 1 Гц.
- е) Надежное заземление прибора.
- ф) Прибор должен находиться в устойчивом положении на столе. Соблюдайте расстояние 40~50 см между столом и стеной, чтобы обеспечить легкий доступ к задней панели прибора (размеры прибора: 565 мм × 520 мм × 530 мм). Помимо необходимого места для прибора на столе, вокруг него должно быть достаточно пространства для обеспечения циркуляции воздуха.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Избегайте статического электричества!

3.3.2. Требования к источнику питания.

Для работы газового хроматографа GC-4100 требуется стабильный однофазный источник переменного тока.

Напряжение: 220 В ± 22 В.

Частота: 50 Гц ± 1 Гц.

Мощность: 2500 Вт.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не разбирайте прибор при включенном питании.

Прибор должен быть подключен к отдельному источнику питания. Источник питания должен быть хорошо заземлен.

3.3.3. Требования к источнику газа и его давлению.

Для гарантии точных результатов анализа, во время работы прибора должны использоваться газы высокой чистоты, как показано в следующей таблице:

Таблица 2-1. Требования к газам.

Детектор	Газ	Чистота (%)	Давление на входе (МПа)	Применение
TCD	N ₂ , H ₂	99,999	0,4 ~ 0,5	Газ-носитель

FID, NPD	N ₂ , H ₂	99,999	0,5 ~ 0,6	Газ-носитель
	H ₂	99,999	0,4 ~ 0,5	Горючий газ
	Воздух		0,3 ~ 0,4	Газ-окислитель
ECD	N ₂	99,999	0,5 ~ 0,6	Газ-носитель
FPD	N ₂	99,999	0,5 ~ 0,6	Газ-носитель
	H ₂	99,999	0,4 ~ 0,5	Горючий газ
	Воздух		0,4 ~ 0,5	Газ-окислитель

ПРИМЕЧАНИЕ: Газ-окислитель (воздух) не должен содержать пыли, углеводородов, воды или коррозионных веществ, которые могут повлиять на работу прибора.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Газы, не отвечающие требованиям чистоты, не должны поступать в прибор напрямую, так как это приведет к загрязнению прибора.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

При использовании водорода избегайте любых возможных опасностей, связанных с утечкой из водорода из баллона/трубки, негерметичными соединениями и т.д. Вентиль на баллоне с водородом должен быть перекрыт, как только анализ будет завершен. Помещение лаборатории должно хорошо проветриваться при использовании водорода. Для обнаружения утечки водорода не допускается использование открытого пламени.

3.3.4. Меры предосторожности при работе со стальными газовыми баллонами высокого давления.

- 1) Баллоны должны храниться и использоваться в соответствии с действующими правилами.
- 2) Баллоны должны быть прочно закреплены на неподвижном кронштейне или к стене и снабжены амортизирующим кольцом.
- 3) При хранении или перемещении баллонов в вертикальном положении не присоединяйте клапан сброса давления.
- 4) Убедитесь, что баллоны хранятся вдали от источников тепла, открытого огня, в хорошо проветриваемом месте.
- 5) Баллоны с газом-окислителем и газом-восстановителем должны храниться отдельно. Рекомендуется хранить баллоны в отдельном помещении.
- 6) Баллоны должны быть предназначены для одного вида газа. Кроме того, каждый вентиль должен использоваться только с одним типом газа, и их нельзя менять.
- 7) Открывая баллон, не смотрите прямо на клапан сброса давления.
- 8) Если газ не может быть полностью использован, остаточное давление не менее 0,5 МПа должно оставаться в баллоне.
- 9) Газ из баллона высокого давления должен проходить через редуктор и не должен использоваться напрямую.
- 10) После окончания работы с газом выполните следующие действия в порядке: закройте вентиль высокого давления, выпустите газ из редуктора и закройте вентиль на редукторе.
- 11) Не устанавливайте газовый баллон при температуре выше 50°C.

Внимание:

Вентиль высокого давления, расположенный в верхней части баллона, поворачивается против часовой стрелки в положение «открыт». Вентиль редуктора (низкого давления) поворачивается по часовой стрелке в положение «открыт». У баллонов с водородом гайка, которой притянут вентиль редуктора, имеет левую резьбу. При установке поверните ее против часовой стрелки.

3.3.5. Установка

- 1) Вскройте упаковку и убедитесь в наличии всех предметов в соответствии с упаковочным листом. Если возникли какие-либо проблемы, немедленно свяжитесь с поставщиком.
- 2) Аккуратно перенесите прибор на стол и снимите упаковку.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

При перемещении прибора необходимо принять меры, чтобы избежать травм от падения тяжелых предметов.

- 3) Подключение газовой магистрали.

Выберите подходящий источник газа и подключите его к прибору с помощью трубок. Обязательно проверьте, нет ли утечек в местах соединений. Ниже показано подключение газа от баллона к газовому хроматографу (рис. 3-1):

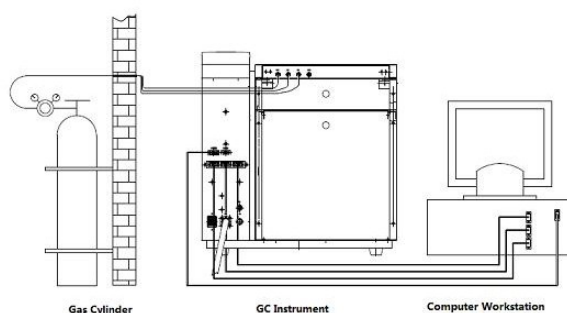


Рис. 3-1. Рабочая схема газового хроматографа.

Если используется несколько различных газов, для работы требуется несколько баллонов или газогенераторов. Все они должны иметь возможность подключения к прибору. Для получения подробных инструкций обратитесь к специалисту.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Обратитесь к соответствующим инструкциям по безопасной эксплуатации выбранного источника и типа газа.

Внимание: не открывайте источник газа до тех пор, пока трубки не будут правильно подсоединены.

При работе с баллонами подсоедините выход для сброса давления кислорода/водорода к клапану сброса давления, который поставляется вместе с запасными частями. Используйте смоченный спиртом ватный тампон для очистки резьбы, затем вытрите резьбу насухо. После этого установите клапан сброса давления на газовый баллон.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Выбирайте предохранительный клапан, который соответствует стандартам безопасности и имеет соответствующую номинальную мощность для диапазона давления в баллоне. Проверьте газовые соединения на наличие утечек.

Схема газового фитинга:

1. Трубка из нержавеющей стали Ø 2*0,5 мм;
2. Гайка;
3. Феррула из латуни;
4. Уплотнительное кольцо (шайба);

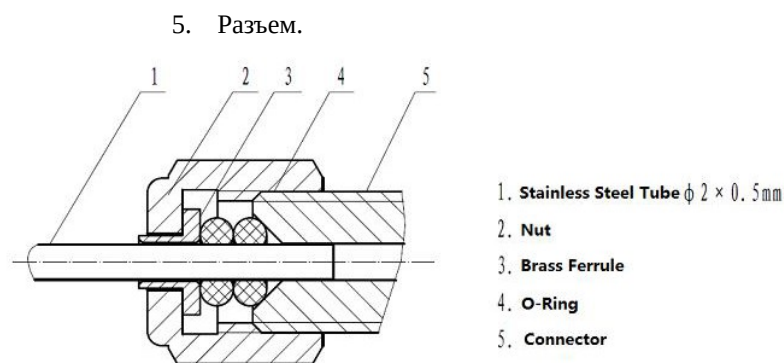


Рис. 3-2. Газовый фитинг.

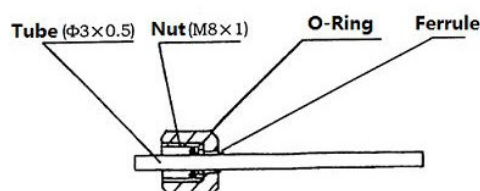


Рис. 3-3. Схема внешнего газового фитинга.

1. Трубка $\phi 3 \times 0,5 \text{ мм}$;
2. Гайка M8*1;
3. Уплотнительное кольцо (шайба);
4. Феррула.

4) Подключите кабель питания к розетке, расположенной за прибором. Убедитесь в надежности соединения перед включением питания. При использовании рабочей станции, поставляемой вместе с прибором, подключите карту сбора данных и соответствующие кабели перед включением питания.

ВНИМАНИЕ:

Перед включением питания, пожалуйста, используйте омметр и вольтметр для измерения сопротивления заземления и напряжения. Когда прибор не подключен к источнику питания, измерьте сопротивление гнезда питания прибора при выключенном/включенном питании.

ВНИМАНИЕ:

При использовании рабочей станции, поставляемой вместе с прибором, подключите карту сбора данных и соответствующие кабели перед включением питания. Подробности см. в разделе 3.3.6.

5) Включите питание, настройте параметры и рабочие методики и запустите прибор. (подробности см. в четвертой и пятой главах).

Предупреждение: Пожалуйста, не прикасайтесь к горячим узлам прибора.

6) Тестирование можно начинать сразу после включения питания рабочей станции.

3.3.6. Сбор данных.

Газовый хроматограф посылает сигнал детектора на рабочую станцию через кабель в режиме реального времени. В GC-4100 рабочая станция управляет потоком, температурой, получает данные с детекторов и управляет другими параметрами газового хроматографа.

Связь между газовым хроматографом, устройством сбора данных и рабочей станцией показана ниже:

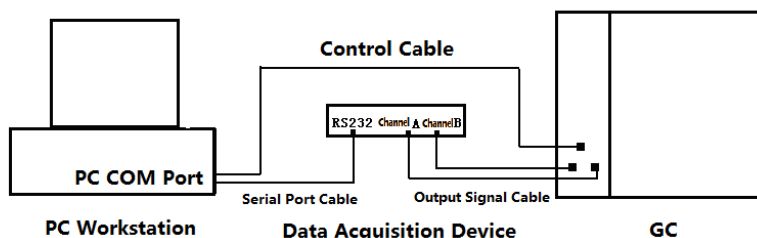


Рис. 3-4. Подключение газового хроматографа к рабочей станции.

Кабель подключается к порту управления ПК на приборе и соединяется с компьютерным COM-портом, как показано на рисунке 3-4.

Кабель выходного сигнала используется для подключения к детектору (например, к ECD) к каналу передачи данных (канал A, канал B) на устройстве. Кабель последовательного порта используется для подключения порта RS232 к последовательному порту компьютера.

Если вы получили рабочую станцию и устройство сбора данных вместе с газовым хроматографом, выполните следующие действия:

- 1) Подключите порт RS232 устройства сбора данных к порту COM1 (или COM2) компьютера через кабель последовательного порта.
- 2) Подключите линию A или линию B устройства сбора данных к выходному каналу соответствующего детектора на задней панели прибора GC-4100 через кабель выходного сигнала.
- 3) Подключите порт ПК к порту COM2 (или COM1) газового хроматографа при помощи кабеля для передачи данных.
- 4) Подключите устройство сбора данных к источнику питания.
- 5) Настройте последовательный порт на рабочей станции.
- 6) Перезапустите программное обеспечение рабочей станции хроматографии. Как только оно обнаружит, что связь установлена, переходите к рабочему режиму.

4. Установка и работа с хроматографическими колонками.

4.1. Хроматографическая колонка.

Колонки, используемые в газовой хроматографии, можно разделить на насадочные и капиллярные. Выбор типа колонки зависит от конкретных аналитических задач.

Если вам нужна помощь в выборе колонки, обратитесь к нашим специалистам, сервисному инженеру или к справочникам.

4.2. Подготовка к анализу (кондиционирование колонки).

1) Выберите подходящую хроматографическую колонку, исходя из требований методики (температурный диапазон, тип неподвижной фазы, основные размеры и т.д.).

2) Колонка подготавливается путем следующих действий:

Насадочные колонки: Один конец колонки соединяется со входом. Другой конец колонки не соединяют с детектором. В качестве газа-носителя используйте азот с расходом 20 мл/мин. Установите температуру на 20~30°C ниже максимально допустимой температуры для данной неподвижной фазы. Выдержите колонку в течение 12~24 часов.

Капиллярная колонка: Метод кондиционирования аналогичен методу кондиционирования насадочной колонки. Пожалуйста, выберите соответствующий расход газа через колонку.

4.3. Установка насадочной колонки.

4.3.1. Подсоединение.

Перед подсоединением насадочной колонки убедитесь в соответствии размеров наружного диаметра колонки. Как правило, соединительный фитинг на входе насадочной колонки (адаптер с уплотнением) можно устанавливать на колонку с внешним диаметром до 4 мм (рис. 3-1). Если ваша насадочная колонка имеет внешний диаметр более 4 мм, пожалуйста, выберите другой адаптер с уплотнением.

Адаптер с уплотнением уже присоединен к испарителю. Пожалуйста, не снимайте его.

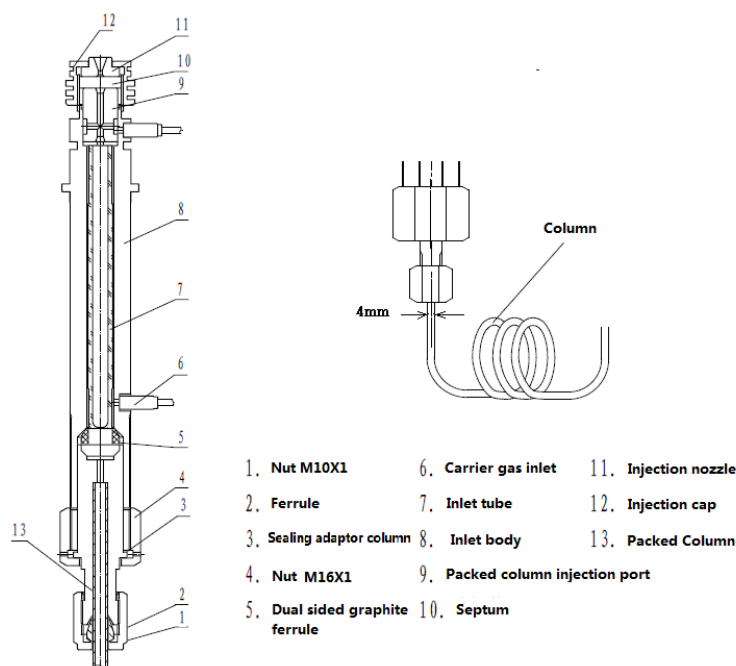


Рис. 4-1. Входное отверстие насадочной колонки.

4.3.2. Установка.

Если рабочая температура колонки находится на уровне или ниже 200°C, ее можно уплотнить с помощью септы из силиконовой резины. Если рабочая температура превышает 200°C, потребуется графитовая или латунная феррула. В большинстве случаев рекомендуется использовать графитовую феррулу.

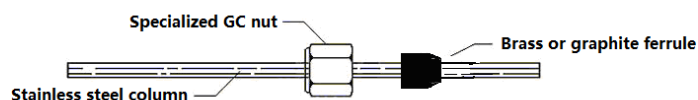


Рис. 4-2. Схема установки насадочной колонки.

Установите прижимную гайку и графитовую феррулу с обеих концов насадочной колонки, как показано выше (рис. 4-2). Затем вставьте один конец насадочной колонки в испаритель, а другой конец во входное отверстие детектора до упора. Затяните гайки с обеих сторон.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не выполняйте установку во время анализа, под напряжением или при высокой температуре термостата!

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

При установке и снятии колонки убедитесь, что ни одно из устройств и деталей не имеет температуру выше 50°C.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

После установки проверьте соединения на герметичность.

4.4. Установка капиллярной колонки.

4.4.1. Подсоединение.

Соединения между капиллярной колонкой и делителем потока и между колонкой и детектором обычно отличаются (рис. 4-3). При работе с капиллярной колонкой обычно требуется газ поддувки. Со стороны детектора капиллярная колонка подключается к т-образному фитингу вместе с газом поддувки.

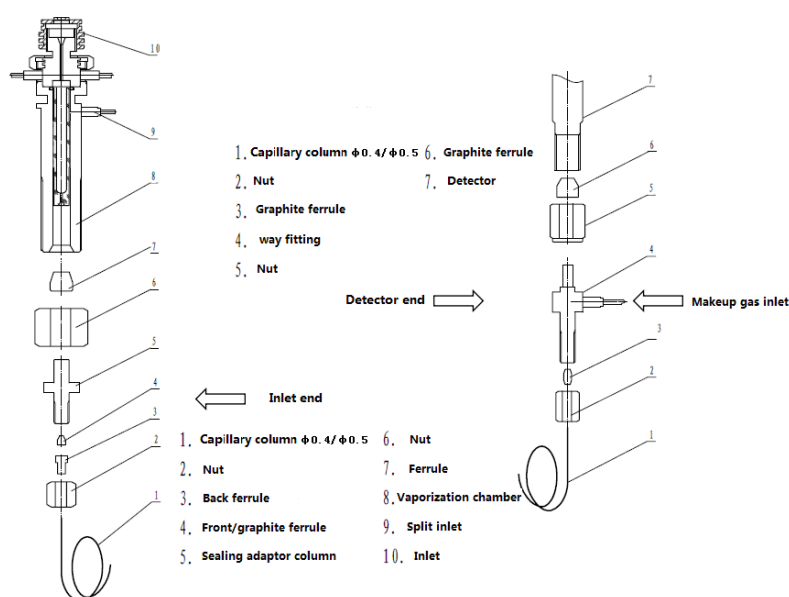


Рис. 4-3. Схема подключения капиллярной колонки ко входу с делением/без деления потока и к детектору.

4.4.2. Установка.

1) Установите в следующем порядке: гайку, защитную феррулу и графитовую феррулу на капиллярную колонку с обоих концов в соответствии с приведенной ниже схемой (рис. 4-4).

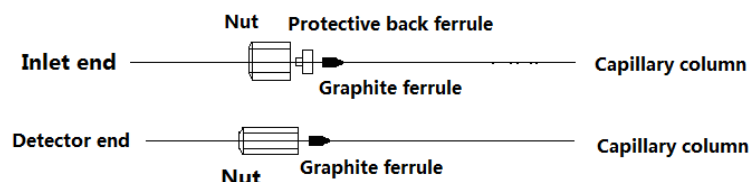


Рис. 4-4.

2) На концах колонки не должно быть частиц графита (рис. 4-5, верхняя часть). Если концы колонки загрязнены графитом, используйте кварцевый резак (или другой инструмент), чтобы отрезать часть колонки (рис. 4-5, нижняя часть).

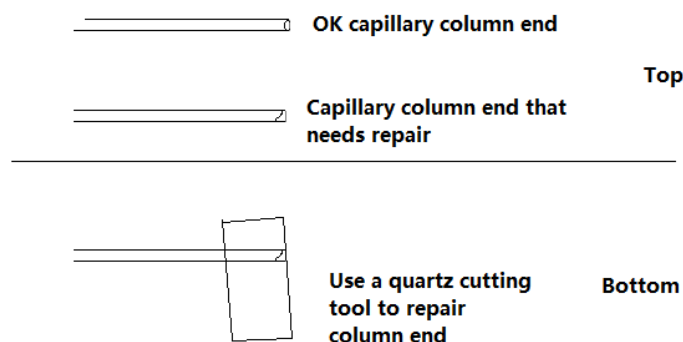


Рис. 4-5.

При резке колонки используйте кварцевый резак (или другой инструмент) для нанесения насечки на внешнюю поверхность капиллярной колонки. Возьмите пальцами колонку на расстоянии 1~2 см ниже насечки. Придерживая средний палец другой руки большим пальцем, щелкните средним пальцем по свободному концу колонки выше насечки (средний палец согнут в полукольцо и напряжен на разгибание, придерживается за ноготь большим пальцем, затем резко отпускается). Свободный конец колонки должен отлететь. После этого проверьте, является ли ровным срез.

1) Закрепите графитовую феррулу. Слегка накрутите два конца капиллярной колонки с гайкой и графитовой феррулой на вход делителя потока и на фитинг для газа поддувки. Затяните каждую гайку вручную.

2) Определите глубину погружения капиллярной колонки, вставив ее во входные отверстия делителя потока и детектора. После этого выньте капиллярную колонку и отметьте глубину погружения капиллярной колонки в делитель потока и детектор, как показано на рисунке 4-6. Отрегулируйте при необходимости.

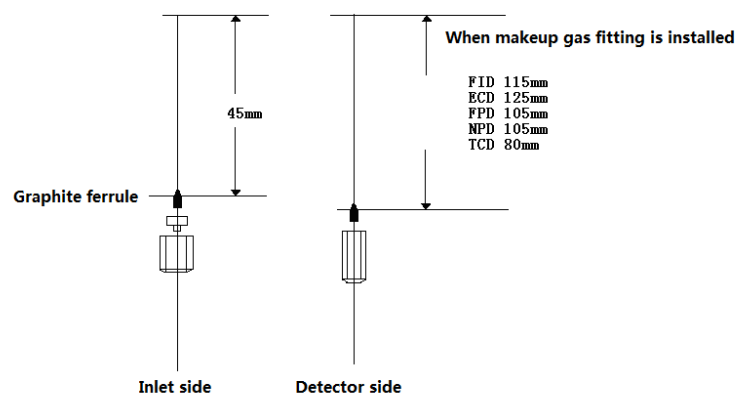


Рис. 4-6.

3) Подсоедините капиллярную колонку к входу делителя потока и затяните ее гаечным ключом. После затяжки капиллярная колонка не должна двигаться вверх или вниз. После успешного подсоединения колонки, активируйте источник газа-носителя и установите требуемый расход газа. Затем поместите другой конец капиллярной колонки в колбу с этанолом или гексаном. Проверьте, есть ли стабильный поток пузырьков из колонки. Если нет, проверьте, не сломаны ли фитинг или капиллярная колонка.

