

**Сопроводительная  
техническая  
документация**

Газовый хроматограф  
**ХРОМ 5**

1.	Список рисунков и схем в приложении . . . . .	4
2.	Введение . . . . .	5
3.	Исходные данные изделия . . . . .	5
4.	Назначение . . . . .	5
5.	Технические параметры прибора . . . . .	5
6.	Действие прибора . . . . .	6
7.	Действие и описание отдельных частей хроматографа . . . . .	7
7.1	Газораспределение . . . . .	7
7.2	Щит регулирования и распределения газов . . . . .	8
7.3	Тензометрическое определение давлений . . . . .	9
7.4	Термостат . . . . .	9
7.5	Сменная головка FID — FID . . . . .	10
7.6	Регулятор температуры . . . . .	10
7.6.1	Элементы управления и наладки регулятора температуры . . . . .	11
7.6.2	Триаковые узлы . . . . .	11
7.7	Программирующее устройство . . . . .	12
7.7.1	Элементы управления программирующим устройством температуры . . . . .	12
7.7.2	Установка программы . . . . .	12
7.7.3	Контроль программы . . . . .	13
7.7.4	Аналоговые входы и выходы программирующего устройства температуры . . . . .	13
7.8	Электрометрический усилитель . . . . .	13
7.8.1	Элементы управления и установки электрометра . . . . .	13
8.	Подводы газов и электрические выходы . . . . .	14
9.	Основные принадлежности ХРОМ 5 . . . . .	14
9.1	Запасные части . . . . .	15
9.2	Специальные принадлежности . . . . .	16
10.	Руководство по обслуживанию . . . . .	16
10.1	Эксплуатационные мероприятия . . . . .	16
10.2	Меры безопасности . . . . .	16
10.3	Эксплуатация газового хроматографа ХРОМ 5 . . . . .	16
10.4	Установка головки FID — FID . . . . .	16
10.5	Грубая установка пневматического режима . . . . .	17
10.6	Установка температурного режима . . . . .	18
10.7	Зажигание пламени и юстировка электрометра . . . . .	19
10.8	Присоединение самописца и интегратора к хроматографу . . . . .	19
10.9	Оптимизация рабочих условий . . . . .	20
10.10	Порядок работы с AFID . . . . .	21
10.11	Программная регулировка температуры . . . . .	22
10.11.1	Установка программы . . . . .	22
10.11.2	Эксплуатация программирующего устройства . . . . .	22
11.	Подготовка колонн . . . . .	23
11.1	Наполнение и кондиционирование колонн . . . . .	23
11.2	Импregnирование капиллярных колонн . . . . .	24
12.	Уход, наладка и устранение мелких неисправностей . . . . .	25
12.1	Контроль герметичности и наладка предохранительных клапанов манометров . . . . .	25
12.2	Контроль и наладка тензометрических манометров . . . . .	25
12.3	Контроль регулятора температуры и устранение мелких неисправностей . . . . .	25
12.4	Наладка электрометра и устранение мелких неисправностей . . . . .	26
12.5	Замена ремня вентилятора . . . . .	26
12.6	Смена наполнения фильтра (сушилки) . . . . .	26
13.	Ремонты и техническое обслуживание . . . . .	27
14.	Дополнение . . . . .	27