4) Подсоедините капиллярную колонку к детектору и затяните гайку гаечным ключом. Проверьте всю систему на наличие утечек. Используйте электронный течеискатель или раствор изопропилового спирта и воды в соотношении 50/50. По окончании проверки герметичности, не удерживаемые колонкой вещества можно использовать для подтверждения расхода газа-носителя.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не используйте раствор мыла для проверки герметичности капиллярной колонки.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не устанавливайте колонки при высокой температуре или при включенном приборе!

4.5. Настройки параметров колонки.

После установки колонки и подготовки прибора необходимо установить параметры колонки. К параметрам колонки, которые необходимо установить, относятся температура и расход газа-носителя.

После того как прибор пройдет самодиагностику и выйдет на режим (рис. 4-7 слева), установите температуру термостата, расход газа через колонку и другие параметры. По окончании нажмите **【Run】** для входа в режим управления. (Рис. 4-7 справа).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	70.0		°C
Inlet	0.0		°C
ECD	0.0		°C
FID	0.0		°C
FPD	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	37.6		kPa
●CarA Flow	2.0		mL
SplitA Flow	20.0		mL
●CarB Flow	10.0		mL
Backdoor		Close	

Status: FCtrl 00:02:34			
Device	Set	Actual	
Oven	70.0	69.2	°C
Inlet	0.0	31.6	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	0.0	31.2	°C
FPD	0.0	236.4	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	37.6	15.9	kPa
●CarA Flow	2.0	0.8	mL
SplitA Flow	20.0	16.9	mL
●CarB Flow	10.0	9.9	mL
Backdoor		Close	

Рис. 4-7. Настройки температуры и расхода через колонку.

Настройки газа-носителя и других параметров см. в разделе 7.4.2.

ВНИМАНИЕ:

Когда термостат колонки нагревается, убедитесь, что газ-носитель проходит через колонку.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

При установке температуры термостата обратите внимание на технические характеристики колонки. Температура термостата не должна превышать максимально допустимую температуру для колонки.

5. Работа с приборной панелью.

Настройка параметров GC-4100 осуществляется с приборной панели.

5.1. Приборная панель GC-4100.

Панель прибора разделена на две части: область дисплея и область клавиатуры. (Рис. 5-1).



Рис. 5-1. Схема приборной панели GC-4100.

① Область дисплея.

Содержит жидкокристаллический экран.

② Область клавиатуры.

Клавиатура состоит из 28 клавиш.

Цифровые клавиши: 0 — 9.

Символьная клавиша: десятичная точка ".".

Клавиши направления: **【▼】 【▲】 【◀】 【▶】**

Функциональные клавиши: см. таблицу 5-1.

Клавиша	Описание функций
Run	Используется для перехода из статуса "Сброс" в статус "TCtrl" (контроль температуры) или для начала выполнения метода (статус "Выполнить"), если прибор находится в статусе "Готов". Запуск метода (статус "Run"), если прибор находится в статусе "Готов".
Stop	Остановка выполняемого метода.
Home	Вход в главное меню.
Reset	Сброс прибора и возврат в исходное состояние.
Set	Нажмите 【 Set 】 для входа в режим настройки параметров, после чего появится курсор. После завершения, нажмите 【 Set 】 еще раз для сохранения настроек, и курсор исчезнет.
Next	Переключение в следующий экран в многоэкранном интерфейсе: термостат, вход в колонку, детектор и другие интерфейсы.
OK	Нажмите 【 OK 】 для изменения значений параметров. Введите значение и снова нажмите 【 OK 】 для сохранения. Также используется для запуска определенных режимов, таких как "Поджиг" и т.д.
Status	Вход в интерфейс статуса прибора.
Oven	Вход в экран "Temp Ctrl Parameters" / таблицу программируемых режимов термостата.
Clear	Очистка значения параметра у курсора.
Inlet A	Вход в интерфейс настройки параметров входа в колонку A.
Inlet B	Вход в интерфейс настройки параметров входа в колонку B.
Det	Вход в интерфейс настройки параметров детектора.

5.2. Настройка параметров с панели прибора.

5.2.1. Как установить параметры.

Как показано на рис. 5-2, нажмите **【 Set 】** для входа в режим настройки параметров, после чего появится курсор.

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		
Inlet	0.0		
ECD	0.0		
FID	0.0		
FPD	0.0		
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Part	

Рис. 5-2. Режим установки параметров.

Используйте **【 ▼ 】** или **【 ▲ 】** для перемещения курсора. Введите желаемое значение параметра. Нажмите **【 OK 】** чтобы начать ввод, или непосредственно введите нужное значение (рис. 5-3).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		°C
Inlet	→ 0.0		°C
ECD	0.0		°C
FID	0.0		°C
FPD	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Part	

Рис. 5-3. Ввод желаемого значения.

После ввода желаемой температуры нажмите **【OK】** для подтверждения (рис. 5-4).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		°C
Inlet	→150.0		°C
ECD	0.0		°C
FID	0.0		°C
FPD	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Part	

Рис. 5-4. Ввод завершен.

При выборе настройки или параметра ON/OFF используйте **【◀】** или **【▶】** для переключения между опциями. (Рис. 5-5).

System Parameters 1		
Params	Set	
PresUnit	●kPa	○psi
Inj Mode	Manual	
Detect1	ECD	●ON ○OFF
Detect2	FID	●ON ○OFF
Detect3	FPD	●ON ○OFF
Inlet A	→Capillary	●ON ○OFF
Inlet B	Packed	●ON ○OFF

System Parameters 1		
Params	Set	
PresUnit	●kPa	○psi
Inj Mode	Manual	
Detect1	ECD	●ON ○OFF
Detect2	FID	●ON ○OFF
Detect3	FPD	●ON ○OFF
Inlet A	→Capillary	○ON ●OFF
Inlet B	Packed	●ON ○OFF

Рис. 5-5. Используйте **【◀】** или **【▶】** для переключения между опциями.

Нажмите **【 Set 】** , чтобы сохранить настройки, и курсор исчезнет. Настройка параметров завершена. В это время изменение параметров вступит в силу.

При первом включении питания прибор проходит процедуру инициализации и процедуру самодиагностики (Рис. 5-6). Затем он перейдет в статус "Сброс". В начальном статусе "Сброс" (Рис. 5-7) параметры могут быть изменены, но большинство параметров прибора не вступят в силу. Пожалуйста, нажмите клавишу **【Run】** для входа в рабочий режим, после чего все параметры будут доступны.

5.2.2. Самодиагностика и сброс настроек.

Включите питание. Прибор отобразит экран самодиагностики (рис. 5-6).

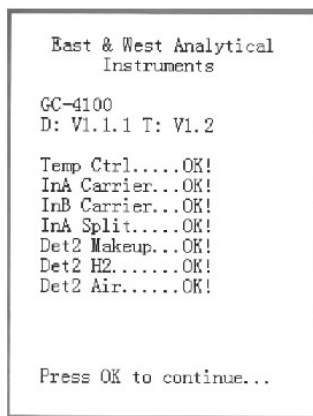


Рис. 5-6. Экран самодиагностики
(внешний вид вашего прибора может отличаться в зависимости от конфигурации).

На дисплее выше показано, что все модули прошли самодиагностику. Это указывает на работоспособность пневматической системы и системы контроля температуры. Нажмите **【OK】** , и появится экран статуса "Сброс" (Рис. 5-7). Прибор также автоматически перейдет в этот экран через 5 секунд, если все модули пройдут самодиагностику.

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		C
Inlet	0.0		
ECD	0.0		
FID	0.0		
FPD	0.0		
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	30.0		mL
Backdoor		Open	

Рис. 5-7. Экран статуса "Сброс"
(ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации).

Если модуль не прошел самодиагностику, на дисплее появится надпись "NK". Пожалуйста, нажмите **【Сброс】** , чтобы повторно провести самодиагностику. Если проблемы сохраняются, обратитесь в сервисную службу.

Если вы хотите вернуться к экрану самодиагностики с любого другого экрана, просто нажмите кнопку **【Сброс】** .

5.2.3. Экран начального статуса прибора.

После успешной самодиагностики нажмите **【 OK 】** для входа в экран статуса "Сброс" (рис. 5-7) или войдите в него автоматически через 5 с. Нажатие **【 Status 】** также позволит вам вернуться к экрану статуса прибора из других экранов.

Когда статус прибора находится в "Сброс", все параметры прибора могут быть установлены, в том числе температура, расход/давление, параметры детектора и так далее.

Если установить температуру термостата колонок на 0°C, система не будет контролировать температуру этого модуля. Она также не будет учитывать это устройство при проверке стабильности температуры системы.

Максимальная температура (Max Temp) - это максимальная температура термостата колонок, используемая для защиты колонок. Как только температура термостата колонок превысит это значение, весь контроль температуры отключится, и все устройства охладятся. Максимальное значение параметра "Max Temp" может быть установлено на 400°C. Пожалуйста, установите этот параметр соответствующим образом. Например, при установке Max Temp на 0°C, прибор не включится на нагрев.

См. раздел 4.5 для настройки температуры колонки.

См. раздел 7.4 для настройки параметров входа в колонку.

См. разделы 9.1.3, 9.2.3, 9.3.3, 9.4.3 и 9.5.3 для настройки параметров пламенно-ионизационного детектора (FID), детектора теплопроводности (TCD), электронно-захватного детектора (ECD), пламенно-фотометрического детектора (FPD) и азотного-фосфорного детектора (NPD) соответственно.

5.2.4. Вход в колонку A/B.

Для прибора, используемого на рисунках ниже, "Вход А" сконфигурирован как капиллярный вход в колонку с делением/без деления потока, а "Вход В" сконфигурирован как вход для насадочной колонки. Ваш прибор может быть сконфигурирован с двумя входами для насадочных колонок и с двумя входами для капиллярных колонок делением/без деления потока или с одним входом в колонку.

Нажмите кнопку "Вход в колонку А" (рис. 5-8) или "Вход в колонку В" (рис. 5-9) для перехода к соответствующему экрану параметров.

Параметры настройки входа в капиллярную колонку с делением/без деления потока см. в разделе 7.4.2.2.

Параметры входа в насадочную колонку описаны в разделе 7.4.2.1.

Inlet A Parameters 1			Inlet A Parameters 2		
● Split ○ No Split			● Split ○ No Split		
Params	Set	Actual	Params	Set	Actual
Carr Gas	N2		GS Ext	OFF	
○CarA P	37.7kPa	kPa	GS Time	0.0min	
●CarA F	3.0 mL	mL	GS Flow	0.0 mL	
			Clm Diam	0.00 mm	
SplitFlow	30.0 mL	mL	Clm Len	0.0 m	
SplitRatio	10.0		ClmThick	0.00 μm	
TotalFlow		mL			

Рис. 5-8. Экраны параметров входа в капиллярную колонку А (с делением/без деления потока).

Inlet B Parameters		
● Packed Column		
Params	Set	Actual
Carr Gas	N2	
●CarB F	0.0 mL	mL

Рис. 5-9. Экран параметров входа в колонку В (вход в насадочную колонку).

Чтобы активировать вход в колонку, выполните следующие действия:

- Нажмите **【Home】** для входа в главное меню. Выберите "7. Параметры системы".
- Нажмите **【Set】**, затем используйте **【▼】** или **【▲】** для перемещения курсора на "Inlet A" или "Inlet B".
- Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для включения/выключения выбранного входа в колонку. ВКЛ означает, что вход в колонку активен. Нажмите **【Set】** еще раз, чтобы сохранить настройки. Если вход в колонку выключен, все параметры входа не будут использоваться.

5.2.5. Контроль температуры в термостате.

Контроль температуры в термостате колонок может работать в двух режимах: постоянно поддерживаемая температура (изотермический) и запрограммированный набор температуры.

(1) Выбор режима управления температурой термостата.

Нажмите **【Oven】** для входа в экран "Temp Ctrl Parameters" (Рис. 5-10). Режим PTC: используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для переключения между режимами "Hold" или "Ramp".

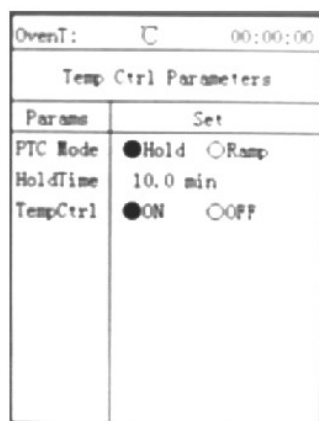


Рис. 5-10. Экран "Параметры контроля температуры".

(2) Установка и выполнение запуска изотермического режима.

Изотермический режим - это режим, при котором в термостате поддерживается постоянная температура. Для изотермического режима установите температуру термостата и "Время выдержки".

1. Нажмите **【Status】** для входа в экран статуса прибора.
2. Введите температуру термостата для изотермического режима.
3. Нажмите **【Oven】** для входа в экран "Temp Ctrl Parameters".
4. Введите количество минут (время программы), в течение которых термостат будет поддерживать заданную температуру.
5. Вернитесь к экрану статуса прибора. Нажмите **【Run】** для перехода в статус "TCtrl". Когда прибор находится в статусе "Ready", нажмите **【Run】**, чтобы запустить программу.

(3) Настройка и выполнение запрограммированного набора температуры.

1. Нажмите **【Oven】** и выберите режим "Ramp".
2. Нажмите **【Next】** для входа в экран параметров программируемого набора температуры (рис. 5-11).

Начальная температура: нажмите **【Status】** для входа в экран статуса прибора. Введите начальную температуру термостата.

Начальное время (Init Time): Время (минуты), в течение которого термостат будет поддерживать начальную температуру после запуска запрограммированного набора температуры. Диапазон времени составляет 0-999,9 мин.

Скорость увеличения (Rise rate): Скорость в °C/мин, с которой будет повышаться температура в термостате. Максимальная эффективная скорость - 40°C/мин. Программа увеличивает температуру термостата с заданной скоростью до заданной конечной температуры и удерживает значение конечной температуры в течение заданного периода времени.

Конечная температура: Температура термостата в конце программы.

Время выдержки: Время в минутах, в течение которого термостат будет поддерживать конечную температуру.

Общее время (TT): Общее время работы определяется программой.

3. Установите вышеуказанные параметры. При использовании более 4 программ нажмите **【Next】** для перехода к строкам ниже. Максимальное количество программ 14.
4. Вернитесь к экрану статуса прибора. Нажмите **【Run】** для входа в статус "TCtrl". Когда прибор находится в статусе "Ready", нажмите **【Run】**, чтобы запустить программу. Нажмите **【Stop】**, чтобы остановить программу во время выполнения.

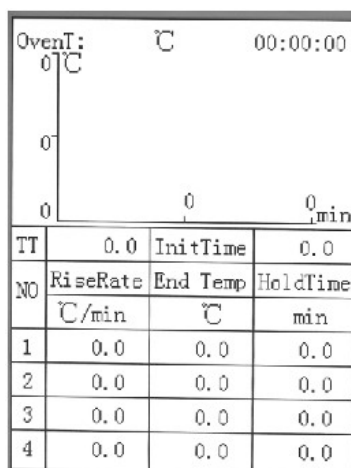


Рис. 5-11. Экран параметров набора температуры.

ПРИМЕЧАНИЕ:

① В программе с несколькими режимами набора температуры конечная температура для одного режима также является начальной температурой для следующего. Конечная температура не должна быть ниже предыдущей конечной температуры. (В первом режиме конечная температура не должна быть ниже начальной) Если температура ниже, эта строка программы будет очищена.

② Если скорость набора температуры установлена на 0°C/мин, программа набора температуры будет очищена.

③ Если все параметры одной программы равны 0, эта программа будет проигнорирована.

(4) Выключение температурных программ (Temp Ctrl).

Этот режим является главным для всех температурных программ. Если установить этот режим в положение "OFF", эффект будет идентичен обнулению всех температурных программ. Этот режим используется только во время процедуры выключения прибора, чтобы дать устройствам остыть перед отключением основного питания.

5.2.6. Детекторы.

GC-4100 может быть оснащен FID, TCD, ECD, FPD, NPD.

Установите температуру детектора на экране статуса прибора (Рис. 5-7).

Нажмите **【 Det 】** для входа в экран "Параметры детектора". Используйте **【 Next 】** для переключения между различными экранами параметров детектора.

При использовании детектора в первый раз или при смене метода анализа, пожалуйста, убедитесь, что детектор активирован с помощью следующих шагов. В данном примере мы активируем FID следующим образом:

① Нажмите **【 Home 】** для входа в главное меню. Выберите "7. Параметры системы".

② Нажмите **【 Set 】**, затем используйте **【 ▼ 】** или **【 ▲ 】** для перемещения курсора на "FID".

③ Используйте клавиши **【 ◀ 】** или **【 ▶ 】** для включения выбранного FID (ON означает, что FID активен). Снова нажмите **【 Set 】** для сохранения настроек. Если детектор выключен, ни один из его параметров не будет использоваться.

См. раздел 9.1.3 для настройки параметров FID.

См. раздел 9.2.3 для настройки параметров TCD.

См. раздел 9.3.3 для настройки параметров ECD.

См. раздел 9.4.3 для установки параметров FPD.

См. раздел 9.5.3 для установки параметров NPD.

5.2.7. Главное меню.

Нажмите **【 Home 】** для входа в главное меню (рис. 5-13 (слева)). Из главного меню можно перейти в любой экран. Экран "Управление файлами", экран "Параметры системы" и экран "Таблица внешних устройств" доступны исключительно из главного меню.

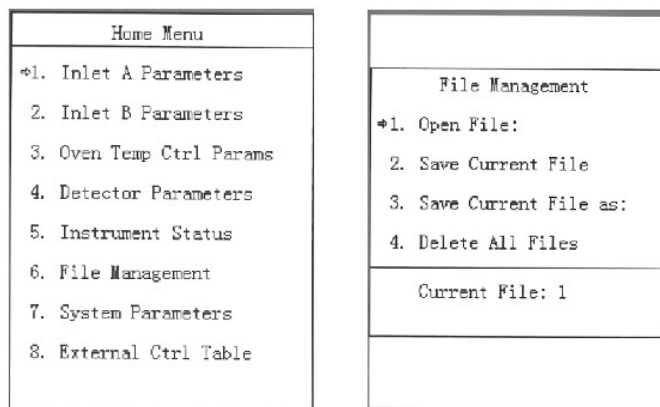


Рис. 5-13. "Главное меню" (слева) и "Управление файлами" (справа).

(1) Интерфейсы параметров прибора.

В экране "Главное меню" доступ к интерфейсам параметров прибора можно получить из первых пяти пунктов меню. Используйте **【 ▼ 】** или **【 ▲ 】** для перемещения курсора или нажимайте цифровые клавиши, чтобы войти в соответствующий пункт меню для доступа к параметрам прибора.

(2) Управление файлами.

Пункт меню 6 - "Управление файлами". Нажмите **【 6 】** для входа в экран "Управление файлами".

Открыть файл: открытие файла метода. Нажмите **【 1 】**, введите номер файла, который вы хотите открыть (рис. 5-14 (справа)). В системе имеется четыре файла, пронумерованные от 1 до 4. В файле хранятся все параметры прибора, включая температуру, расход/давление, температурную программу и так далее. По умолчанию используется файл 0. При включении питания GC-4100 по умолчанию будет загружен файл 0.

Сохранить текущий файл: Сохранить текущие параметры прибора в текущий файл метода и перезаписать предыдущие параметры.

Сохранить текущий файл как: Сохранить текущие параметры прибора в файл метода путем ввода (1-4).

ПРИМЕЧАНИЕ:

При нажатии **【 Run 】** текущий метод будет автоматически сохранен в файл 0. Если прибор перезагрузится, файл 0 будет загружен по умолчанию.

(3) Параметры системы.

Пункт меню 7 - "Параметры системы". Этот интерфейс используется для конфигурирования прибора и установки параметров системы, таких как единица давления (Pres Unit), режим ввода пробы (Inj Mode), конфигурация детектора, конфигурация входа в колонку, переключение входов, электронное регулирование давления (EPC) и так далее.

Нажмите **【Next】** для переключения между "Параметры системы 1" и "Параметры системы 2" (Рис. 5-14).

System Parameters 1	
Params	Set
PresUnit	☒ kPa ☐ psi
Inj Mode	Manual
Detect1	ECD ☒ ON ☐ OFF
Detect2	FID ☒ ON ☐ OFF
Detect3	FPD ☒ ON ☐ OFF
Inlet A	Capillary ☒ ON ☐ OFF
Inlet B	Packed ☒ ON ☐ OFF

System Parameters 2	
EPC	Detector
4:Makeup	2:FID

Рис. 5-14 "Параметры системы 1" и "Параметры системы 2".

Pres Unit (Единица измерения давления).

Нажмите **【Set】**, используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для переключения единиц давления между kPa и psi.

Inj Mode (Режим ввода пробы).

Имеется три режима ввода пробы: "Manual", "Auto sampler", "Purge & Trap".

В режиме "Manual" нажатие кнопки **【Run】** запускает программу.

В режиме "Auto sampler" автосамплер запускает программу.

В режиме "Purge & Trap" (Выдувание и улавливание), устройство для динамической газовой экстракции запускает программу.

По умолчанию используется ручной режим ввода.

Нажмите **【Set】**, с помощью клавиш **【◀】** или **【▶】** выберите режим ввода пробы.

ПРИМЕЧАНИЕ: Неправильно выбранный режим ввода пробы приведет к неудачным результатам.

Активируйте используемые детекторы и входы в колонку. Приборы могут быть сконфигурированы с несколькими детекторами и входами. Если анализ проводится впервые, убедитесь, что используемые входы и детекторы активированы. Переконфигурируйте прибор по мере необходимости в зависимости от метода. Входы и детекторы будут работать только в том случае, если вы активируете их.

System Parameters 1		
Params	Set	
PresUnit	☒ kPa	☐ psi
Inj Mode	Manual	
Detect1	ECD	☒ ON ☐ OFF
Detect2	*FID	☒ ON ☐ OFF
Detect3	FPD	☒ ON ☐ OFF
Inlet A	Capillary	☒ ON ☐ OFF
Inlet B	Packed	☒ ON ☐ OFF

System Parameters 1		
Params	Set	
PresUnit	☒ kPa	☐ psi
Inj Mode	Manual	
Detect1	ECD	☒ ON ☐ OFF
Detect2	*FID	☐ ON ☒ OFF
Detect3	FPD	☒ ON ☐ OFF
Inlet A	Capillary	☒ ON ☐ OFF
Inlet B	Packed	☒ ON ☐ OFF

Рис. 5-15. Активация детектора (FID).

① Нажмите **【Set】**, затем используйте **【▼】** или **【▲】** для перемещения курсора на "FID", "ECD", "FPD", "Inlet A" или "Inlet B" (рис. 5-15, 5-16).

② Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для включения/выключения выбранного устройства. ВКЛ означает, что устройство активно. OFF означает, что устройство неактивно. Нажмите **【Set】** еще раз, чтобы сохранить настройки. Если устройство ввода пробы или детектор неактивны, все их установленные параметры не будут использоваться.

System Parameters 1		
Params	Set	
PresUnit	☒ kPa	☐ psi
Inj Mode	Manual	
Detect1	ECD	☒ ON ☐ OFF
Detect2	FID	☒ ON ☐ OFF
Detect3	FPD	☒ ON ☐ OFF
Inlet A	*Capillary	☒ ON ☐ OFF
Inlet B	Packed	☒ ON ☐ OFF

System Parameters 1		
Params	Set	
PresUnit	☒ kPa	☐ psi
Inj Mode	Manual	
Detect1	ECD	☒ ON ☐ OFF
Detect2	FID	☒ ON ☐ OFF
Detect3	FPD	☒ ON ☐ OFF
Inlet A	*Capillary	☐ ON ☒ OFF
Inlet B	Packed	☒ ON ☐ OFF

Рис. 5-16. Активация входа в колонку (вход A).

ПРИМЕЧАНИЕ:

Неправильная конфигурация прибора приведет к блокировке запуска. Например, если вход в колонку активен, но он не используется и нет потока газа-носителя, защита прибора не позволит начать программу.

Конфигурация ЕРС (электронное регулирование давления).

Если прибор оснащен полным набором модулей ЕРС, конфигурирование ЕРС не требуется. Если имеется только один модуль ЕРС для подпиточного газа для нескольких различных детекторов, или несколько детекторов совместно используют модули ЕРС для воздуха и водорода, конфигурирование ЕРС необходимо. Обратитесь в службу поддержки клиентов для получения подробной информации о вашем приборе.

System Parameters 2	
EPC	Detector
4:Makeup	2:FID
5:H2	2:FID
6:Air	2:FID

Рис. 5-17. Параметры системы 2: конфигурация ЕРС.

- ① Нажмите **【Next】** для входа в "Параметры системы 2" из "Параметры системы 1" (рис. 5-17).
- ② Нажмите **【Set】**, затем используйте **【▼】** или **【▲】** для перемещения курсора.
- ③ Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для выбора правильной опции для данного модуля ЕРС (рис. 5-18, 5-19).

System Parameters 2	
EPC	Detector
4:Makeup	2:FID
5:H2	2:FID
6:Air	2:FID

System Parameters 2	
EPC	Detector
4:Makeup	3:FPD
5:H2	2:FID
6:Air	2:FID

Рис. 5-18. Переключение газа поддувки с FID на FPD
(эти два детектора используют один модуль ЕРС для газа поддувки).

Detector Parameters			
Detector2		FID	
Params	Set	Actual	
H2 Flow	0.0		mL
Air Flow	0.0		mL
MakeupFlow	0.0		mL
Ignite	OFF	OFF	
Makeup Gas	N2		
Attenuation	● 1		
Baseline	● ◀▶	0.0	
Sensitivity	● Mid		
Polarity	● Positive		

Detector Parameters			
Detector2		FID	
Params	Set	Actual	
Ignite	OFF	OFF	
Attenuation	● 1		
Baseline	● ◀▶	0.0	
Sensitivity	● High		
Polarity	● Positive		

Рис. 5-19 Интерфейс детектора FID до (слева) и после (справа) конфигурирования модуля ЕРС для газа поддувки.

ВНИМАНИЕ:

Изменения в конфигурации воздушного и водородного модуля ЕРС должны сопровождаться соответствующими изменениями в газовых соединениях. Выполнять эту операцию без профессиональной помощи не рекомендуется. Обратитесь в сервисную службу.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Конфигурация модуля ЕРС для газа поддувки необходима только в том случае, если один модуль ЕРС для газа поддувки используется совместно несколькими детекторами. Помните, что изменения в конфигурации модуля ЕРС для газа поддувки должны сопровождаться соответствующими изменениями в газовых соединениях.

(4) Таблица внешних устройств (опция).

Триггеры внешних устройств могут быть установлены в таблице external ctrl (рис. 5-20). В конфигурации прибора по умолчанию эта функция не используется. Если эта функция необходима, пожалуйста, свяжитесь с производителем.

Нажмите **【OK】** для активации/деактивации таблицы внешних устройств.

В этой таблице имеется 4 внешних триггера. В таблице можно запрограммировать до 20 шагов. Нажмите **【Next】** для ввода шагов 11-20, если программа управления имеет длину более 10 шагов (рис. 5-20).

"Время сек" - это время срабатывания события. Диапазон составляет 0-9999 с единицей измерения в секундах.

Время по умолчанию, используемое для установки начального состояния, равно 0, и его нельзя изменить.

Нажмите **【Set】** и **【OK】** для переключения значений триггера в таблице (1 - ON, 0 — OFF).

○ External Ctrl Table 1					
	Time sec	#1	#2	#3	#4
1	0	0	0	0	0
2	0	0	0	0	0
3	0	0	0	0	0
4	0	0	0	0	0
5	0	0	0	0	0
6	0	0	0	0	0
7	0	0	0	0	0
8	0	0	0	0	0
9	0	0	0	0	0
10	0	0	0	0	0

● External Ctrl Table 1					
	Time sec	#1	#2	#3	#4
1	0	0	0	0	0
2	20	1	1	0	0
3	55	0	0	0	0
4	0	0	0	0	0
5	0	0	0	0	0
6	0	0	0	0	0
7	0	0	0	0	0
8	0	0	0	0	0
9	0	0	0	0	0
10	0	0	0	0	0

Рис. 5-20 Таблица внешних устройств:
деактивированная (слева) и активированная (справа).

5.2.8 Статус прибора и процедуры запуска.

(1) Статус прибора.

Текущий статус отображается в интерфейсе статуса прибора. Статус показывает работу прибора, работает ли прибор нормально и возникли ли какие-либо ошибки. Ниже приведено описание каждого возможного статуса прибора.

Сброс.

После первого включения питания или сброса прибор выполнит самодиагностику. После завершения этой процедуры нажмите **【OK】** для входа в главный экран статуса прибора. В

это время прибор находится в статусе "Сброс" (Рис. 5-21). В этом статусе все параметры могут быть установлены, но большинство из них не используются.

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		°C
Inlet	0.0		°C
ECD	0.0		°C
FID	0.0		°C
FPD	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Open	

Рис. 5-21. Экран статуса "Сброс".

Контроль температуры (TCtrl) и контроль расхода (Fctrl).

В статусе "Reset", когда параметры установлены, нажмите **【Run】**. Прибор перейдет в статус «Готов», в котором начнут отображаться фактические значения расхода, давления и температуры. Начальный статус прибора в "FCtrl" (Рис. 5-22 (справа)). Когда значения фактических расхода и давление достигнут установленных значений, статус прибора изменится на "TCtrl" (рис. 5-22 (слева)).

Status: FCtrl 00:00:05			
Device	Set	Actual	
Oven	150.0	56.4	°C
Inlet	220.0	34.9	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	220.0	39.1	°C
FPD	0.0	240.5	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	56.3	kPa
●CarA Flow	0.0	3.5	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	30.0	29.9	mL
Backdoor		Part	

Status: TCtrl 00:00:17			
Device	Set	Actual	
Oven	150.0	67.1	°C
Inlet	220.0	36.8	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	220.0	44.2	°C
FPD	0.0	240.1	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	57.9	kPa
●CarA Flow	0.0	3.4	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	30.0	30.0	mL
Backdoor		Close	

Рис. 5-22. Статус прибора: "FCtrl" (справа) и "TCtrl" (слева).

Готов.

Когда все параметры стабилизированы, прибор находится в статусе "Готов" (рис. 5-23). Если параметры изменить в это время, статус снова изменится на "FCtrl" или "TCtrl", пока параметры снова не стабилизируются.

Status: Ready 00:06:27			
Device	Set	Actual	
Oven	100.0	100.0	°C
Inlet	100.0	98.8	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	100.0	99.5	°C
FPD	0.0	243.1	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	70.5	kPa
●CarA Flow	0.0	3.7	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	30.0	29.9	mL
Backdoor		Close	

Рис. 5-23. Статус "Готов".

Старт.

В статусе "Ready" нажмите **【 Run 】**, чтобы запустить программу (рис. 5-24). В состоянии "Run" параметры прибора не могут быть изменены. Однако можно выполнить поджиг детектора: FID/FPD "Ignite".

Status: Run 00:00:10			
Device	Set	Actual	
Oven	100.0	99.8	°C
Inlet	0.0	92.4	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	0.0	86.6	°C
FPD	0.0	240.3	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	59.7	59.4	kPa
●CarA Flow	3.0	3.0	mL
SplitA Flow	30.0	29.9	mL
●CarB Flow	30.0	29.9	mL
Backdoor		Close	

Status: Run 00:01:30			
Device	Set	Actual	
Oven	103.0	102.8	°C
Inlet	0.0	94.8	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	0.0	90.3	°C
FPD	0.0	251.3	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	60.3	59.9	kPa
●CarA Flow	3.0	3.0	mL
SplitA Flow	30.0	29.9	mL
●CarB Flow	30.0	30.0	mL
Backdoor		Close	

Рис. 5-24 Изотермический "старт" (слева) и старт с запрограммированным набором температуры (справа).

Ошибка.

При возникновении ошибки прибор включает режим аварийного отключения, при котором контроль температуры отключается и прибор автоматически охлаждается. В статусе "Ошибка" пожалуйста, проверьте причину неисправности, используя следующую таблицу (Рис. 5-25, Таблица 5-2).

Status: Error11 00:00:36			
Device	Set	Actual	
Oven	100.0	92.2	°C
Inlet	0.0	91.6	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	0.0	85.4	°C
FPD	0.0	246.1	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	59.7	0.0	kPa
●CarA Flow	3.0	0.0	mL
SplitA Flow	30.0	0.0	mL
●CarB Flow	30.0	0.0	mL
Backdoor		Open	

Рис. 5-25. "Ошибка".

Таблица 5-2. Таблица кодов ошибок.

Код ошибки	Неисправность
10	Самодиагностика не удалась из-за неисправности ЕРС (электронное регулирование давления). Нажмите 【Сброс】 для повторной попытки. Если ошибка сохраняется, обратитесь к поставщику.
11	Поток газа-носителя не обнаружен. Пожалуйста, сначала убедитесь, что источник газа-носителя подключен. Если вход в колонку в рабочем режиме, отключите его (см. раздел 5.2.4).
20	Самодиагностика модуля контроля температуры не удалась. Нажмите 【Сброс】 , чтобы попытаться снова. Если ошибка сохраняется, обратитесь к поставщику.

Перегрев.

Защита от перегрева срабатывает, когда температура устройства или термостата колонок превышает максимально допустимую температуру. Нагрев всех модулей отключится, и они начнут охлаждаться. Убедитесь, что установленная температура не превышает максимально допустимую температуру, а затем перезапустите прибор.

(2) Процедура запуска.

В главном экране статуса прибора (Рис. 5-7 "Сброс") установите все параметры, затем нажмите **【Run】**.

Подождите, пока температура, расход и давление стабилизируются, и прибор перейдет в статус "Готов".

Когда прибор будет готов, нажмите **【Run】**, чтобы начать изотермический или с запрограммированным набором температуры режим работы. После завершения работы прибор вернется в режим готовности, пока не вернется к исходному состоянию. Если включен режим экономии газа, прибор будет оставаться в режиме низкого расхода (LowF) даже после завершения анализа, вплоть до начала следующего анализа.

Перед началом следующего анализа нажмите **【Run】** и статус прибора переключится с режима "LowF" на "FCtrl". Когда разделенный поток вернется к установленному для анализа значению, прибор снова перейдет в статус "Ready".

Во время работы прибора нажмите **【Stop】** в любое время для завершения работы.

6. Руководство по быстрой эксплуатации и анализу.

6.1. Подготовка.

6.1.1. Подключения питания и выходных сигналов.

(1) Проверьте, правильно ли заземлен шнур питания.

(2) Проверьте передачу сигнала от устройства сбора данных.

Подключите интерфейс RS232 к порту COM1 (или COM2) компьютера с помощью последовательного кабеля. Подключите линию А (или В) устройства сбора данных к соответствующему выходному разъему детектора на задней панели прибора с помощью сигнального кабеля. Подключите порт PC Control прибора к порту COM2 (или COM1) компьютера с помощью кабеля управления. Включите питание устройства сбора данных и

двойным щелчком откройте программное обеспечение рабочей станции. Проверьте передачу сигнала от устройства сбора данных. Дополнительные сведения см. в разделе 3.3.6.

6.1.2. Подготовка прибора к работе.

- (1) При необходимости замените септу и лайнер. Установите колонку в соответствии с требованиями анализа.
- (2) Убедитесь, что все соединения пневматической системы правильно подключены и не имеют утечек. Включите подачу газа (баллон, воздушный компрессор или генератор водорода) и установите выходное давление на уровне около 0,4 МПа.
- (3) Настройте регулятор давления на соответствующее давление (Таблица 6-1).

Таблица 6-1. Стандартные значения для регулятора давления.

Детектор	Газ	Давление, МПа	Комментарии
FID, FPD, NPD	H ₂	В соответствии с кривой расхода	Горючий газ
	Воздух	0,2	Газ-окислитель
	N ₂	0,3	Газ-носитель, газ поддувки
TCD	H ₂ или N ₂	0,3	Газ-носитель, газ поддувки
ECD	N ₂	0,3	Газ-носитель, газ поддувки

6.2. Выполнение анализа.

6.2.1. Установка параметров и запуск.

Включите питание GC-4100 и откройте программное обеспечение рабочей станции.

В соответствии с требованиями анализа, настройте устройства прибора (вход в колонку, детектор, внешние устройства и т.д. См. 5.2.7. (3) параметры системы) и установите параметры прибора, такие как: температура, расход, программируемый набор температуры и т.д. Нажмите **【Run】** после установки всех параметров. Если параметры сохранены в файле метода, его можно загрузить и запустить непосредственно.

Прежде чем прибор начнет повышать температуру, убедитесь, что источник газа-носителя включен и газ-носитель проходит через колонку.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Обратите внимание на следующие детали:

- (1) Если через колонку не проходит газ-носитель, возникнет ошибка.
- (2) Перед проведением анализа убедитесь, что используемые входы в колонку активированы.
- (3) Перед проведением анализа убедитесь, что используемые детекторы активированы.
- (4) Убедитесь, что режим контроля температуры выбран правильно между изотермическим и программируемым набором температуры.
- (5) Убедитесь, что таблица контроля внешних устройств активирована, когда они используются.
- (6) При использовании капиллярной колонки убедитесь, что выбран соответствующий тип газа-носителя и внутренний диаметр колонки, длина и толщина неподвижной фазы правильно установлены перед нагревом.
- (7) Убедитесь, что режим ввода пробы выбран правильно: ручной ввод, автосамплер и «выдувание и улавливание» (См. Раздел 5.2.7).

6.2.2. Прогрев детекторов и стабилизация базовой линии.

Прогрейте детекторы, когда все параметры станут стабильными. Работа с различными детекторами осуществляется следующим образом:

- (1) FID: Включите "Ignite". Отрегулируйте чувствительность, подавление и полярность.
 - (2) TCD: Установите температуру детектора, затем включите чувствительный элемент. Отрегулируйте чувствительность, подавление и полярность.
 - (3) ECD: Установите эталонный ток, а затем включите детектор.
 - (4) FPD: Включите "Ignite", а затем включите высоковольтный выключатель. Отрегулируйте чувствительность, подавление и полярность.
 - (5) NPD: Включите переключатель тока смещения, а затем медленно увеличьте ток смещения до его заданного значения. Отрегулируйте чувствительность, подавление и полярность.
- После установки параметров подождите, пока базовая линия не станет стабильной.

6.2.3. Ввод пробы.

После стабилизации базовой линии можно вводить пробу. Нажмите **【Run】**, чтобы запустить программу одновременно с вводом пробы. Рабочая станция начнет записывать выходной сигнал. При использовании автосамплера или «выдувание и улавливание» установите соответствующий режим ввода пробы, см. раздел 5.2.7 (3).

6.2.4. Обработка данных.

После выполнения программы прибор вернется в свое исходное состояние. Полученные данные будут сохранены и обработаны.

6.3. Завершение анализа и выключение.

После завершения анализа прибор можно выключить, если он больше не используется.

① Выключение детекторов.

FID: выключите "Ignite". Отключите водород и воздух.

TCD: Выключите чувствительный элемент.

ECD: Отключите эталонный ток.

FPD: Выключите "Ignite". Выключите высоковольтный выключатель, а затем выключите водород и воздух.

NPD: Отключите переключатель тока смещения, а затем отключите водород и воздух.

② Охлаждение.

Нажмите **【Oven】** для входа в экран "Temp Ctrl Parameters". Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】**, чтобы отключить функцию "TempCtrl". Все модули и термостат автоматически остынут. Не отключайте газ-носитель во время охлаждения.

③ Выключите питание после того как все модули и термостат остынут до температуры менее 50°C.

④ Отключите источник газа.

7. Вход в колонку и система ввода пробы.

7.1. Обзор.

Вход в колонку (или инжектор) используются для ввода пробы в непрерывный поток газа-носителя, который проходит через колонку.

В GC-4100 имеются два входа в колонку:

Вход для насадочной колонки.

Вход для капиллярной колонки с делением/без деления потока (S/SL).

В приборе может быть установлено до трех входов (один S/SL и два входа для насадочной колонки).

7.2. Вход в насадочную колонку.

Вход в насадочную колонку используется с насадочными колонками. Другой конец насадочной колонки подключается к детектору. Поток газа-носителя контролируется электронным регулятором давления (EPC). Образец, обычно представляющий собой смесь нескольких компонентов, испаряется в инжекторе, разделяется в колонке и регистрируется детектором. Схема входа в насадочную колонку показана на рис. 7-1.

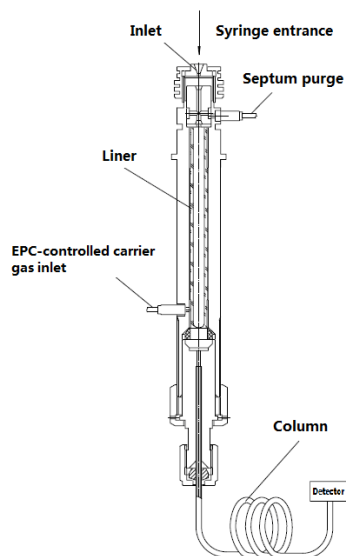


Рис. 7-1. Схема входа в насадочную колонку.

7.2.1. Установка септы на входе в насадочную колонку.

Как показано на рисунке 7-2 (слева), процесс установки септы выглядит следующим образом:

- ① Установите инжектор, септу и инжекторное сопло в соответствующем порядке.
- ② Затяните крышку инжектора соответствующим образом от руки. Не слишком слабо и не слишком туго. Слишком тугое затягивание приведет к затруднению ввода пробы, слишком слабое может вызвать утечку.

Кроме того, замена септы через регулярные промежутки времени является важной частью обслуживания GC. После того, как септа десятки раз прокалывается иглой шприца, она становится слишком перфорированной. Это может привести к попаданию воздуха в колонку.

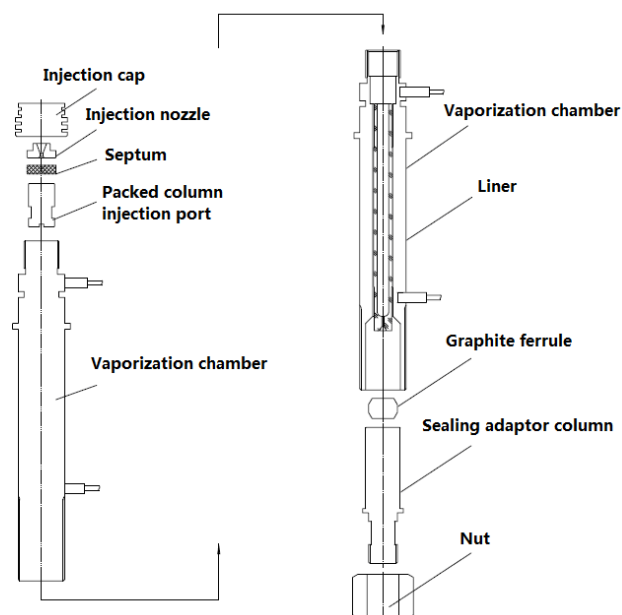


Рис. 7-2. Схема установки септы насадочной колонки (слева) и лайнера насадочной колонки (справа).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не меняйте септу и лайнер, когда испаритель находится при высокой температуре. Не вращайте гайку при высокой температуре во избежание ее блокировки.

7.2.2. Установка лайнера на входе насадочной колонки.