## 1. Список рисунков и схем в приложении

1. Общий состав ХРОМ 5 с обрабатывающими приборами
2. Общая схема соединений
3. Подводы газов и электрические выходы
4. Схема газораспределения
5. Схема соединений тензометрического узла
6. Схема соединений манометров EZ-A и EZ-B
7. Схема соединений тензометрического узла — плата
8. Вид на левую часть хроматографа (газораспределение)
9. Боковой схематический разрез термостата
10. Головка FID — FID, вид сверху
11. Электрическое присоединение головки FID — FID с электрометром
12. Схема электрического соединения головки
13. Схематический разрез детекторов FID и AFID
14. Схематический разрез инжектирующих блоков
15. Схема соединений регулятора температуры
16. Регулятор температуры — схема соединений платы Н 4
17. Регулятор температуры — схема соединений платы В 2
18. Регулятор температуры — схема соединений платы А 2
19. Панель регулятора температуры
20. Регулятор температуры — задняя часть
21. Общая схема соединений триаковых узлов
22. Общая схема соединений триакового узла 220 В
23. Общая схема соединений триакового узла 36 В
24. Узел — программирующее устройство температуры
25. Логическая схема программирующего устройства температуры
27. Схема присоединений входных и выходных сигналов к коннекторам
28. Задняя панель программирующего устройства температуры
29. Временная диаграмма программирующего устройства температуры
30. Передняя панель электрометра
31. Схема соединений электрометра
32. Задняя панель электрометра
33. Схема двухканального двойного комплекта
34. Насадочная колонна 120 см
35. Насадочная колонна 370 см
36. Стеклопластиковая насадочная колонна 120 см
37. Комплектный питатель колонн и съемное приспособление уплотнительных колец
38. Выходной делитель
39. Схема присоединения выходного делителя
40. Приспособление для измерения расхода газов
41. Капиллярная нержавеющая колонка со входным делителем
42. Капиллярная стеклянная колонка
43. Зависимость кпд ионизации и основного тока ионизации пламенноионизационного детектора в ХРОМ 5 от расхода водорода при расходе азота 30 мл/мин; диаметр сопла горелки 0,7 мм
44. Зависимость кпд ионизации и основного тока ионизации пламенноионизационного детектора в ХРОМ 5 от расхода азота при расходе водорода 25 мл/мин; диаметр сопла горелки 0,7 мм
45. Зависимость кпд ионизации и основного тока ионизации пламенноионизационного детектора в ХРОМ 5 от расхода воздуха при расходе водорода 25 мл/мин; диаметр сопла горелки 0,7 мм
46. Зависимость кпд ионизации и основного тока ионизации пламенноионизационного детектора в ХРОМ 5 от расхода водорода при расходе азота 0,5 мл/мин; диаметр сопла горелки 0,25 мм
47. Зависимость кпд ионизации и основного тока ионизации пламенноионизационного детектора в ХРОМ 5 от расхода азота при расходе водорода 24 мл/мин; диаметр сопла горелки 0,25 мм
48. Зависимость кпд ионизации и основного тока ионизации пламенноионизационного детектора в ХРОМ 5 от расхода воздуха при расходе водорода 24 мл/мин и азота 0,5 мл/мин; диаметр соплов горелок 0,25 мм
49. Зависимость кпд ионизации щелочного ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) пламенноионизационного детектора в ХРОМ 5 для хлорбензола от основного тока ионизации; диаметр сопла горелки 0,7 мм
50. Зависимость кпд ионизации щелочного ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) пламенноионизационного детектора в ХРОМ 5 для диизопропилового эфира метафосфорной кислоты от основного тока ионизации; диаметр сопла горелки 0,7 мм
51. Схема электрического соединения панели регулирования и газораспределения.

## 2. Введение

Аналитический газовый хроматограф ХРОМ 5 цм. рис. 1 в приложении — имеет агрегатную конструкцию в двухканальном двойном комплекте. Некоторые агрегатные узлы сконструированы в качестве вдвижных в общий шкаф узлов.

### Основное оснащение прибора ХРОМ 5:

Газораспределение  
Термостат  
Головка термостата с пламенноионизационными детекторами (головка FID — FID)  
Регулятор температуры  
Программирующее устройство температуры  
Усилитель электрометрический  
Принадлежности

### Специальные принадлежности:

Электронный узел катарометра  
Головка термостата с катарометром (головка TCD)  
Головка с пламенноионизационным детектором с катарометром (головка FID — PCD)  
Колонна капиллярная стеклянная  
Колонна стеклянная наполненная  
Кран для обратной промывки колонн  
Петлевой дозатор  
Приемник фракций

### Дополнения для ХРОМ 5:

Двухдорожечный самописец TZ 4221  
Интегратор IT 2  
Печатающее устройство PT 1  
Специальные принадлежности и дополнения для ХРОМ 5 не являются составными частями прибора и поставляются по особому заказу

## 3. Исходные данные изделия:

Газовый хроматограф ХРОМ 5 — габаритный эскиз на рис. 1.

### Габариты прибора:

высота (без головки)	512 мм
ширина	975 мм
глубина (с ручками управления)	541 мм
вес	115 кг

### Исполнение:

Прибор сконструирован для обычной среды согласно ЧСН 34 0070 для температуры окружающей среды от +10 °С до +30 °С.

### Электрическая часть:

Напряжение питания 220 В ± 10 %, 50 Гц  
Максимальная потребляемая мощность 2600 ВА  
Защитное заземление — проводом к заземляющему штифту в сетевой штепсельной розетке.  
Прибор сконструирован в классе безопасности I.

### Газы:

Для безошибочного действия прибора необходимы следующие сжатые газы из баллонов:

- азот ламповый
  - водород электролитический
  - воздух технический
- в случае необходимости гелий.

Указанные газы обеспечивает сам потребитель.