Лайнер может улучшить эффект разделения и испарения пробы, что оказывает важное влияние на результат анализа. На рисунке 7-2 (справа) показан процесс установки лайнера. Процесс установки выглядит следующим образом:

- ① Наденьте графитовую феррулу на нижний конец лайнера и поместите лайнер в верхнюю часть уплотнительного адаптера колонки. Поместите всю конструкцию в испаритель. Чтобы улучшить испарение пробы и предотвратить загрязнение колонки пробами с высокой температурой кипения, вы можете добавить некоторое количество стекловаты в лайнер.
- ② Затяните гайку, чтобы закрепить уплотнительный адаптер колонки.

ВНИМАНИЕ:

Если трудно удалить лайнер из верхней части входного отверстия, снимите уплотнительный адаптер колонки, вход в насадочную колонку и септу. Надавите на лайнер мягким предметом снизу. Лайнер хрупкий. Обращайтесь с ним осторожно. Не толкайте его твердым предметом.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Стекловата поглощает некоторые аналиты, что приводит к ошибке анализа. Пожалуйста, выбирайте стекловату тщательно в соответствии с требованиями анализа и свойствами пробы.

7.2.3. Обнаружение утечки на входе в насадочную колонку.

После установки необходимо провести обнаружение утечек. Шаги следующие:

- ① Отключите клапан обдува септы и включите газ-носитель. Установите давление регулятора клапана на 0,2 МПа и установите скорость потока 15 мл/мин. Подождите 2~3 мин.
- ② Поместите уплотнительный материал в гайку насадочной колонки, чтобы заблокировать и уплотнить адаптер колонки. Стабилизируйте в течение 5 минут.

③ Выключите регулятор давления источника газа-носителя. Наблюдайте за изменением давления. Падение давления должно быть менее 0,01 МПа через 30 минут. Если падение давления составляет более 0,01 МПа, проверьте все соединения в пневматической системе на наличие утечек.

7.3. Ввод пробы в капиллярную колонку с делением/без деления потока (S/SL).

Наиболее часто используемым входом в капиллярную колонку является капиллярный вход с делением/без деления потока (S/SL).

Вход в колонку может работать в двух режимах: с делением и без деления потока. Какой режим является более подходящим зависит от концентрации аналитов в пробе. Рисунок 7-3 представляет собой схему входа в колонку с делением и без деления потока.

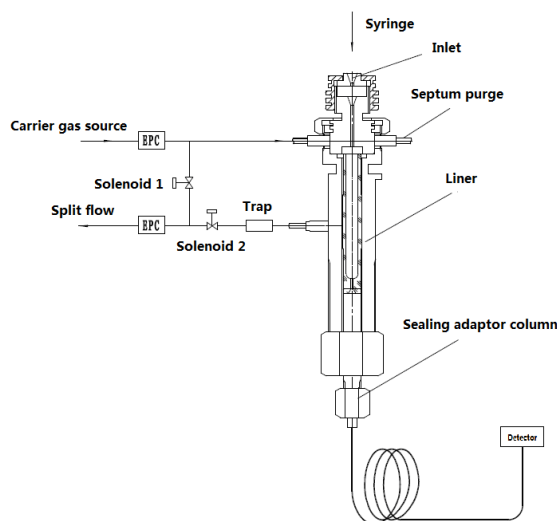


Рис. 7-3. Схема ввода пробы с делением/без деления потока.

7.3.1. Режимы с делением и без деления потока.

В режиме с делением потока проба испаряется в потоке газа-носителя, который контролируется ЕРС (электронный регулятор давления), и небольшая часть пробы и растворителя направляется в колонку. Остальная часть пробы выводится через отдельный выход (соленоид 1 выключен, соленоид 2 включен). Небольшая часть пробы, которая попадает в колонку, уносится газом-носителем и в конечном итоге попадает в детектор (рис. 7-3).

В режиме без деления потока клапан закрыт во время ввода пробы и остается таким, пока проба испаряется в лайнере и переносится в колонку. В определенное время после инъекции клапан открывается, чтобы выпустить оставшийся в лайнере газ через отверстие. Это позволяет избежать образования хвоста растворителя из-за большого объема пробы и малого расхода газа через колонку. Для того чтобы сбалансировать колебания потока, газ-носитель предварительно разделяется перед входом (соленоид 1 включен, соленоид 2 выключен).

7.3.2. Установка септы для входа в колонку с делением/без деления потока S/SL.

Установка выполняется следующим образом (рис. 7-4):

① Установите септу и впрыскивающее сопло в следующем порядке.

② Завинтите крышку инжектора рукой - не слишком свободно и не слишком туго. Слишком тугая крышка затруднит ввод пробы, а слишком свободная крышка может привести к утечке.

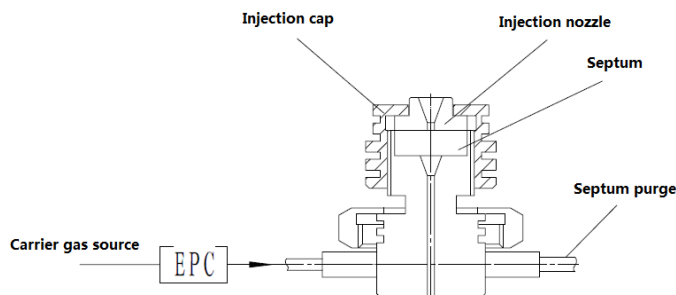


Рис. 7-4. Схема установки септы S/SL.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не меняйте септу и лайнер, пока вход в колонку находится при высокой температуре. Не поворачивайте гайку насадочной колонки при высокой температуре во избежание ее блокировки.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ: Замена септы через регулярные промежутки времени является важной частью обслуживания GC.

После того, как септа была проколота десятки раз иглой шприца, она становится слишком перфорированной, что может привести к утечке газа в колонку.

7.3.3. Установка лайнера для ввода пробы с делением/без деления потока S/SL.

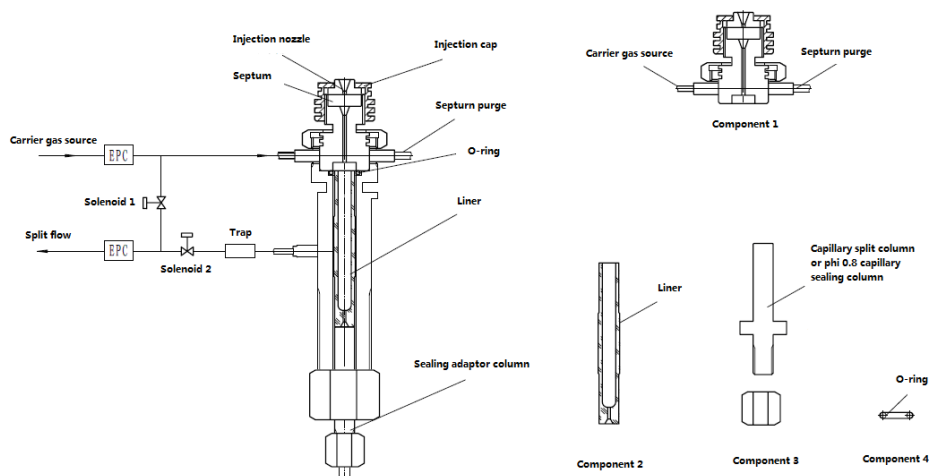


Рис. 7-5. Схема установки лайнера с делением/без деления потока S/SL.

Порядок установки (рис. 7-5):

① Снимите компонент 1 (рис. 7-5 вверху справа).

② Установите компонент 3, гайку и уплотнение капиллярной колонки вместе с латунной феррулой в нижнюю часть входного отверстия. Затяните винт.

③ Установите уплотнительное кольцо на верхний конец лайнера и поместите лайнер во входное отверстие сверху. Чтобы улучшить испарение пробы и предотвратить загрязнение колонки пробами с высокой температурой кипения, вы можете добавить некоторое количество стекловаты в лайнер.

④ Наконец, снова установите компонент 1.

ВНИМАНИЕ:

Если трудно снять лайнер с верхней части входного отверстия, снимите оба компонента 1 и 3. Надавите на лайнер снизу мягким предметом. Лайнер хрупкий. Обращайтесь с ним осторожно. Не толкайте его твердым предметом.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Стекловата поглощает некоторые аналиты, что приводит к ошибке анализа. Пожалуйста, выбирайте стекловату тщательно в соответствии с требованиями анализа и свойствами пробы.

7.3.4. Установка трубки-ловушки для входа с делением/без деления потока S/SL.

В режиме деления потока большая часть пробы выходит через выход деления потока и его ЕРС. Некоторые пробы содержат высококипящие вещества, которые блокируют или засоряют трубку и ЕРС. В прибор установлена трубка-ловушка для предотвращения засорения. Схема установки приведена ниже (рис. 7-6).



Рис. 7-6. Схема установки трубки-ловушки S/SL.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Необходимо регулярно заменять трубку-ловушку.

7.3.5 Обнаружение утечек на входе в колонку S/SL.

Обнаружение утечек необходимо проводить после инсталляции прибора. Действия следующие:

① Откройте клапан обдува септы и установите деление потока на 0 мл/мин. Подайте в систему газ-носитель. Установите регулятор давления на 0,3 МПа и установите давление газа-носителя 200 кПа. Подождите 2 ~ 3 мин.

② Заблокируйте нижний выход уплотнительного адаптера колонки. Выдержите в течение 5 мин.

③ Выключите регулятор давления источника газа-носителя. Наблюдайте за изменением давления. Через 30 мин перепад давления должен составлять менее 0,01 МПа. Если перепад давления превышает 0,01 МПа, пожалуйста, проверьте все соединения пневматической системы на наличие утечек.

7.4. Настройка параметров при вводе пробы.

Основные параметры на при вводе пробы включают температуру, расход и давление. В дополнение к ним, при использовании капиллярных колонок необходимо также установить размеры колонки, коэффициент разделения и другие параметры.

7.4.1. Активация используемого входа в колонку.

Перед проведением анализа убедитесь, что используемый вход в колонку активирован. Для получения дополнительной информации см. раздел 5.2.4.

- Нажмите **【Home】** для входа в главное меню. Выберите "7. Параметры системы".
- Нажмите **【Set】**, затем используйте **【▼】** или **【▲】** для перемещения курсора на "Inlet A" или "Inlet B".
- Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для включения/выключения выбранного входа в колонку. ВКЛ означает, что вход активен. Нажмите **【Set】** еще раз, чтобы сохранить настройки. Если вход выключен, параметры этого входа не будут использоваться (Рис. 7-7 (слева)).

ВНИМАНИЕ:

Вы должны выбрать хотя бы один вход в колонку. В противном случае колонка не будет защищена, так как высокая температура термостата может привести к повреждению колонки.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Убедитесь, что активированы/деактивированы нужные входы в колонку. Прежде чем прибор начнет нагрев, он измерит расход и давление в колонке, чтобы убедиться в наличии потока газа-носителя. Если газ-носитель не обнаружен, прибор не будет повышать температуру.

System Parameters 1		
Params	Set	
PresUnit	☒ kPa ☐ Psi	
Inj Mode	Manual	
Detect1	ECD	☒ ON ☐ OFF
Detect2	FID	☒ ON ☐ OFF
Detect3	FPD	☒ ON ☐ OFF
Inlet A	Capillary	☒ ON ☐ OFF
Inlet B	Packed	☒ ON ☐ OFF

System Parameters 1		
Params	Set	
PresUnit	☒ kPa ☐ Psi	
Inj Mode	Manual	
Detect1	ECD	☒ ON ☐ OFF
Detect2	FID	☒ ON ☐ OFF
Detect3	FPD	☒ ON ☐ OFF
Inlet A	Capillary	☒ ON ☐ OFF
Inlet B	Packed	☐ ON ☒ OFF

Status:	Reset	00:00:00
Device	Set	Actual
Oven	0.0	300.0
Inlet	0.0	
ECD	0.0	
FID	0.0	
FPD	0.0	
Max Temp	300.0	℃
☐ CarA Pres	0.0	kPa
☒ CarA Flow	0.0	
SplitA Flow	0.0	
☒ CarB Flow	0.0	mL
Backdoor		Part

Рис. 7-7. Экран "Параметры системы 1" (вверху) и "Статус прибора" (внизу).

7.4.2. Установка температуры на входе в колонку.

После завершения самодиагностики нажмите **【OK】** для входа в экран "Состояние прибора" (рис. 7-7 (справа)). Нажмите **【Set】**, появится курсор (рис. 7-8 (слева)). С помощью клавиш **【▼】** или **【▲】** переместите курсор на "Inlet". Нажмите **【OK】** для ввода значения температуры или непосредственно введите желаемую температуру (рис. 7-8 (справа)). После ввода температуры снова нажмите **【OK】** (рис. 7-9 (слева)). Наконец, нажмите **【Set】** для сохранения настройки, и курсор исчезнет (рис. 7-9 (справа)). Настройка температуры завершена.

Нажмите **【Run】**, чтобы запустить запрограммированное увеличение температуры (рис. 7-10).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		CC
Inlet	0.0		CCCC
ECD	0.0		CCCC
FID	0.0		CCCC
FPD	0.0		CCCC
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Part	

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		CC
Inlet	0.0		CCCC
ECD	0.0		CCCC
FID	0.0		CCCC
FPD	0.0		CCCC
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Open	

Рис. 7-8. Установка температуры на входе в колонку.

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		CC
Inlet	150.0		CCCC
ECD	0.0		CCCC
FID	0.0		CCCC
FPD	0.0		CCCC
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Open	

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		CC
Inlet	150.0		CCCC
ECD	0.0		CCCC
FID	0.0		CCCC
FPD	0.0		CCCC
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Part	

Рис. 7-9. Установка температуры на входе в колонку.

Status: TCtrl 00:00:30			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0	62.0	°C
Inlet	150.0	88.6	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	0.0	79.8	°C
FPD	0.0	240.4	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	147.5	kPa
●CarA Flow	0.0	11.9	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	20.0	19.8	mL
Backdoor		Open	

Рис. 7-10. Статус управления температурой.

ВНИМАНИЕ:

Прибор проверит наличие потока газа через колонку перед началом нагрева. Убедитесь, что колонка установлена, источник газа-носителя включен и газ проходит через колонку.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

При использовании входа в капиллярную колонку убедитесь, что параметры колонки установлены правильно до начала нагрева. В противном случае может возникнуть ошибка.

7.4.3. Настройка расхода/давления.

Параметры, включающие расход газа через колонку, давление в колонке, деление потока, настройки экономии газа и размеры колонки, задаются в трех экранах: "Вход А", "Вход В" и "Состояние прибора".

7.4.3.1. Настройка расхода/давления для насадочных колонок.

Настройка расхода и давления для насадочных колонок может быть выполнена либо на экране "Состояние прибора", либо на экране "Ввод А/В".

Перед настройкой расхода и давления убедитесь, что выбран соответствующий тип газа-носителя. На экране "Inlet A/B" нажмите **【 Set 】**, чтобы активировать курсор, а затем используйте клавиши **【▼】** или **【▲】** для перехода к "Carr Gas".

Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для выбора правильного газа-носителя.

Следует отметить, что если датчик давления газа-носителя в насадочной колонке не установлен, давление газа-носителя не будет отображаться в качестве параметра. Если вам требуется давление газа-носителя для насадочных колонок, пожалуйста, свяжитесь с производителем или торговым представителем.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Перед настройкой расхода и давления насадочной колонки убедитесь, что вход в насадочную колонку был активирован.

Установка с помощью экрана "Статус прибора".

После самодиагностики прибора установите "Расход газа через колонку" или "Давление в колонке". В режиме постоянного потока, нажмите клавишу **【 Set 】** для перемещения курсора на "Расход газа через колонку" и введите значение (Рис. 7-11(слева)). В режиме постоянного давления нажмите клавишу **【 Set 】**, чтобы переместить курсор на "Давление в колонке" и введите значение (рис. 7-11(справа)).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		℃
Inlet	0.0		℃
ECD	0.0		℃
FID	0.0		℃
FPD	0.0		℃
Max Temp	300.0		℃
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
○CarB Pres	0.0		kPa
●CarB Flow	÷ 30.0		mL
Backdoor		Open	

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		℃
Inlet	0.0		℃
ECD	0.0		℃
FID	0.0		℃
FPD	0.0		℃
Max Temp	300.0		℃
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Pres	÷ 30.0		kPa
○CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Open	

Рис. 7-11. Настройка расхода (слева) и давления (справа) насадочной колонки на экране "Статус прибора".

Установка с помощью экрана "Inlet A/B".

Установка расхода и давления в насадочной колонке также может быть выполнена на экране "Inlet A/B" (рис. 7-12).

Inlet B Parameters		
● Packed Column		
Params	Set	Actual
Carr Gas	N2	
○CarB P	0.0 kPa	kPa
●CarB F	30.0 mL	mL

Inlet B Parameters		
● Packed Column		
Params	Set	Actual
Carr Gas	N2	
●CarB P	30.0 kPa	kPa
○CarB F	0.0 mL	mL

Рис. 7-12. Настройка расхода (слева) и давления (справа) на входе в насадочную колонку на экране "Inlet B".

ПРИМЕЧАНИЕ:

В режиме постоянного потока давление в колонке отображается в реальном времени (если установлен датчик давления). В режиме постоянного давления расход газа через колонку отображается в режиме реального времени.

7.4.3.2. Настройка расхода/давления на входе в капиллярную колонку.

Настройка расхода и давления капиллярной колонки может быть выполнена на экране "Статус прибора".

Дополнительные параметры устанавливаются на экране "Inlet A/B". Перед установкой расхода и давления необходимо выбрать соответствующий тип газа-носителя. Перейдите на первую страницу экрана "Inlet A/B". Измените "Carr Gas" с помощью клавиш **【◀】** или **【▶】**. Пожалуйста, выберите правильный тип газа-носителя.

ВНИМАНИЕ:

Перед настройкой расхода и давления капиллярной колонки убедитесь, что соответствующий S/SL-вход был активирован.

I. Настройка с помощью экрана "Статус прибора".

Расход газа через колонку, давление в колонке и разделенный поток можно установить на экране "Статус прибора" (См. раздел выше, 7.4.3.1 (I)).

II. Установите режима деления потока и других параметров на экране "Inlet A/B".

Нажмите кнопку **【Inlet A/B】**. По умолчанию установлен режим "Split mode". Нажмите **【◀】** или **【▶】** для переключения между режимами "Split mode" и "Splitless mode" (Рис.7-14).

Inlet A Parameters 1		
☒ Split ☐ No Split		
Params	Set	Actual
Carr Gas	N2	
☐ CarA P	37.7kPa	kPa
☒ CarA F	3.0 mL	mL
SplitFlow	30.0 mL	mL
SplitRatio	10.0	
TotalFlow		mL

Inlet A Parameters 1		
☐ Split ☒ No Split		
Params	Set	Actual
Carr Gas	N2	
☐ CarA P	0.0kPa	kPa
☒ CarA F	3.0 mL	mL
SplitTime	45.0sec	
SplitFlow	30.0 mL	mL
SplitRatio	10.0	
TotalFlow		mL

Рис.7-14. Переключение между режимами "С делением потока" и "Без деления потока".

Нажмите **【 Next 】** для переключения между "Вход A/B, Параметры 1" и "Вход A/B, Параметры 2" (рис. 7-15).

Inlet A Parameters 1		
☒ Split ☐ No Split		
Params	Set	Actual
Carr Gas	N2	
☐ CarA P	37.7kPa	kPa
☒ CarA F	3.0 mL	mL
SplitFlow	30.0 mL	mL
SplitRatio	10.0	
TotalFlow		mL

Inlet A Parameters 2		
☒ Split ☐ No Split		
Params	Set	Actual
GS Ext	OFF	
GS Time	0.0min	
GS Flow	0.0 mL	
Clm Diam	0.00 mm	
Clm Len	0.0 m	
ClmThick	0.00 μm	

Рис. 7-15. Вход A/B, параметры 1 (слева) и Вход A/B, параметры 2 (справа) в режиме деления потока.

Нажмите **【 ▼ 】** или **【 ▲ 】** для перемещения курсора, чтобы установить тип газа-носителя, давление газа-носителя A/B (или расход газа-носителя A/B), коэффициент деления потока, диаметр, длину и толщину стационарной фазы колонки.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Убедитесь, что параметры капиллярной колонки, используемой в анализе, соответствуют параметрам колонки, введенным в прибор. Это очень важно для точного контроля расхода/давления в колонке с помощью ЕРС (электронного регулятора давления).

III. Установка режима «без деления потока» и времени деления потока на экране "Inlet A/B".

Используйте клавиши **【 ◀ 】** или **【 ▶ 】** для выбора "Splitless mode (без деления потока)" на экране "Inlet A/B". Параметры, доступные в режиме "Splitless mode (без деления потока)", в основном такие же, как и в режиме "Split mode (с делением потока)". (Рис.7-16).

Inlet A Parameters 1			Inlet A Parameters 2		
☐ Split ☒ No Split			☐ Split ☒ No Split		
Params	Set	Actual	Params	Set	Actual
Carr Gas	N2		GS Ext	OFF	
☐ CarA P	0.0kPa	kPa	GS Time	0.0min	
☒ CarA F	3.0 mL	mL	GS Flow	0.0 mL	
SplitTime	45.0sec		Clm Diam	0.00 mm	
SplitFlow	30.0 mL	mL	Clm Len	0.0 m	
SplitRatio	10.0		ClmThick	0.00 μm	
TotalFlow		mL			

Рис. 7-16. Вход A/B Параметры 1 (слева) и Вход A/B Параметры 2 (справа) в режиме без деления потока.

Единственным новым параметром является "SplitTime (время деления)", который представляет собой время от начала анализа, в течение которого клапан деления потока будет открыт в режиме "Splitless mode".

7.4.4. Экономия газа.

Параметры экономии газа (GS) можно установить на экране "Вход A/B Параметры 2". Экономия газа используется для снижения потребления газа-носителя во время и между анализами. В заданное время после начала анализа разделенный поток может быть уменьшен до потока с низким расходом.

7.4.4.1. Установка параметров экономии газа.

Экономии газа можно использовать как в режиме с делением, так и в режиме без деления потока (Рис. 7-17).

Если время экономии газа равно 0,0 мин/сек, экономия газа по умолчанию выключена. Время экономии газа - это время после начала анализа, в течение которого разделенный поток устанавливается в режим экономии газа. Поток с низким расходом - это значение расхода, на которое настроен разделенный поток в режиме экономии газа.

После программирования система переходит в статус "Run" и начинается отсчет времени программы. Когда время программы достигнет времени экономии газа, расход разделенного потока изменится с первоначально установленного до потока с низким расходом. Когда программа завершится и система вернется в состояние ожидания, расход разделенного потока вернется к первоначально заданному значению.

Inlet A Parameters 2			Inlet A Parameters 2		
☒ Split ☐ No Split			☐ Split ☒ No Split		
Params	Set	Actual	Params	Set	Actual
GS Ext	OFF		GS Ext	OFF	
GS Time	8.0min		GS Time	8.0min	
GS Flow	15.0 mL		GS Flow	15.0 mL	
Clm Diam	0.32 mm		Clm Diam	0.32 mm	
Clm Len	15.0 m		Clm Len	15.0 m	
ClmThick	0.50 μm		ClmThick	0.50 μm	

Рис. 7-17. Настройка экономии газа в режиме с делением потока (слева) и в режиме без деления потока (справа).

ПРИМЕЧАНИЕ:

(I) Минимальное время экономии газа составляет 1 мин. Если установить время экономии газа на 0,0 мин, режим экономии газа будет отключен.

(II) Минимальный расход газа для экономии составляет 10 мл/мин. Система не допускает меньшего значения.

7.4.4.2. Продление экономии газа.

Функцию продления экономии газа можно включить или выключить на экране "Вход A/B Параметры 2". Если функция продления экономии газа включена, прибор будет оставаться в режиме экономии газа даже после завершения анализа до начала следующего анализа.

ПРИМЕЧАНИЕ: Когда прибор находится в статусе "готов" и включен режим экономии газа, статус прибора вместо "низкий расход" будет изменен на статус "экономия газа".

7.5. Если не используется ЕРС (электронный регулятор давления).

Управление пневматикой в GC-4100 осуществляется с помощью ЕРС (электронный регулятор давления). Если ваш прибор не был настроен с помощью ЕРС, вы не сможете установить расход или давление через интерфейс управления прибором. Дополнительную информацию о приборах без ЕРС см. в разделе 8: Управление пневматикой.

8. Управление пневматикой.

8.1. Введение.

Давление/расход газов в GC-4100 (азот, водород, воздух и другие виды газов-носителей) контролируются с помощью ЕРС (электронный регулятор давления). Также возможен вариант отказа от использования ЕРС.

8.2. Об ЕРС (электронный регулятор давления).

8.2.1. Устройство ЕРС.

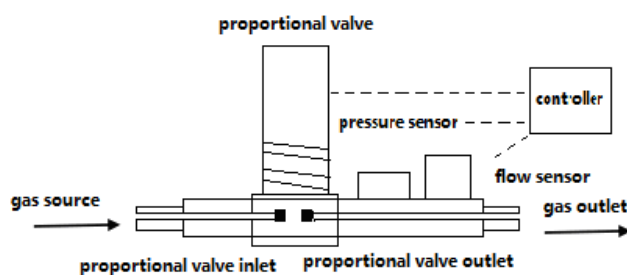


Рис. 8-1. Структурная схема ЕРС.

Направление потока газа показано на рис. 8-1. Газ-носитель поступает на входе, проходит через редукционный клапан и поступает в систему ГХ.

ЕРС оснащен датчиком давления и датчиком потока для измерения давления и потока. Некоторые ЕРС могут быть не оснащены датчиком давления.

8.2.2 Теория ЕРС.

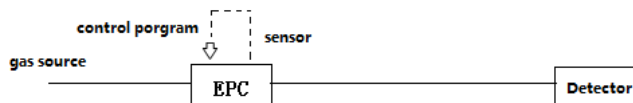


Рис. 8-2. Принципиальная схема ЕРС.

Существует два режима управления: управление расходом и управление давлением. После того, как ЕРС получает заданное значение, он регулирует время, в течение которого редукционный клапан открыт, используя при этом датчик для измерения фактического значения. Программа управления регулирует редукционный клапан до тех пор, пока измеренное значение не совпадет с заданным (рис. 8-2).

8.3 Калибровка ЕРС.

Исходя из типа используемого газа и других параметров, зависимость между расходом газа и сигналом редукционного клапана образует плавную кривую. (рис. 8-3).

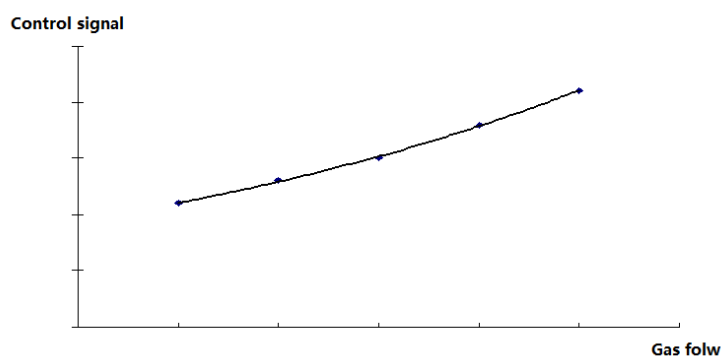


Рис. 8-3 Связь между потоком газа и сигналом редукционного клапана.

Все ЕРС откалиброваны на заводе. Если контроллер со временем отклоняется от нормы, обратитесь к производителю или к поставщику оборудования.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Сохраненная в памяти ЕРС кривая расхода может использоваться только для одного типа газа. Если вам необходимо использовать другой газ, пожалуйста, обратитесь к производителю.

8.4. Диапазон расхода ЕРС.

Перед эксплуатацией прибора обратите внимание на следующие указания относительно диапазона расхода ЕРС.

Газ	Диапазон расхода	Минимальная точность
Азот (N ₂)	(0 — 300) мл/мин	0,1 мл & 0,1 кПа
Водород (H ₂)	(0 — 300) мл/мин	0,1 мл & 0,1 кПа
Воздух	(0 — 300) мл/мин	0,1 мл

ПРИМЕЧАНИЕ:

Указанный диапазон расхода представляет собой типичный диапазон для анализа и не является максимальным. При использовании потока газа с большим расходом, пожалуйста, убедитесь, что давление источника газа достаточно велико.

8.5. Если ЕРС не используется.

Если прибор не оснащен системой ЕРС для измерения расхода газа-носителя на выходе, используйте расходомер с мыльными пузырями. Подключите расходомер с мыльными пузырями к выходу газа-носителя и дайте пузырьку сформироваться. Засеките с помощью секундомера время, необходимое для наполнения пузырька до определенного объема. Наконец, рассчитайте расход в миллилитрах в минуту.

$$F_c = \frac{273.15 + T_D}{273.15 + T_0} \cdot V$$

F_c - калиброванный поток при температуре детектора (мл/мин).

T_D - температура детектора (°C).

T_0 - комнатная температура (°C).

V - измеренный расход при комнатной температуре (мл/мин).

9. Детекторы.

Основные детекторы для газовой хроматографии: пламенно-ионизационный детектор (FID), детектор по теплопроводности (TCD), детектор электронного захвата (ECD), пламенно-фотометрический детектор (FPD) и азотно-фосфорный детектор (NPD).

9.1. Пламенно-ионизационный детектор (FID).

9.1.1 Принцип работы

Детектор FID - это универсальный неселективный детектор.

Воздух (газ-окислитель) и водород (горючий газ) воспламеняются, образуя в сопле богатое кислородом пламя, которое используется для сжигания анализируемых соединений в газе-носителе. Соединения сгорают, образуя ионы карбения, которые собираются и преобразуются в электрический ток. После усиления тока сигнал поступает на рабочую станцию для обработки данных и формирует хроматограмму. Хроматограмма подвергается дальнейшему анализу для получения информации о пробе (Рисунок 9-1).

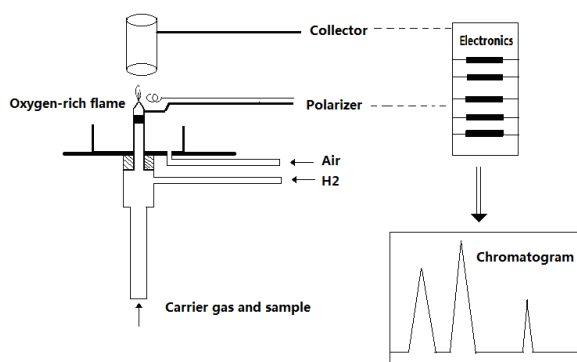


Рис. 9-1. Принцип работы пламенно-ионизационного водородного детектора (FID).

9.1.2. Руководство по применению.

(1) Подключение электропитания.

Перед началом работы, пожалуйста, подключите кабели коллекторного электрода, поляризационного электрода и выходного сигнала FID к соответствующим разъемам в соответствии с рисунком 9-2.

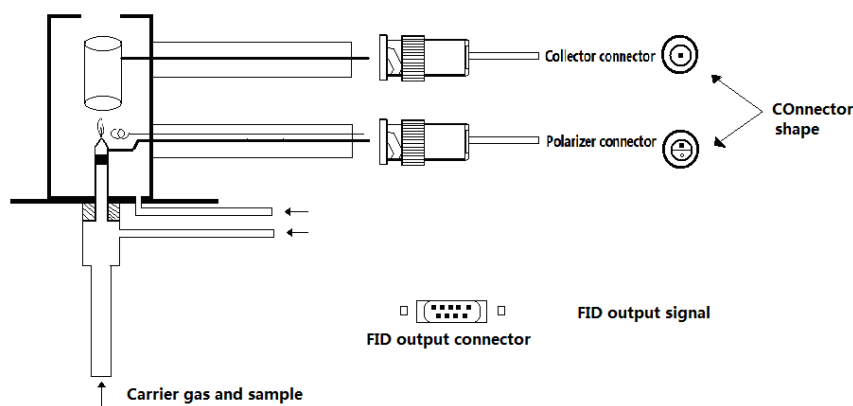


Рисунок 9-2. Схема подключения FID.

(2) Водород и воздух.

Установите расход водорода ~ 20 мл/мин;

Установите расход воздуха ~ 200 мл/мин;

(3) Газ-носитель.

Для получения наилучших результатов анализа рекомендуется использовать газ-носитель с чистотой 99,999% или выше.

(4) Газ поддувки.

При использовании капиллярной колонки типичный расход газа поддувки составляет ~ 30 мл/мин. Отрегулируйте расход в соответствии с вашими требованиями.

(5) Температура детектора.

Максимальная рабочая температура детектора составляет 400°C. Пожалуйста, установите температуру детектора в соответствии с требованиями вашей методики. Установите температуру детектора равной или более высокой, чем температура термостата колонок, чтобы предотвратить загрязнение детектора. В целом, температура детектора не должна быть ниже 120°C, так как низкие температуры вызывают конденсацию паров, образующихся при сгорании. При выключении прибора отключите потоки водорода и воздуха и подождите, пока детектор и термостат не охладятся до температуры ниже 50°C, прежде чем отключать питание и газ-носитель.

(6) Прогрев и работа детектора.

После того, как прибор завершит самодиагностику, включите детектор. Установите расходы водорода и воздуха на соответствующие значения. На экране детектора (Рисунок 9-4) переместите курсор на "Ignite" и нажмите **【OK】** для поджига пламени. Если поджиг прошел успешно, базовая линия будет иметь большой скачок. Отрегулируйте чувствительность детектора (высокая, средняя, низкая), коэффициент ослабления сигнала и уровень базовой

линии до соответствующих значений. Затем дождитесь стабилизации базовой линии перед началом анализа.

9.1.3. Настройка параметров детектора.

Перед использованием FID, пожалуйста, убедитесь, что FID активирован в настройках параметров системы. Более подробные инструкции см. в разделе 5.2.

- Нажмите **【Home】** для входа в главное меню. Выберите "7. Параметры системы".
- Нажмите **【Set】**, затем используйте **【▼】** или **【▲】** для перемещения курсора на "FID".
- Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для включения/выключения выбранного детектора. ВКЛ означает, что детектор активен. Нажмите **【Set】** еще раз, чтобы сохранить настройки. Если детектор выключен, параметры детектора не будут применены.

Основные параметры FID включают температуру, расход водорода, расход воздуха, расход газа поддувки, коэффициент ослабления сигнала и чувствительность детектора. Температура детектора может быть установлена на экране статуса прибора (Рисунок 9-3).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	0.0		°C
Inlet	0.0		°C
ECD	0.0		°C
FID	*240.0		°C
FPD	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Open	

Status: TCtrl 00:00:20			
Device	Set	Actual	
Oven	100.0	49.3	°C
Inlet	0.0	86.3	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FID	240.0	70.0	°C
FPD	0.0	244.5	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	85.4	kPa
●CarA Flow	0.0	6.2	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	20.0	20.0	mL
Backdoor		Close	

Рис. 9-3. Установка температуры FID на экране статуса прибора (ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации).

ПРИМЕЧАНИЕ:

Если капиллярная колонка устанавливается при нагретом FID, очень важно, чтобы поток газа-носителя проходил через колонку.

После того как прибор завершит самодиагностику, нажмите клавишу **【Det】** для входа в интерфейс детектора и перейдите на страницу параметров FID с помощью клавиши **【Next】**. (Рис. 9-4).

Если ваш прибор оснащен регулятором расхода ЕРС, вы можете настроить расход водорода, расход воздуха и расход газа поддувки с этого экрана. Подходящие значения расходов см. в разделе 9.1.2 (2) и (3). Если прибор не оборудован ЕРС, обратитесь к калибровочным таблицам расхода водорода и воздуха, поставляемым с прибором.

Если электронный регулятор давления ЕРС не сконфигурирован с водородом, воздухом или газом поддувки, на экране FID не будут отображаться параметры для этих газов.

Ослабление сигнала. Доступны коэффициенты ослабления сигнала: 1, 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128.

Чувствительность: "Высокая", "Средняя", "Низкая". Разница в чувствительности двух соседних уровней составляет десять крат.

Базовая линия. Сигнал базовой линии можно настроить с помощью клавиш **【◀】** и **【▶】**. Уровень базовой линии по умолчанию составляет 204.

Полярность. Выберите "Положительная" или "Отрицательная". Это параметр задает, будут ли пики на хроматограмме положительными или отрицательными.

Поджиг. После установки соответствующего расхода водорода и воздуха убедитесь, что прибор находится в состоянии готовности, затем переместите курсор на "Ignite". Нажмите клавишу **【OK】**, чтобы поджечь детектор.

Detector Parameters			
Detector2		FID	
Params	Set	Actual	
H2 Flow	0.0		mL
Air Flow	0.0		mL
MakeupFlow	0.0		mL
Ignite	OFF	OFF	
Makeup Gas	N2		
Attenuation	● 1		
Baseline	● ◀▶	0.0	
Sensitivity	● Mid		
Polarity	● Positive		

Рис. 9-4. Экран параметров FID

(ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации).

Примечание:

Активируйте детектор перед использованием.

Примечание:

Пожалуйста, поджигайте детектор только после того, как температура детектора достигнет 120°C или будет выше.

9.1.4. Меры предосторожности.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не подключайте и не отключайте кабели детектора при включенном приборе.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не прикасайтесь к детектору, когда он находится при высокой температуре.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Водород является взрывоопасным газом, пожалуйста, отключайте водород, когда он не используется.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не разбирайте детектор без профессиональной помощи.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Пожалуйста, установите температуру FID равной или выше температуры термостата колонки, чтобы предотвратить загрязнение детектора.

9.2. Детектор по теплопроводности (TCD).

9.2.1 Принцип работы.

Детектор TCD - это неселективный детектор для количественного анализа, который реагирует на разницу в теплопроводности между анализируемым соединением и газом-носителем.

Чистый газ-носитель и газ-носитель, содержащий пробу, проходят через эталонную ячейку и ячейку детектора по теплопроводности соответственно. Поскольку теплопроводность смеси пробы с газом-носителем и чистого газа-носителя различна, температура филаментов эталонной ячейки и ячейки с пробой будет различной. Эта разница преобразуется в электрический сигнал, обрабатывается и отображается в виде хроматограммы. Хроматограмма далее анализируется для получения данных о пробе (рис. 9-5).

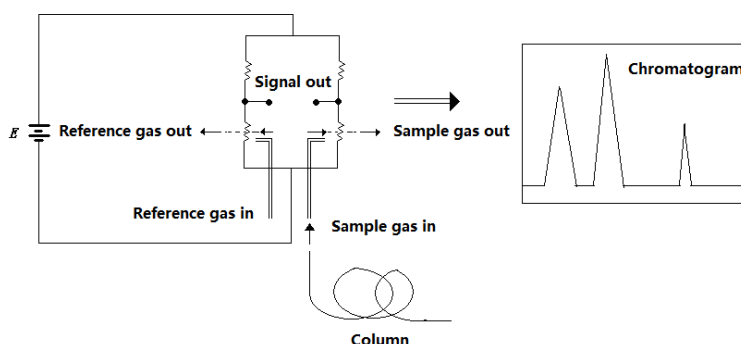


Рисунок 9-5. Схема детектора по теплопроводности.

9.2.2. Руководство пользователя.

(1) Подключение электропитания.

Перед началом работы, пожалуйста, подключите кабель выходного сигнала TCD к соответствующим разъемам в соответствии с рисунком 9-6.

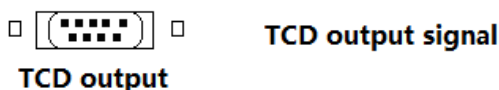


Рисунок 9-6. Схема подключения TCD.

(2) Газ-носитель.

В TCD в качестве газа-носителя обычно используется водород или азот. Водород обеспечивает более высокую чувствительность. TCD - это детектор для количественного анализа. Стабильный поток газа-носителя важен для правильной работы TCD.

(3) Газ поддувки.

При использовании капиллярной колонки типичный расход газа поддувки составляет ~ 30 мл/мин. Отрегулируйте расход в соответствии с вашими требованиями.

(4) Температура детектора.

Максимальная рабочая температура детектора TCD составляет 300°C. Пожалуйста, установите температуру детектора равной или более высокой, чем температура термостата колонки, чтобы предотвратить загрязнение детектора. При выключении прибора сначала выключите мост и отключите контроль температуры. Подождите, пока температура

детектора и печи колонки не станет ниже 50°C, прежде чем отключать питание и газ-носитель.

(5) Температура моста.

Диапазон температуры моста TCD составляет от 10°C до 300°C, с минимальным шагом в 10°C. Как правило, температура моста должна быть на 30-50°C выше, чем температура детектора. Температура моста также будет отличаться в зависимости от того, какой газ-носитель используется - водород или азот. Пожалуйста, включайте мост только после появления потока газа-носителя.

9.2.3. Настройка параметров детектора.

Перед использованием TCD убедитесь, что TCD активирован в настройках параметров системы. Более подробные инструкции см. в разделе 5.2.6.

- Нажмите **【Home】** для входа в главное меню. Выберите "7. Параметры системы".
- Нажмите **【Set】**, затем используйте **【▼】** или **【▲】** для перемещения курсора на "TCD".
- Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для включения/выключения выбранного детектора. ВКЛ означает, что детектор активен. Нажмите **【Set】** еще раз, чтобы сохранить настройки. Если детектор выключен, параметры детектора не будут применены.

Основные параметры TCD включают температуру, температуру моста, расход газа поддувки и ослабление сигнала. На экране статуса прибора можно установить параметр температуры TCD (рис. 9-7).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	40.0		°C
Inlet	0.0		°C
ECD	0.0		°C
TCD	↔ 90.0		°C
FID	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Open	

Status: TCtrl 00:00:19			
Device	Set	Actual	
Oven	40.0	40.1	°C
Inlet	0.0	76.6	°C
ECD	0.0	22.8	°C
TCD	90.0	89.3	°C
FID	0.0	246.4	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	138.4	kPa
●CarA Flow	0.0	12.3	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	20.0	19.9	mL
Backdoor		Close	

Рис. 9-7. Установка температуры TCD на экране статуса прибора
(ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации)

ПРИМЕЧАНИЕ:

При нагреве TCD, независимо от того, включен мост или нет, поток газа-носителя должен быть подключен.

После того как прибор завершит самодиагностику, нажмите клавишу **【Det】** для входа в интерфейс детектора, и перейдите на страницу параметров TCD с помощью клавиши **【Next】** (Рис. 9-8).

Detector Parameters			
Detector2		TCD	
Params	Set	Actual	
BrdgSwitch	OFF	OFF	
BridgeTemp	120.0		°C
MakeupFlow	0.0	0.0	mL
Makeup Gas		N2	
Attenuation	●	1	
Baseline	●	◀▶	0.0
Polarity	●	Positive	

Рисунок 9-8. Экран параметров TCD

(внешний вид вашего прибора может отличаться в зависимости от конфигурации).

Температура моста: диапазон от 10°C до 300°C, с минимальным шагом 10°C. Подробности см. в разделе 9.2.2 (5).

Переключатель тока моста: может быть установлен на открытие или закрытие. Если прибор не обнаружил, что газ-носитель подключен, мост будет отключен. Это защитная мера для предотвращения повреждения детектора.

Ослабление сигнала: Доступны уровни ослабления сигнала 1, 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128.

Базовая линия: базовую линию можно отрегулировать с помощью клавиш **【◀】** и **【▶】**. Уровень базовой линии по умолчанию составляет 204.

Полярность: Выберите "Положительная" или "Отрицательная". Это опция определяет, будут ли пики на хроматограмме положительными или отрицательными.

Если для анализа используется капиллярная колонка, необходимо установить соответствующий поток газа поддувки, см. 9.2.2 (3) для подробностей.

Если расход газа поддувки не был сконфигурирован с помощью электронного регулирования давления (ЕРС), настройки газа поддувки не будут отображаться на этом экране.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Активируйте детектор перед использованием.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Температура моста также будет отличаться в зависимости от того, какой газ-носитель используется - водород или азот. Пожалуйста, выберите подходящий мост в соответствии с предыдущими экспериментами или проконсультируйтесь с экспертом.

9.2.4 Меры предосторожности.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Водород является легковоспламеняющимся и взрывоопасным газом, при использовании водорода в качестве газа-носителя, пожалуйста, обеспечьте надлежащую вентиляцию на выходе газа-носителя.

ВНИМАНИЕ:

Перед включением мостового переключателя убедитесь, что поток газа-носителя подключен и настроен. Также выберите подходящую температуру моста, чтобы слишком высокая температура моста не привела к повреждению филамента.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

TCD является количественным детектором, пожалуйста, убедитесь, что пневматическая система чистая.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Во избежание повреждения филамента старайтесь избегать анализа кислот, галогенированных соединений, окислительных и восстановительных соединений.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Пожалуйста, установите температуру TCD равной или выше температуры термостата колонки, чтобы предотвратить загрязнение детектора.

9.3. Детектор электронного захвата (ECD).

9.3.1 Принцип работы.

Детектор электронного захвата ECD является селективным и наиболее чувствительным из детекторов для количественного анализа.

После того как газ-носитель попадает в ячейку детектора, генерируется большое количество электронов в результате ионизации γ -излучением от источника излучения. В то же время, в цикле импульса анод собирает определенное количество электронов для формирования тока в соответствии с заданным эталонным значением тока.

Когда положительно заряженные соединения аналита попадают в ячейку детектора, они захватывают свободные электроны.

Детектор должен увеличивать частоту импульсов для поддержания постоянного тока. Частота импульсов преобразуется в электрический сигнал, который обрабатывается и собирается в хроматограмму. Хроматограмма подвергается дальнейшему анализу для получения данных о пробе (Рисунок 9-9).

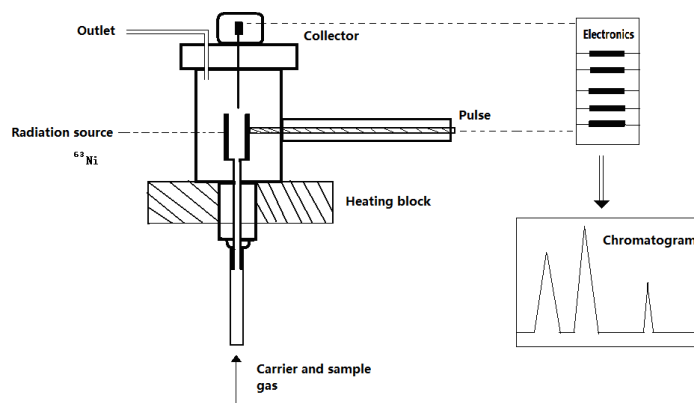


Рис. 9-9. Принципиальная схема работы ECD.

9.3.2. Руководство пользователя.

(1) Подключение электропитания.

Перед началом работы, пожалуйста, подключите сигнальные кабели: коллектора, поляризатора и выходного сигнала детектора ECD к соответствующим разъемам в соответствии с рисунком 9-10.

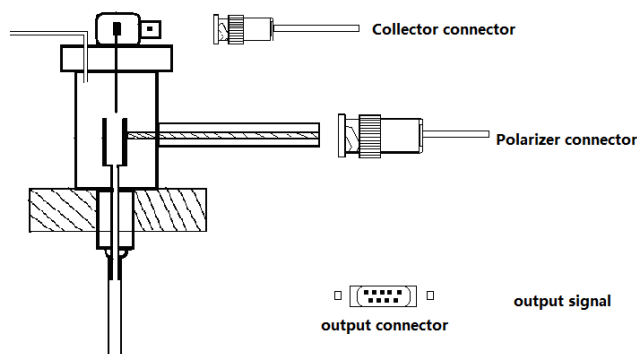


Рис. 9-10. Схема подключения ECD.

(2) Газ-носитель.

Для получения наилучших результатов анализа рекомендуется использовать газ-носитель чистотой 99,999% или более.

(3) Газ поддувки.

При использовании капиллярной колонки типичный расход газа поддувки составляет ~ 60 мл/мин. Отрегулируйте его в соответствии с вашими требованиями.

(4) Температура детектора.

Максимальная рабочая температура детектора составляет 350°C. Пожалуйста, установите температуру детектора в соответствии с требованиями вашей методики. При выключении прибора подождите, пока детектор и термостат колонки не охладятся до температуры ниже 50°C, прежде чем отключить питание и газ-носитель.

(5) Эталонный ток.

Диапазон эталонного тока составляет 0,01-9,99 нА. Увеличение эталонного тока приводит к повышению чувствительности детектора и одновременно к увеличению фоновому шуму. Оптимальным значением эталонного тока является то, при котором достигается наилучшее соотношение сигнал/шум. Пожалуйста, выберите подходящее значение эталонного тока для вашей методики или проконсультируйтесь со специалистом.

(6) Прогрев и работа детектора.

После того как прибор завершит самодиагностику, включите детектор. Установите расходы водорода и воздуха на соответствующие значения. На экране детектора (Рисунок 9-12) переместите курсор на "PulseSwitch" и нажмите **【OK】** для включения ECD. Затем дождитесь стабилизации базовой линии перед началом анализа.

9.3.3 Настройка параметров детектора.

Перед использованием ECD, пожалуйста, убедитесь, что ECD активирован в настройках параметров системы. Более подробные инструкции см. в разделе 5.2.6.

Нажмите **【Home】** для входа в главное меню. Выберите "7. Параметры системы".

Нажмите **【Set】**, затем с помощью **【▼】** или **【▲】** переместите курсор на "ECD".

Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для включения/выключения выбранного детектора.

«Включен» означает, что детектор активен. Нажмит **【Set】** еще раз, чтобы сохранить настройки. Если детектор выключен, параметры детектора не будут применены. Основные параметры ECD включают температуру, расход газа поддувки и эталонный ток. На экране статуса прибора можно установить параметр температуры ECD (Рисунок 9-11).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	40.0		°C
Inlet	0.0		°C
ECD	*240.0		°C
TCD	0.0		°C
FID	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Close	

Status: TCtrl 00:00:18			
Device	Set	Actual	
Oven	40.0	40.1	°C
Inlet	0.0	74.7	°C
ECD	240.0	22.8	°C
TCD	0.0	89.9	°C
FID	0.0	249.4	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	138.6	kPa
●CarA Flow	0.0	12.3	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	20.0	19.9	mL
Backdoor		Close	

Рис. 9-11. Установка температуры ECD на экране статуса прибора (ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации).

ПРИМЕЧАНИЕ:

Пока ECD нагревается, очень важно, чтобы через систему проходил газ-носитель. Эталонный ток устанавливается через интерфейс детектора ECD (рис. 9-12).

Detector Parameters			
Detector1 ECD			
Params	Set	Actual	
RefCurrent	0.40		nA
PulseSwth	OFF		
MakeupFlow	0.0		mL
Makeup Gas N2			
Baseline	● ◀ ▶	0.0	

Рис. 9-12. Экран параметров ECD.

После того, как прибор завершит самодиагностику, нажмите клавишу **【Det】** для входа в интерфейс детектора и перейдите на страницу параметров ECD с помощью клавиши **【Next】**. (Рис. 9-12).

Эталонный ток будет иметь значение по умолчанию при выходе с завода, которое может быть изменено в зависимости от требований вашей методики. Подробности см. в разделе 9.3.2 (5). "PulseSwth" может быть включен после того, как прибор перейдет в статус «Готов» и газ-носитель будет подключен и подан.

Базовая линия: уровень базовой линии может быть настроен с помощью клавиш **【◀】** и **【▶】**. Стандартный уровень базовой линии по умолчанию для ECD - 0.

Если вы решили использовать для анализа капиллярную колонку, необходимо установить соответствующее значение расхода газа поддувки. Подробности см. в разделе 9.3.2 (3).

Если расход газа поддувки не был сконфигурирован с помощью электронного регулирования давления (EPC), настройки газа поддувки не будут отображаться на экране ECD.

Примечание: Если ECD не использовался в течение длительного времени, выдержите детектор при высокой температуре перед началом работы. Мы рекомендуем выдержать детектор при температуре 300°C в течение ночи с установленной нормальной колонкой или пустой колонкой и потоком газа-носителя.

9.3.4. Меры предосторожности.

9.3.4.1. Меры предосторожности при эксплуатации.

1. Используйте газ чистотой 99,999% или выше.
2. Когда детектор ECD не используется, пожалуйста, загерметизируйте вход и выход газа или поддерживайте небольшой поток газа-носителя.
3. Максимальная температура ECD составляет 350°C. Не превышайте эту температуру.

9.3.4.2. Утечки в детекторе.

Если вы подозреваете, что в ECD происходит утечка газа, используйте расходомер с мыльным пузырьком, чтобы убедиться, что расход меньше, чем контролируемый расход при помощи электронного регулирования давления (ЕРС), или проверьте систему на наличие утечек.

Если в детекторе обнаружены утечки или вы не можете диагностировать проблему, пожалуйста, свяжитесь с производителем или местным представителем. Пожалуйста, не разбирайте детектор самостоятельно.

9.3.4.3. Безопасность и радиоактивность.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Пожалуйста, не прикасайтесь к любой части детектора, пока он находится при высокой температуре!

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

ECD оснащен источником излучения ^{63}Ni , который при прямом воздействии нанесет вред организму человека. Разборка детектора строго запрещена!

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Ячейка детектора ECD плотно закрыта для предотвращения утечки радиации. Принудительная разборка приведет к непоправимому повреждению корпуса ячейки и может уничтожить радиоактивный источник. При возникновении технических проблем с детектором, пожалуйста, свяжитесь с производителем или отправьте обратно производителю для ремонта.

ВНИМАНИЕ:

Пожалуйста, сохраните карточку с кодом радиоактивного источника. Когда срок службы детектора ECD подходит к концу, пожалуйста, не утилизируйте его сразу. Обратитесь в местный отдел охраны окружающей среды для утилизации или проконсультируйтесь с производителем для получения инструкций по утилизации.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Выходящие из детектора ECD газы должны отводиться на улицу. Выход газов должен находиться выше окон вашего помещения.

9.4. Пламенно-фотометрический детектор (FPD).

9.4.1 Принцип работы.

Пламенно-фотометрический детектор (FPD) - это специализированный детектор с высокой чувствительностью и высокой селективностью. Детектор также имеет нелинейный отклик на

серу. Он в основном используется для соединений, содержащих серу и фосфор, особенно для обнаружения следов соединений серы.

Воздух (газ-окислитель) и водород (горючий газ) образуют богатое водородом пламя в сопле и используются для сжигания анализируемых соединений в газе-носителе. При сгорании органических соединений, содержащих серу и фосфор, образуются молекулы в возбужденном состоянии. Когда возбужденные молекулы возвращаются в основное состояние, они испускают свет определенной длины волны. С помощью фильтров с длиной волны 394 нм (сера) или 526 нм (фосфор) свет попадает в фотоэлектронный умножитель (ФЭУ). Световой сигнал преобразуется в электрический ток с помощью фотоэлектронного умножителя. Затем он усиливается и преобразуется в хроматограмму. Хроматограмма далее анализируется для получения данных о пробе (рис. 9-13).

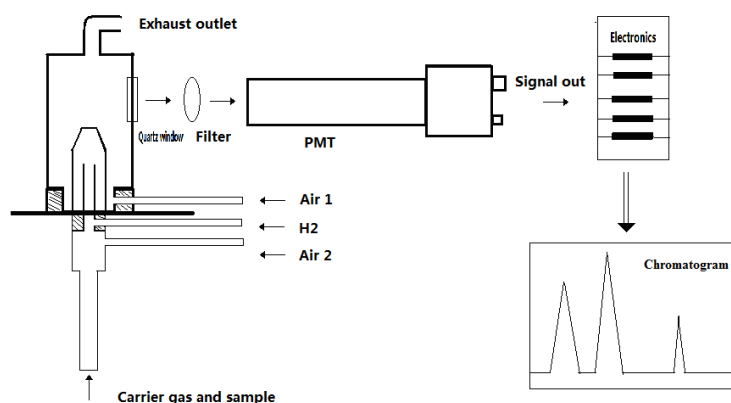


Рис. 9-13. Принципиальная схема работы FPD.

9.4.2. Руководство пользователя.

(1) Подключение электропитания.

Перед началом работы, пожалуйста, подключите кабели поджига, сигнала PMT, PMT HV и выходного сигнала FPD к соответствующим разъемам в соответствии с рисунком 9-14.

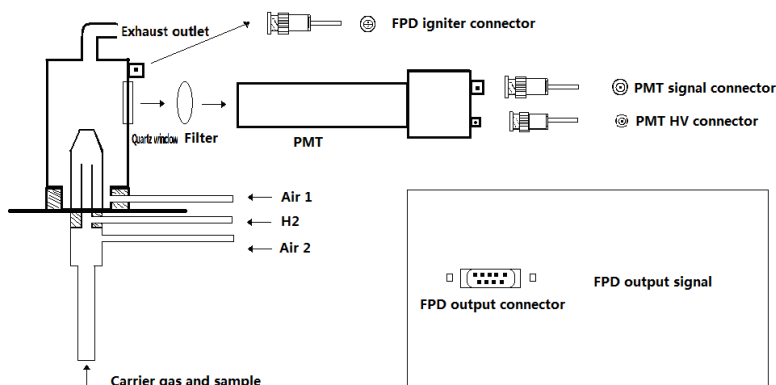


Рис. 9-14. Схема подключения FPD.

(2) Водород и воздух.

Установите поток водорода на 140-160 мл/мин. Источник водорода должен иметь чистоту не менее 99,999%.

FPD имеет две горелки, но обычно используется только одна. Воздух 2 (рис. 9-14) обычно перекрыт. Расход воздуха 1 (рис. 9-14) обычно устанавливается на 160-200 мл/мин. Источник

воздуха не должен содержать пыли, углеводородов, влаги или коррозионных веществ, которые влияют на работу прибора.

(3) Газ-носитель.

Для получения наилучших результатов анализа рекомендуется использовать газ-носитель чистотой 99,999% или выше. Поток газа-носителя должен быть установлен в соответствии с требованиями вашей методики.

(4) Газ поддувки.

Расход газа поддувки следует отрегулировать в соответствии с требованиями вашей методики.

(5) Температура детектора.

Максимальная рабочая температура детектора составляет 250°C. Пожалуйста, установите температуру детектора в соответствии с требованиями вашей методики. Как правило, температура детектора не должна быть ниже 120°C, так как низкие температуры вызывают конденсацию паров, образующихся при сгорании. Чрезмерно высокая температура снижает производительность детектора и сокращает срок службы фотоэлектронного умножителя. Пожалуйста, обратите внимание на температуру фотоэлектронного умножителя.

При выключении прибора сначала отключите РМТ. Затем отключите потоки водорода и воздуха и подождите, пока детектор и термостат колонки не охладятся до температуры ниже 50°C, прежде чем отключить питание и газ-носитель.

(6) Тип фильтра.

При анализе серы установите синий фильтр. При анализе фосфора установите желтый фильтр.

Избегайте царапин и прикосновений к поверхности фильтра.

(7) Прогрев и работа детектора.

После того как прибор завершит самодиагностику, включите детектор. Установите водород и поток воздуха на соответствующие значения. На экране детектора (Рисунок 9-17) переместите курсор на "Ignite" и нажмите **【ОК】** для поджига. Чтобы проверить успешность поджига, поместите гладкую пластину на выходе и посмотрите, конденсируется ли водяной пар.

Включите напряжение РМТ. Отрегулируйте чувствительность детектора (высокая, средняя, низкая), ослабление и уровень базовой линии до соответствующих значений. Затем дождитесь стабилизации базовой линии перед началом анализа.

(8) Замена фильтров.

При использовании FPD для анализа серы (S) и фосфора (P) используются разные фильтры. Вам нужно будет менять фильтры в зависимости от фактической методики.

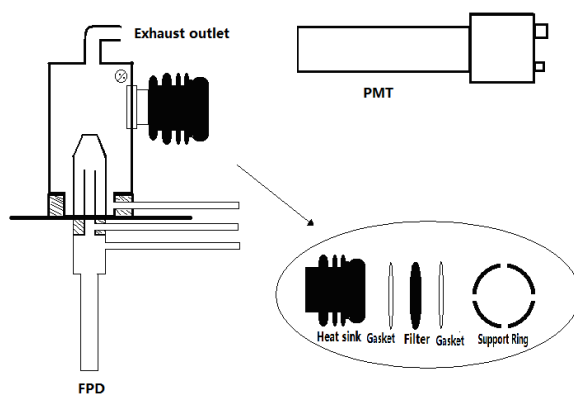


Рис. 9-15. Замена фильтров FPD.

При замене фильтра следует снизить температуру детектора до комнатной. Сначала извлеките фотоумножитель из детектора. Затем выньте опорное кольцо, резиновую прокладку и фильтр (рис. 9-15). Если вам нужно проанализировать серу, используйте фильтр 394 нм (синий фильтр). Если вам нужно анализировать фосфор, используйте фильтр 526 нм (желтый фильтр).

ОПАСНО:

В фотоэлектронном умножителе используется высокое напряжение.

ОПАСНО:

Не отсоединяйте кабели детектора при включенном приборе.

ОПАСНО:

Не прикасайтесь к детектору, если он находится при высокой температуре.

9.4.3 Настройка параметров детектора.

Перед использованием FPD, пожалуйста, убедитесь, что FPD активирован в настройках параметров системы. Более подробные инструкции см. в разделе 5.2.6.

Нажмите **【Home】** для входа в главное меню. Выберите "7. Параметры системы".

Нажмите **【Set】**, затем с помощью **【▼】** или **【▲】** переместите курсор на "FPD".

Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для включения/выключения выбранного детектора. ВКЛ означает, что детектор активен. Нажмите **【Set】** еще раз, чтобы сохранить настройки. Если детектор выключен, параметры детектора не будут применены.

Основные параметры FPD включают температуру, расход водорода, расход воздуха, расход газа поддувки, переключение HV, ослабление сигнала и чувствительность. На экране статуса прибора можно установить параметр температуры FPD (Рисунок 9-16).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	40.0		°C
Inlet	0.0		°C
ECD	0.0		°C
FPD	210.0		°C
FID	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Close	

Status: TCtrl 00:00:17			
Device	Set	Actual	
Oven	40.0	40.1	°C
Inlet	0.0	72.9	°C
ECD	0.0	22.8	°C
FPD	210.0	86.2	°C
FID	0.0	240.3	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	138.6	kPa
●CarA Flow	0.0	12.3	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	20.0	19.9	mL
Backdoor		Close	

Рис.9-16. Установка температуры FPD с экрана статуса прибора
(ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации).

ПРИМЕЧАНИЕ:

Пока FPD нагревается, очень важно, чтобы газ-носитель проходил через систему. После того, как прибор завершит самодиагностику, нажмите клавишу **【 Det 】** для входа в интерфейс детектора и перейдите на страницу параметров FPD с помощью клавиши **【Next】** (Рис. 9-17).

Detector Parameters			
Detector2 FPD			
Params	Set	Actual	
H2 Flow	0.0		mL
Air Flow	0.0		mL
MakeupFlow	0.0		mL
HV Switch	OFF		
Ignite	OFF	OFF	
Makeup Gas		N2	
Attenuation	● 1		
Baseline	● ◀▶	0.0	
Sensitivity	● Mid		
Polarity	● Positive		

Рис.9-17. Экран параметров FPD
(ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации).

Если ваш прибор оснащен электронным регулятором давления ЕРС, вы можете установить расходы водорода, расход воздуха 1, расход воздуха 2 (обычно отображается только один расход воздуха, см. раздел 9.4.2 (2)) и расход газа поддувки на этом экране. Подходящие значения расходов см. в разделе 9.1.2 (2) и (3). Если прибор не оснащен ЕРС, обратитесь к калибровочным таблицам расходов водорода и воздуха, поставляемым с прибором. Если электронный регулятор давления (ЕРС) прибора не настроен на контроль расходов водорода, воздуха и газа поддувки, на экране FPD не будут отображаться параметры для этих потоков.

Ослабление сигнала: 1, 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128 - доступные уровни ослабления сигнала.

Чувствительность: "Высокая", "Средняя", "Низкая". Разница в чувствительности двух соседних уровней составляет десять крат.

Базовая линия: уровень базовой линии может быть отрегулирован с помощью клавиш **【◀】** и **【▶】**.

Полярность: Выберите "Положительная" или "Отрицательная". Этот параметр определит, будут ли пики на хроматограмме положительными или отрицательными.

Поджиг: После установки соответствующего расхода водорода и воздуха, убедитесь, что прибор находится в статусе «Готов», затем переместите курсор на "Поджиг". Нажмите клавишу **【OK】**, чтобы поджечь детектор.

Переключатель ВН: Переместите курсор на "HV Switch" и используйте клавиши **【◀】** и **【▶】** для включения или выключения PMT HV.

ВНИМАНИЕ:

При поджиге детектора, пожалуйста, установите "Чувствительность" на "Низкую".

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

При поджиге детектора не включайте PMT. Установите "HV Switch" в положение "OFF".

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Пожалуйста, поджигайте детектор только тогда, когда температура FPD выше 120°C.

9.4.4. Меры предосторожности.

ОПАСНО:

В фотоэлектронном умножителе используется высокое напряжение.

ОПАСНО:

Не отсоединяйте кабели детектора при включенном приборе.

ОПАСНО:

Не прикасайтесь к детектору, если он находится при высокой температуре.

ОПАСНО:

Водород является взрывоопасным газом, пожалуйста, отключайте водород, когда он не используется.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не разбирайте детектор самостоятельно.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Пожалуйста, установите температуру FPD равной или выше температуры термостата колонки, чтобы предотвратить загрязнения детектора.

9.5. Азотно-фосфорный детектор (NPD).

9.5.1. Принцип работы.

Азотно-фосфорный детектор (NPD) - это специализированный селективный детектор для количественного анализа. В целом, величина его отклика пропорциональна скорости потока атомов азота и фосфора. NPD является наиболее чувствительным детектором для азот- и фосфорсодержащих соединений.

Воздух (газ-окислитель) и небольшое количество водорода (горючий газ) сгорают на поверхности электрически заряженного шарика из рубидия (Rb). Анализируемые соединения поступают в детектор вместе с газом-носителем. Некоторые соединения реагируют на

поверхности шарика, сгорают и образуют отрицательные ионы, что порождает ток на коллекторном электроде. Ток усиливается и преобразуется в хроматограмму. Хроматограмма далее анализируется для получения данных о пробе (рис. 9-18).

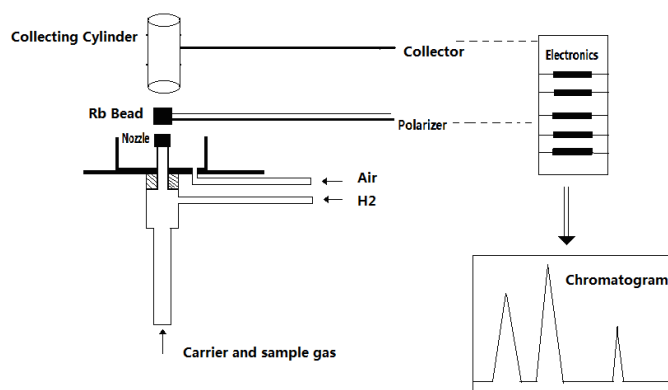


Рис. 9-18. Принципиальная схема работы NPD.

9.5.2. Руководство пользователя.

(1) Подключение электропитания.

Перед началом работы, пожалуйста, подключите кабели коллектора, шарика из Rb и выходного сигнала NPD к соответствующим разъемам в соответствии с рисунком 9-19.

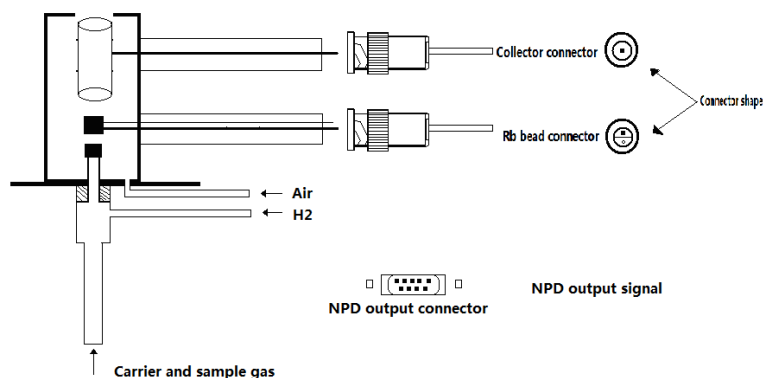


Рис.9-19. Схема подключения NPD.

(2) Водород и воздух.

Установите расход водорода около 3-5 мл/мин. Используйте водород с чистотой 99,999% или выше.

Пожалуйста, установите расход водорода на минимально возможный уровень, который обеспечит чувствительность и другие требования к анализу в вашей методике. Использование низкого расхода водорода продлит срок службы рубидиевых шариков.

Установите расход воздуха на ~ 200 мл/мин. Источник воздуха не может содержать пыль, углеводороды, влагу или коррозионные вещества, которые повлияют на работу прибора.

(3) Газ-носитель.

При анализе стандартных образцов азобензола и малатиона расход газа-носителя (азота) обычно составляет ~ 30 мл/мин (насадочная колонка). Отрегулируйте этот параметр в

соответствии с вашими требованиями. Чистота газа-носителя должна составлять 99,999% или выше.

(4) Газ поддувки.

Если для анализа используется капиллярная колонка, расход газа поддувки должен быть отрегулирован в соответствии с вашими требованиями.

(5) Температура детектора.

Максимальная рабочая температура детектора составляет 400°C. Стандартная температура составляет 230°C. Пожалуйста, установите температуру детектора в соответствии с требованиями вашей методики.

При выключении прибора установите ток шарика из Rb на 0.00A, отключите питание, перекройте потоки водорода и воздуха и подождите, пока детектор и термостат колонки не охладятся до температуры ниже 50°C, прежде чем отключать питание и газ-носитель.

(6) Прогрев и работа детектора.

После завершения самодиагностики прибора включите детектор. Установите расходы водорода и воздуха на соответствующие значения. Включите ток Rb-шарика и медленно увеличьте его до 2,5 А. Наблюдайте за уровнем базовой линии, он должен расти с увеличением тока. Отрегулируйте чувствительность детектора (высокая, средняя, низкая), ослабление сигнала и уровень базовой линии до соответствующих значений. Затем дождитесь стабилизации базовой линии перед началом анализа.

9.5.3. Настройка параметров детектора.

Перед использованием NPD, пожалуйста, убедитесь, что NPD активирован в настройках параметров системы. Более подробные инструкции см. в разделе 5.2.6.

Нажмите **【Home】** для входа в главное меню. Выберите "7. Параметры системы".

Нажмите **【Set】**, затем с помощью **【▼】** или **【▲】** переместите курсор на "NPD".

Используйте клавиши **【◀】** или **【▶】** для включения/выключения выбранного детектора.

«ON» означает, что детектор активен. Нажмите **【Set】** еще раз, чтобы сохранить настройки.

Если детектор выключен, параметры детектора не будут применены.

Основные параметры NPD включают температуру, расход водорода, расход воздуха, расход газа поддувки, ток рубидиевого шарика и другие.

Установка температуры.

На экране статуса прибора можно установить значение температуры NPD (Рисунок 9-20).

Status: Reset 00:00:00			
Device	Set	Actual	
Oven	40.0		°C
Inlet	0.0		°C
ECD	0.0		°C
NPD	230.0		°C
FID	0.0		°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0		kPa
●CarA Flow	0.0		mL
SplitA Flow	0.0		mL
●CarB Flow	0.0		mL
Backdoor		Close	

Status: TCtrl 00:00:19			
Device	Set	Actual	
Oven	40.0	40.1	°C
Inlet	0.0	70.6	°C
ECD	0.0	22.8	°C
NPD	230.0	98.2	°C
FID	0.0	247.2	°C
Max Temp	300.0		°C
○CarA Pres	0.0	138.6	kPa
●CarA Flow	0.0	12.3	mL
SplitA Flow	0.0	0.0	mL
●CarB Flow	20.0	20.0	mL
Backdoor		Close	

Рис. 9-20. Установка температуры NPD с экрана статуса прибора (ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации).

ПРИМЕЧАНИЕ:

Если при нагреве NPD устанавливается капиллярная колонка, очень важно, чтобы присутствовал поток газа-носителя.

Установка параметров детектора.

После того как прибор завершит самодиагностику, нажмите клавишу **【 Det 】** для входа в интерфейс детектора и перейдите на страницу параметров NPD, используя клавишу **【 Next 】** (рис. 9-21).

Если ваш прибор оснащен электронным регулятором давления ЕРС, вы можете настроить расходы водорода, воздуха и газа поддувки с этого экрана. Подходящие значения расходов см. в разделе 9.5.2 (2) и (3). Если прибор не оснащен ЕРС, обратитесь к калибровочным таблицам расходов водорода и воздуха, поставляемым вместе с прибором.

Если электронный регулятор давления (ЕРС) прибора не настроен на контроль расходов водорода, воздуха и газа поддувки, на экране NPD не будут отображаться параметры для этих потоков.

Ослабление: Доступны уровни ослабления сигнала 1, 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128.

Чувствительность: "Высокая", "Средняя", "Низкая". Разница в чувствительности двух соседних уровней составляет десять крат.

Базовая линия: сигнал базовой линии может быть отрегулирован с помощью клавиш **【 ◀ 】** и **【 ▶ 】**.

Полярность: Выберите "Положительная" или "Отрицательная". Этот параметр задает, будут ли пики на хроматограмме положительными или отрицательными.

Поджиг детектора: После установки соответствующих расходов водорода и воздуха убедитесь, что прибор находится в статусе «Готов», затем переместите курсор на "Ignite". Нажмите клавишу **【 OK 】**, чтобы поджечь детектор.

(Ток рубидиевого шарика): Установите ток рубидиевого шарика, необходимый для анализа.

Detector Parameters			
Detector2		NPD	
Params	Set	Actual	
H2 Flow	0.0		mL
Air Flow	0.0		mL
MakeupFlow	0.0		mL
Current	0.0		A
Ignite	OFF	OFF	
Makeup Gas	N2		
Attenuation	● 1		
Baseline	● ◀▶	0.0	
Sensitivity	● High		
Polarity	● Positive		

Рис. 9-21. Экран параметров NPD

(ваш прибор может выглядеть иначе в зависимости от конфигурации).

Установка тока рубидиевого шарика.

После выбора подходящего расхода водорода и воздуха, переместите курсор на "Ignite " и нажмите **【 OK 】**, чтобы включить ток рубидиевого шарика. Необходимый ток рубидиевого шарика может быть установлен через интерфейс NPD. Обратитесь к пункту (6) раздела 9.5.2 «прогрев и эксплуатация детектора».

ПРИМЕЧАНИЕ:

Старайтесь избегать попадания в детектор большого количества электроотрицательных соединений. Также избегайте использования цианофиксатора.

ПРИМЕЧАНИЕ:

Чувствительность рубидиевого шарика уменьшается со временем. Не используйте NPD при высоких значениях тока в течение длительного времени. Чтобы продлить срок службы рубидиевого шарика, отключите электропитание рубидиевого шарика, когда не используете NPD для анализа.

9.5.4. Меры предосторожности.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не подключайте и не отключайте кабели детектора при включенном приборе. Не прикасайтесь к детектору, когда он находится при высокой температуре.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Водород является взрывоопасным газом. Пожалуйста, отключайте водород, когда он не используется.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Не разбирайте детектор без профессиональной помощи.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Пожалуйста, установите температуру NPD равной или выше температуры термостата колонки, чтобы предотвратить загрязнение детектора.

10. Обслуживание приборов и устранение неисправностей.

10.1. Обслуживание прибора.

10.1.1. Вход в колонку.

10.1.1.1. Вход в насадочную колонку.

Этот вход используется для насадочных колонок. Обратите внимание на следующие вопросы во время анализа и эксплуатации.

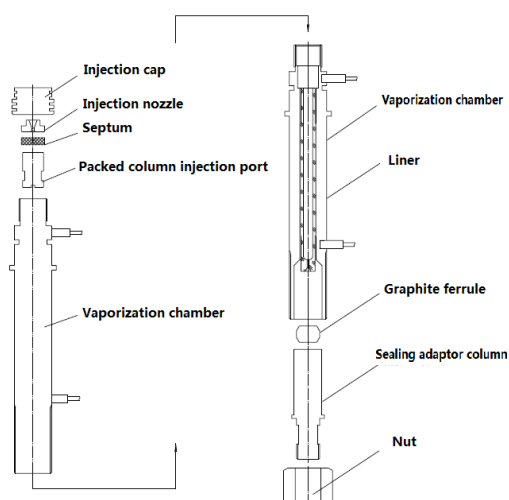


Рис. 10-1. Вход в насадочную колонку.

1. При установке и снятии уплотнительного адаптера обратите внимание на соединение между уплотнительным адаптером, графитовой феррулой и лайнером. Проверьте соединения на герметичность.
2. Если образец сложный или содержит соединения с высокой температурой кипения, пожалуйста, набейте лайнер стекловатой, чтобы минимизировать загрязнение колонки.
3. Регулярно заменяйте септу для предотвращения загрязнения и утечек. При установке септы не затягивайте гайку слишком сильно.
4. Со временем частицы септы могут скапливаться в инжекторе. Пожалуйста, регулярно очищайте его.

10.1.1.2. Ввод пробы с делением/без деления потока.

Ввод пробы с делением/без деления потока в основном используется для капиллярной колонки. Обратите внимание на следующие вопросы во время анализа и эксплуатации.

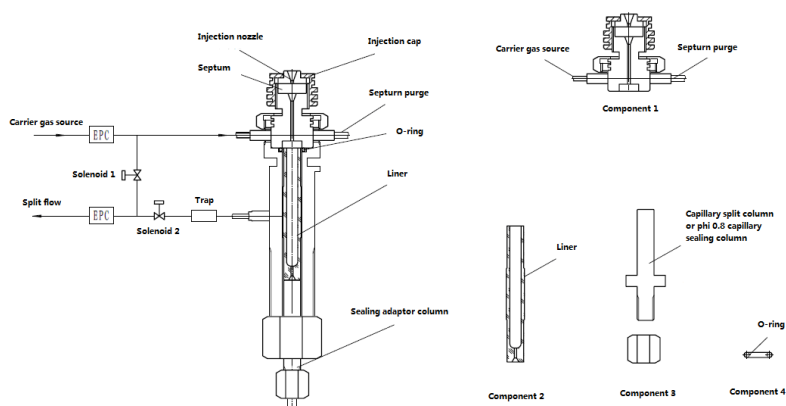


Рис. 10-2. Ввод пробы с делением/без деления потока.

1. При установке и снятии уплотнительного адаптера или лайнера обратите внимание на соединение между уплотнительным адаптером, латунной феррулой и испарителем. Проверьте соединения на герметичность.
2. После установки уплотнительного кольца на верхний конец лайнера, поместите лайнер в испаритель. Уплотнительное кольцо изготовлено из термостойкого полиимидного материала. Не заменяйте его уплотнительным кольцом из других материалов (см. 7.3.3).
3. Регулярно очищайте и заменяйте лайнер. Если образец сложный или содержит соединения с высокой температурой кипения, пожалуйста, набейте лайнер стекловатой, чтобы минимизировать загрязнение колонки.
4. Регулярно заменяйте септу для предотвращения загрязнения и утечек. При установке септы не затягивайте гайку слишком сильно.
5. При анализе некоторых образцов с высокой температурой кипения в режиме с делением/без деления потока, при вводе пробы, часть пробы будет выходить из системы через выход деления потока. Это может привести к засорению ЕРС или трубки. Установите влагоуловитель и регулярно заменяйте его по мере необходимости (см. 7.3.4).

10.1.2. Термостат колонки / колонка.

1. При использовании колонки, пожалуйста, убедитесь, что газ-носитель имеет высокую чистоту, чтобы избежать попадания большого количества кислорода в колонку.
2. Не устанавливайте температуру термостата колонки выше максимальной температуры для используемой колонки.
3. Не допускайте попадания в колонку нелетучих веществ.
4. Проводите регулярное старение часто используемых колонок (см. главу 3).

5. Если капиллярная колонка загрязнена, старите ее при высоких температурах или отрежьте концы колонки.

10.1.3. Детектор.

10.1.3.1. Детектор по теплопроводности (TCD).

1. TCD и система газа-носителя должны быть полностью герметичны для поддержания стабильности базовой линии и предотвращения диффузии кислорода в TCD.
2. Не включайте ток моста (нагрев моста), если газ-носитель не проходит через детектор. Не отключайте газ-носитель, если температура ячейки детектора выше 100°C.
3. Избегайте анализа кислот, галогенированных соединений, окислительных и восстановительных соединений, чтобы предотвратить коррозию филамента.
4. Избегайте высококипящих соединений, образующих конденсат в детекторе или трубках. Это сильно повлияет на работу детектора.
5. При проведении анализа выберите соответствующую температуру моста. Во избежании перегорания филамента не устанавливайте слишком высокую температуру моста.

10.1.3.2. Пламенно-ионизационный детектор (FID).

1. При использовании FID обратите пристальное внимание на утечку водорода.
2. Пожалуйста, поджигайте FID только при температуре 120°C или выше, чтобы избежать конденсации водяных паров.
3. Длительное использование FID приведет к образованию углеродных отложений на поверхности сопла. Очистите сопло, если это произойдет.
4. Вставляя выходной конец капиллярной колонки в FID, будьте внимательны, чтобы не вставить его мимо отверстия.

10.1.3.3. Детектор электронного захвата (ECD).

1. ECD содержит радиоактивный источник. Чтобы предотвратить загрязнение окружающей среды в помещении, рекомендуется отводить газ-носитель на улицу.
2. ECD является высокочувствительным детектором. Используйте септу с низким выделением веществ. Очистите и прогрейте ее перед анализом.
3. ECD является высокочувствительным детектором. Пожалуйста, используйте газ-носитель с чистотой 99,999% или выше. Также используйте металлические трубки и устройство для очистки газа.
4. Трубки пневматической системы прибора должны регулярно проверяться на наличие утечек. Избегайте загрязнения кислородом и водяными парами.
5. Если ECD не используется в течение короткого времени, рекомендуется поддерживать небольшой расход газа поддувки около 5 мл/мин. Если прибор не используется в течение длительного времени, пожалуйста, заблокируйте вход и выход газа-носителя, чтобы сохранить герметичность детектора.
6. Пожалуйста, избегайте использования в качестве растворителя сильных электроотрицательных химических веществ, таких как четыреххлористый углерод и хлороформ.
7. При обжиге колонок, пожалуйста, не подключайте выходной конец колонки к ECD во избежание загрязнения поверхности радиоактивного источника.

10.1.3.4. Пламенно-фотометрический детектор (FPD).

1. Когда FPD находится при температуре 120°C или ниже, пожалуйста, отключите водород, чтобы предотвратить конденсацию водяного пара.
2. Не включайте высокое напряжение РМТ детектора во время поджига. Отключите высокое напряжение РМТ перед выключением детектора.
3. Регулярно очищайте сопло для удаления загрязняющих отложений. Не разбирайте сопло, это может привести к утечкам.
4. В течение длительного периода использования кварцевое окошко может накапливать загрязнения, которые будут влиять на светопропускание. Пожалуйста, обратитесь за помощью к сервисному инженеру.
5. При замене и установке фильтра, пожалуйста, не царапайте его поверхность.
6. Не снимайте РМТ без необходимости. Если возникли проблемы, обратитесь к сервисному инженеру.

10.1.3.5. Азотно-фосфорный детектор (NPD).

1. При включении детектора, после подачи тока на рубидиевый шарик, постепенно увеличивайте ток до установленного значения. Не увеличивайте значение тока быстро. При выключении детектора, пожалуйста, установите ток рубидиевого шарика на 0,00, а затем выключите питание.
2. При работе с детектором не отключайте поток водорода, чтобы продлить срок службы детектора.
3. Установите значение тока рубидиевого шарика достаточно высоким, чтобы детектор работал нормально. Не устанавливайте слишком высокое значение.
4. Не допускайте попадания в детектор большого количества электроотрицательных соединений, так как это может привести к снижению чувствительности детектора.
5. Избегайте использования колонок, содержащих цианофиксаторы.
6. Если детектор не используется, пожалуйста, отключите ток рубидиевого шарика, чтобы продлить срок его службы.

10.1.4. Пневматическая система и управление расходами газов.

1. Убедитесь, что газовые баллоны и газовые магистрали не имеют утечек. Также следите за их чистотой и отсутствием загрязнений.
2. Пневматическая система должна регулярно проверяться на наличие утечек из-за деградации уплотнений с течением времени.
3. Не устанавливайте и не демонтируйте трубки и фитинги слишком часто, чтобы предотвратить износ, который приводит к утечкам. Проверяйте фитинги и соединения на наличие утечек.
4. Чем выше чувствительность анализа, тем выше требования к чистоте газа. В целом, допустимо использование газа с чистотой 99,99%. Рекомендуется газ с чистотой 99,999%.
5. В зависимости от источника газа, требований к анализу и используемого детектора, пневматическая система может потребовать установки раскислителя (особенно при работе ECD), а также устройств для удаления воды, органических соединений, пыли и т.д.

6. При использовании прибора, пожалуйста, не устанавливайте давление выше максимального диапазона манометра.

7. Для детекторов TCD и ECD важно не закрывать выходное отверстие.

10.2. Поиск и устранение неисправностей прибора.

10.2.1. Вход в колонку.

Проблема	Возможные причины	Решение проблемы
Уменьшение площади пиков.	1. Септа негерметична или крышка инжектора слишком тугая. 2. Коэффициент деления потока увеличен.	1. Замените септу или ослабьте крышку инжектора. 2. Измерьте и проверьте коэффициент деления потока, повторно откалибруйте ЕРС.
Времена удерживания увеличиваются.	1. Негерметичность септы или слишком свободная крышка инжектора. 2. Уплотнительный адаптер колонки не затянут и не закреплен.	1. Установите на место септу или затяните крышку инжектора. 2. Затяните гайку уплотнительной колонки и проверьте на герметичность.
Расход газа через колонку/ коэффициент деления потока неправильные.	Параметры капиллярной колонки неправильные.	Измените параметры капиллярной колонки.
Разделенный поток не может достичь своего заданного значения.	Трубка деления потока или ловушка засорились.	Очистите трубку деления потока или ловушку.
Разделенный поток имеет большие колебания.	Коэффициент деления потока выходит за пределы диапазона прибора.	Уменьшите коэффициент деления потока.
"Ошибка 11"	Значения давления или расхода не могут контролироваться при помощи ЕРС.	1. Проверьте фактические значения давления на входе и расхода. 2. Проверьте правильность введенных размеров колонки в интерфейсе параметров "вход в колонку".

10.2.2. Управление температурой.

Проблема	Возможные причины	Решение проблемы
Температура не может достичь заданного значения.	Установлена слишком высокая температура, превышающая температурный предел аппаратной защиты от перегрева.	Уменьшите значение температуры.
Нагрев отсутствует.	Переключатель управления температурой находится в положении "OFF".	Включите управление температурой на экране "Temp Ctrl Parameters".
Нагрев отсутствует, а отображаемое значение температуры превышает 400°C.	Терморезистор неисправен.	Измерьте сопротивление терморезистора.
"Ошибка 20".	Модуль управления температурой прибора не прошел самодиагностику.	1. Отключите питание прибора. 2. Проверьте соединение кабеля данных между главной платой управления и платой управления температурой. 3. Свяжитесь с сервисным инженером.

10.2.3. Газовый контур и управление расходом.

Проблема	Возможные причины	Решение проблемы
Регулятор давления показывает нулевое давление.	1. Соответствующий газовый баллон или источник газа не был включен, или источник газа был полностью израсходован. 2. Регулятор давления не включен.	1. Включите газовый баллон или источник газа, или замените источник газа на новый. 2. Откройте таблицу парциального давления и найдите необходимое значение давления.
Прибор или программное обеспечение показывают отсутствие потока.	1. Отсутствие газа-носителя. 2. Трубки засорены. 3. ЕРС не может пройти самодиагностику из-за неисправности.	1. Включите баллон с газом-носителем. 2. Поэтапно протестируйте трубку и определите причину засора. 3. Перегрузите прибор, чтобы определить, прошел ли ЕРС самодиагностику. Обратитесь в сервисную службу, если ЕРС неисправен.
Уровень базовой линии регулярно колеблется.	Поток газа-носителя колеблется.	Замените регулирующий клапан.
Расход газа постепенно уменьшается.	1. Давление источника газа недостаточное. 2. ЕРС перегрелся.	1. Замените источник газа. 2. Измерьте температуру окружающей среды. Убедитесь что ЕРС работает в подходящих условиях.

10.2.4. Детектор по теплопроводности (TCD).

Проблема	Возможные причины	Решение проблемы
Отсутствие пика.	1. Отсутствие газа-носителя. 2. Источник питания TCD не включен или отсутствует ток моста.	1. Включите газ-носитель и проверьте газовые трубки. 2. Включите питание и включите переключатель моста.
Время удерживания нормальное, но чувствительность низкая.	1. Слишком узкий диапазон чувствительности или слишком большое ослабление сигнала. 2. Количество вводимого образца недостаточно для анализа. 3. Температура моста слишком низкая.	1. Выберите правильное значение чувствительности и отрегулируйте ослабление сигнала. 2. Проверьте давление на входе и расход. 3. Увеличьте температуру моста.
Базовая линия дрейфует при постоянной температуре термостата.	1. Компоненты внутри TCD загрязнены. 2. Схема управления детектором имеет неисправности. 3. Расход газа-носителя не соответствует требованиям.	1. Проверьте сопротивление моста и при необходимости замените компоненты. Обратитесь в сервисную службу. 2. Проверьте компоненты цепи управления. Обратитесь в сервисную службу. 3. Проверьте давление газа-носителя. Расход должен быть стабильным для обеспечения нормальной работы прибора.
Уровень базовой линии постоянно колеблется.	1. Низкая точность контроля температуры. 2. Нагревательный элемент модуля неисправен. 3. Слишком низкое давление газа-носителя.	1. Проверьте компоненты системы управления температурой. 2. Замените нагревательный элемент. 3. Замените источник газа-носителя или увеличьте давление газа-носителя.

Базовая линия дрейфует в одном направлении.	1. Температура нестабильна. 2. Расход газа-носителя не сбалансирован. Имеется утечка ниже по направлению потока от колонки. 3. Компоненты TCD или схема управления неисправны.	1. Дайте прибору стабилизироваться после изменения заданной температуры. 2. Отрегулируйте контрольный расход. Найдите утечку и устраните ее. 3. Проверьте сопротивление моста и при необходимости замените компоненты. Проверьте компоненты цепи управления. Обратитесь в сервисную службу.
Неправильные острые пики возникают через непостоянные интервалы.	Инородное тело на выходе из TCD.	Удалите инородное тело из выходного отверстия TCD.
TCD не может быть обнулен.	1. В канале А большой расход газа. 2. Сигнал может быть изменен, но не может достичь нуля.	1. Неисправны компоненты TCD. Замените компоненты. Связь между выходным сигналом и рабочей станцией ненадежна. 2. В системе имеется утечка. Неисправен источник питания TCD. Компоненты устарели или загрязнены, пожалуйста, замените компоненты.

10.2.5. Пламенно-ионизационный детектор (FID).

Проблема	Возможные причины	Решение проблемы
Отсутствие пиков.	1. Отсутствует поток газа-носителя. 2. Пламя FID погасло. 3. Неисправен коллектор FID или электрод поляризатора.	1. Подсоедините и проверьте систему подачи газа. 2. Зажгите пламя и проверьте потоки водорода и воздуха. 3. Проверьте проводку и подключение коллектора и поляризатора.
Время удерживания нормальное, но чувствительность низкая.	1. Слишком узкий диапазон чувствительности или слишком большое ослабление сигнала. 2. Количество вводимого образца недостаточное. 3. Расходы водорода или воздуха не достаточные. 4. Питание поляризатора подключено к соплу или отсутствует напряжение на поляризаторе. 5. Сопло горелки засорено.	1. Выберите правильную чувствительность и отрегулируйте ослабление сигнала. 2. Проверьте давление на входе и расход. 3. Отрегулируйте расход и выберите оптимальный расход. 4. Проверьте напряжение на поляризаторе. 5. Очистите или замените сопло.
Дрейф базовой линии при постоянной температуре термостата.	1. Плохое заземление. 2. Неисправна схема управления детектором. 3. Расход газа-носителя не соответствует требованиям.	1. Проверьте подключение заземления прибора. 2. Проверьте электронные компоненты схемы управления. 3. Проверьте давление газа-носителя. Расход должен быть стабильным для обеспечения нормальной работы прибора.
Уровень базовой линии постоянно колеблется.	1. Низкая точность поддержания температуры. 2. Неисправен нагревательный элемент модуля.	1. Проверьте компоненты системы управления температурой. 2. Замените нагревательный элемент.

	3. Слишком низкое давление газа-носителя.	3. Замените источник газа-носителя или увеличьте давление газа-носителя.
--	---	--

Базовая линия дрейфует в одном направлении.	1. Нестабильный режим поддержания температуры. 2. Алюминиевая прокладка детектора или феррула сопла имеет утечку.	1. Дайте прибору стабилизироваться после изменения заданной температуры. 2. Замените прокладку или феррулу сопла.
Неправильные острые пики возникают через непостоянные интервалы.	В пламени сгорают частицы пыли.	Убедитесь в отсутствии пыли в детекторе и держите детектор чистым.
Выходной сигнал зашумлен при минимальном уровне чувствительности.	1. Цилиндр детектора закреплен ненадлежащим образом. 2. Утечка из блока детектора. 3. Детали детектора загрязнены. 4. Плохой контакт между детектором и электроникой. 5. Водород или воздух не являются чистыми. 6. Коллекторный электрод сгорает в пламени.	1. Затяните два винта, удерживающие цилиндр на месте. 2. Замените алюминиевую прокладку. 3. Вымойте загрязненные детали, высушите их и установите на место. 4. Очистите и снова подсоедините кабели. 5. Установите фильтр или замените источник газа. 6. Погасите пламя, отрегулируйте поток воздуха и подожгите детектор снова.
Детектор FID невозможно поджечь.	1. Соотношение расхода водорода и воздуха не является приемлемым. 2. Неисправен поджигающий элемент.	1. Отрегулируйте соотношение водорода и воздуха от 1:5 до 1:10. 2. Замените поджигающий элемент.

10.2.6. Пламенно-фотометрический детектор (FPD).

Проблема	Возможные причины	Решение проблемы
Отсутствие пиков	Температура детектора слишком высока.	Температура детектора должна быть выше, чем температура термостата колонки.
	Пламя в детекторе не было зажжено или погасло.	Установите оптимальный расход горючего газа.
	Неподходящий расход газа-носителя.	Установите подходящий расход газа-носителя.
	Отсутствие высокого напряжения.	Проверьте, подключен ли высоковольтный кабель.
	Фильтр не соответствует требованиям.	Замените фильтр.
	Фотоумножитель неисправен.	Замените трубку фотоумножителя.
	Неправильный выбор неподвижной фазы.	Проверьте и замените колонку на ту, которая с подходящей неподвижной фазой.
Низкая чувствительность	В системе имеется утечка.	Проверьте наличие утечки газа.
	Соотношение газов не соответствует требованиям.	Оптимизируйте соотношение газов.
	Детектор загрязнен.	Очистите детектор.
	У детектора проблема с отраженным светом.	Проверьте, нет ли отверстий в детекторе.
	Неподвижная фаза вступает в реакцию с пробой.	Проверьте и замените колонку на ту, которая с подходящей неподвижной фазой.
	Гайка затенения пламени расположена слишком высоко.	Опустите гайку вниз.
Пики имеют плохую	Пневматическая система загрязнена.	Очистите трубки.

воспроизводимость	Неправильный выбор неподвижной фазы.	Проверьте и замените колонку на ту, которая с подходящей неподвижной фазой.
	Высокое напряжение нестабильно.	Проверьте и повторно отрегулируйте.
	Пламя неустойчивое.	Проверьте, нет ли утечек.
	Количество введенной пробы имеет плохую воспроизводимость.	Улучшайте технику ввода пробы вручную или используйте автосамплер.
Дрейф базовой линии	Фотоэлектронный умножитель изношен.	Замените трубку фотоумножителя.
	Колонка была недостаточно кондиционирована.	Замените или кондиционируйте колонку.
Высокий шум базовой линии	У детектора проблема с отраженным светом.	Проверьте, нет ли отверстий в детекторе.
	Фотоэлектронный умножитель изношен.	Замените трубку фотоумножителя.
	Высокое напряжение нестабильно.	Проверьте и повторно отрегулируйте.
	Выбранная чувствительность не является подходящей.	Увеличьте диапазон обработки данных или увеличьте ослабление входного сигнала.
Уровень базовой линии колеблется	Пламя нестабильно.	Регулятор расхода неисправен или соотношение газов не является подходящим.

10.2.7. Детектор электронного захвата (ECD).

Проблема	Возможные причины	Решение проблемы
Уровень базовой линии не стабилен	Температура детектора нестабильна.	Дайте детектору достичь теплового равновесия.
	Температура окружающей среды внезапно изменилась.	Не следует размещать приборы в местах с изменчивой температурой окружающей среды.
	Температура детектора слишком высока.	Базовая линия нестабильна, когда температура детектора превышает 350°C.
	Загрязнена пневматическая система.	Продуйте воздухом или очистите систему.
Пики имеют хвосты	Температура термостата колонок слишком низкая.	Увеличьте температуру термостата колонок.
	Плохая воспроизводимость количества вводимой пробы.	Улучшайте технику ввода пробы вручную или используйте автосамплер.
	Неправильный выбор неподвижной фазы.	Проверьте и замените колонку на колонку с подходящей неподвижной фазой.
	Расход газа-носителя слишком мал.	Увеличить расход.
	В системе имеется утечка.	Проверьте наличие утечки газа.
Плоская вершина пика	Сигнал перегружен. Концентрация вещества в пробе выше диапазона чувствительности детектора.	Уменьшите количество вводимой в прибор пробы.
Отсутствие пиков	Детектор загрязнен.	Очистите детектор.
Время удерживания правильное, но чувствительность низкая	Концентрация вещества в пробе слишком низкая.	Увеличьте количество вводимой в прибор пробы.
	В системе имеется утечка.	Проверьте наличие утечек газа.
	Детектор загрязнен.	Очистите детектор.
	Колонка загрязнена.	Замените или кондиционируйте.
	Газ-носитель загрязнен.	Проверьте фильтр, чтобы убедиться в чистоте газа-носителя.
	Разложение пробы.	Выберите подходящую неподвижную фазу и температуру колонки, чтобы проба не разрушалась в колонке.
Уровень базовой линии отрицательный	Эталонный ток слишком мал.	Увеличьте значение эталонного тока.
	Эталонный ток не включен.	Включите эталонный ток.

Базовая линия насыщена	Нет эталонного тока.	Включите эталонный ток.
	Коллектор не подключен или имеет плохой контакт.	Подключите кабель к коллектору.
	Коллекторный электрод образовал короткое замыкание с корпусом ECD.	Найдите короткое замыкание и устраните его.

10.2.8. Азотно-фосфорный детектор (NPD).

Проблема	Возможные причины	Решение проблемы
Чувствительность резко падает	Слишком большой расход водорода.	Уменьшите расход водорода.
	Ток рубидиевого шарика слишком велик.	Уменьшите ток рубидиевого шарика.
	Проба содержит большое количество электроотрицательных соединений.	Предотвратите попадание электроотрицательных соединений в детектор.
Отсутствие отклика на сигнал	Ток рубидиевого шарика не был включен.	Включите ток.
	Ток рубидиевого шарика слишком мал.	Увеличьте силу тока.
	Соотношение водорода и воздуха не является подходящим.	Отрегулируйте соотношение водорода и воздуха.

Приложение 1: Технические характеристики детекторов.

1. Условия проверки работоспособности детекторов.

Таблица 1. Параметры, используемые при испытаниях детекторов на работоспособность.

Параметр испытаний	Детекторы					
	TCD	FID	ECD	NPD	FPD	
Колонка	Капиллярная колонка: 5%-фенил 95%-метилполисилоксан, 15м×0,32мм×0,5мкм; или аналогичная насадочная колонка: 5% OV-101, (80~100), длина колонки 1м × 3мм, или 0,5м × 3мм (NPD) или аналогичная колонка.					
Газ-носитель	Водород	Азот	Азот	Азот	Азот	
Горючий газ	—	Водород	—	Водород	Водород	
Газ-окислитель	—	Воздух	—	Воздух	Воздух	
Газ поддувки	При использовании капиллярной колонки расход газа поддувки должен быть оптимизирован в соответствии с реальной ситуацией.					
Температура термостата колонок	90°C	150°C	190°C	180°C	210°C (S)	210°C (P)
Температура на входе в колонку	150°C	220°C	240°C	230°C	240°C (S)	240°C (P)
Температура детектора	90°C	220°C	280°C	230°C	210°C (S)	240°C (P)
Диапазон	Оптимальный	Оптимальный	—	—	Оптимальный	
Температура моста или ток	Оптимальная температура моста	—	Оптимальный контрольный ток	Оптимальный ток Rb шарика.	—	

Примечание: Температура термостата, входа в колонку и детектора может быть изменена в пределах плюс-минус 10°C в зависимости от ситуации.

Детектор по теплопроводности (TCD).

2.1. Чувствительность.

Проба: бензол-толуольный раствор с концентрацией 5 мг/мл.

Колонка: насадочная колонка с характеристиками, приведенными в табл. 1.

Установите параметры прибора, указанные в таблице 1, и дождитесь стабилизации базовой линии. Затем введите 1 мкл анализируемой пробы и повторите анализ 7 раз. Программа рассчитает площадь пика бензола и среднее арифметическое значение площадей пиков, а затем вычислит чувствительность по формуле 1.

$$S_{TCD} = \frac{AF_C}{W} \dots\dots\dots 1$$

S_{TCD} – чувствительность TCD, мВ*мл/мг;

A – среднее арифметическое значение площадей 7 пиков, мВ*мин;

F_C – скорректированный расход газа-носителя (см. Приложение II), мл/мин;

W – количество пробы бензола, мг.

2.2. Шумы и дрейф.

Установите чувствительность детектора на максимум, после стабилизации прибора измерьте шум и дрейф базовой линии в течение 30 мин.

3. Пламенно-ионизационный детектор (FID).

3.1. Предел чувствительности.

Проба: Раствор н-гексадекана-метанол в концентрации 100 нг/мкл.

Колонка: насадочная или капиллярная колонка с характеристиками, указанными в табл. 1.

Установите параметры прибора, указанные в табл. 1, и дождитесь стабилизации базовой линии. Затем введите 1 мкл пробы и повторите анализ 7 раз. Программное обеспечение рассчитает площадь каждого пика н-гексадекана и среднее арифметическое значение площадей пиков. Предел чувствительности рассчитывается по формуле (2):

$$D_{FID} = \frac{2NW}{A} \dots\dots\dots 2$$

D_{FID} – предел чувствительности FID, г/с;

N – шум базовой линии, мВ;

W – количество пробы н-гексадекана, г;

A – среднее арифметическое значение площадей пиков, мВ*с.

3.2. Шумы и дрейф.

Установите чувствительность детектора на максимум. После стабилизации прибора измерьте шум и дрейф базовой линии в течение 30 мин.

4. Детектор электронного захвата (ECD).

4.1. Предел чувствительности.

Проба: γ -666 с концентрацией 0,1 нг/мкл в изеооктане.

Колонка: насадочная или капиллярная колонка с характеристиками, указанными в табл. 1.

Установите параметры прибора, указанные в табл. 1, и дождитесь стабилизации базовой линии. Затем введите 1 мкл пробы и повторите анализ 7 раз. Программа рассчитает площадь каждого пика γ -666 и среднее арифметическое значение площадей пиков. Предел чувствительности рассчитывается по формуле (3):

$$D_{ECD} = \frac{2NW}{AF_C} \dots\dots\dots 3$$

D_{ECD} – предел чувствительности ECD, г/мл;

N – шум базовой линии, мВ;

W – количество γ -666, г;

A – среднее арифметическое значение площадей пиков, мВ*мин;

F_C – скорректированный расход газа-носителя (см. Приложение II), мл/мин.

4.2. Шумы и дрейф.

Установите чувствительность детектора на максимум. После стабилизации прибора измерьте шум и дрейф базовой линии в течение 30 мин.

5. Азотно-фосфорный детектор (NPD).

5.1 Предел чувствительности.

Проба: Смешанный раствор 10 нг/мкл азобензола и 11,5 нг/мкл малатион-изооктана.

Колонка: насадочная или капиллярная колонка с характеристиками, указанными в табл. 1.

Установите параметры прибора, указанные в табл. 1, и дождитесь стабилизации базовой линии. Затем, введите 1 мкл пробы и повторите анализ 7 раз. Программное обеспечение рассчитает площадь пика аналита и среднее арифметическое значение площадей пиков. Предел обнаружения рассчитывается по формулам (4) и (5):

Для азота:

$$D_{NPD} = \frac{2NWn_N}{A} \dots\dots\dots 4$$

D_{NPD} – предел чувствительности по азоту, г/с;

N – шум базовой линии, мВ;

W – количество пробы азобензола, г;

$n_N = \frac{\text{Число атомов азота в азобензоле}}{\text{Молярная масса азобензола}} * \text{Атомная масса азота} = (2*14)/182,23 = 0,154;$

A – среднее арифметическое значение площадей пиков азобензола, мВ*с.

Для фосфора:

$$D_{NPD} = \frac{2NWn_P}{A} \dots\dots\dots 5$$

D_{NPD} – предел чувствительности по фосфору, г/с;

N – шум базовой линии, мВ;

W – количество пробы малатиона, г;

$n_P = \frac{\text{Число атомов фосфора в малатионе}}{\text{Молярная масса малатиона}} * \text{Атомная масса фосфора} = 31/330,35 = 0,0938;$

A – среднее арифметическое значение площадей пиков малатиона, мВ*с.

5.2. Шумы и дрейф.

Установите чувствительность детектора на максимум. После стабилизации прибора измерьте шум и дрейф базовой линии в течение 30 мин.

6. Пламенно-фотометрический детектор (FPD).

6.1. Предел чувствительности.

Проба: Раствор метилпаратиона в безводном этаноле в концентрации 10 нг/мкл.
Колонка: насадочная или капиллярная колонка с характеристиками, указанными в табл. 1.
Установите параметры прибора, указанные в табл. 1, и дождитесь стабилизации базовой линии. Затем введите 1 мкл пробы и повторите анализ 7 раз. Программа рассчитывает площадь пика метилпаратиона и среднее арифметическое значение площадей пиков. Предел чувствительности рассчитывается по формулам (6) и (7):

Для серы:

$$D_{FPD} = \sqrt{\frac{2 N (W n_s)^2}{h (W_{1/4})^2}} \dots\dots\dots 6$$

Для фосфора:

$$D_{FPD} = \frac{2 N W n_p}{A} \dots\dots\dots 7$$

D_{FPD} – предел чувствительности по S или P, г/с;

N – шум базовой линии, мВ;

W – количество пробы метилпаратиона, г;

h – высота пика серы, мВ;

$n_s = \frac{\text{Число атомов серы в метилпаратионе}}{\text{Молярная масса метилпаратиона}} * \text{Атомная масса серы} = 32/263,2 = 0,122$;

$W_{1/4}$ – ширина пика на 1/4 высоты пика для серы, S;

$n_p = \frac{\text{Число атомов фосфора в метилпаратионе}}{\text{Молярная масса метилпаратиона}} * \text{Атомная масса фосфора} = 31/263,2 = 0,118$;

A – среднее арифметическое значение площадей пиков фосфора, мВ*с.

Приложение 2: Корректировка расхода газа-носителя.

Расход на выходе из детектора коррелируется с расходом при температуре детектора по формуле (A1):

$$F_c = j F_0 \frac{T_D}{T_a} \left(1 - \frac{P_w}{P_a} \right) \frac{P_D}{P_a} \dots\dots\dots (A_1)$$

F_c – скорректированный расход газа-носителя в детекторе, мл/мин;

F_0 – расход на выходе из детектора, мл/мин;

T_D – температура детектора, К;

T_a – комнатная температура, К;

P_w – парциальное давление насыщенного водяного пара при комнатной температуре, МПа;

P_D – давление в детекторе, МПа;
 P_a – атмосферное давление, МПа.