## 4. Назначение:

Лабораторный газовый хроматограф ХРОМ 5 предназначен для хроматографических рабочих мест всех типов. С ним можно производить простые хроматографические операции, а также требовательные измерения для научных целей. По своим техническим параметрам и при исправном выборе детекторов, колонн, добавочных устройств и рабочих условий он позволяет комплексно решить проблематику, встречающуюся в газовой хроматографии. Точность и воспроизводительность результатов гарантируются весьма мощной стабилизацией протекания газов, мощным электрометром программирующим устройством температуры. Прибор позволяет осуществлять следующие основные операции:

- качественный анализ
- количественный анализ
- препаративные работы
- возможность присоединения к масс-спектрографу.

Все измерения можно обрабатывать интегратором в соединении с печатающим устройством.

## 5. Технические параметры прибора:

### а) Газораспределение:

(числа указывают рекомендуемые избыточные давления на входе прибора)

азот	2,3—2,5 МПа
электролитический водород	0,15 МПа
воздух	0,5—0,7 МПа
гелий	2,3—2,5 МПа

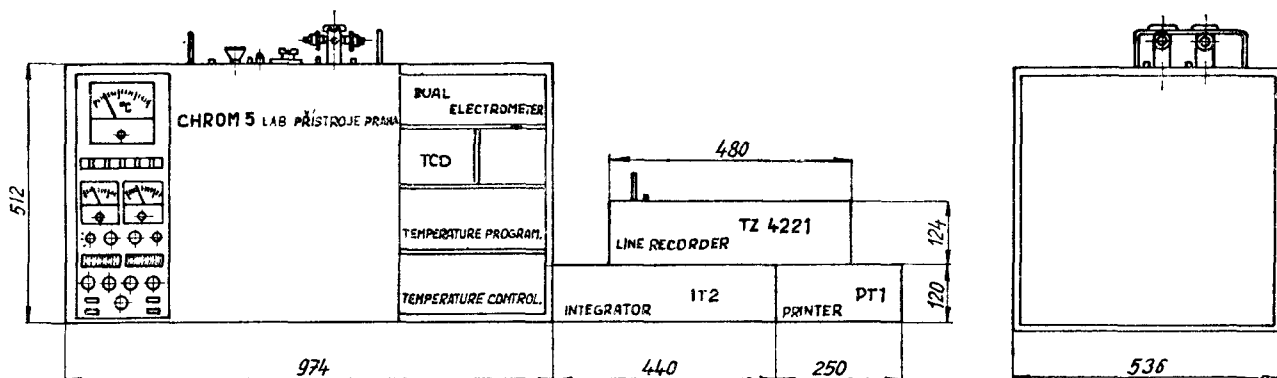


Рис. 1 — Габаритный эскиз прибора ХРОМ 5, включая дополнительные обрабатывающие приборы

- б) **Термостат:**  
 Рабочий отсек:    ширина            260 мм  
                           высота            290 мм  
                           глубина          170 мм

Система: принудительная циркуляция воздуха

Диапазон регулирования нагрева: 40 °С до 400 °С

Автоматическое охлаждение: 400 °С—100 °С за 2,5 мин

Отопление: потребляемая мощность 2000 Вт

- в) **Головка термостата с пламенноионизационными детекторами:**

FID — FID

Двухканальное исполнение: 2 термостатированные впрыскивающие камеры, 2 FID детектора, самостоятельно термостатируемые, возможность перестройки на AFID; пара входных делителей (splitter), нагреваемых до температуры термостата; пара выходных делителей (effluent splitter), нагреваемых до температуры детекторов.

Чувствительность детектора: 0,016 К/г. К

Мин. детектируемое количество:

$8 \cdot 10^{-12}$  г. К/сек

Возможность смены головки за FID — TCD

- г) **Программирующее устройство температуры:**

Диапазон температурных программ: 0 до 400 °С

Трехзначный дисплей для наблюдения за ходом программы

Три изотермические участка, переключаемые от 0 до 32 мин.

Два нарастания температуры, переключаемые от 0,5 до 20 °С/мин.

Автоматическое охлаждение, переключаемое от 0 до 32 мин.

Воспроизводительность установленных значений  $\pm 0,25$  %

Возможность записи процесса температурной программы одновременно с хроматограммой на двухпорожечном самописце

- д) **Электрометрический усилитель:**

Основательное двухканальное исполнение (для каждого канала самостоятельные ионизационное напряжение и ток компенсации). Максимальная чувствительность:  $10^{-12}$  А для полного отклонения самописца 10 мВ («RANGE»  $\times 1$ , «ATTENUATOR»  $\times 1$ )

Декадный переключатель чувствительности

«RANGE»:  $\times 1$

$\times 10$ ,

$\times 100$ ,

$\times 1000$

«RANGE»:  $\times 1$ ,

Выходной бинарный делитель

«ATTENUATOR»: от 1 до 1024 в 11 бинарных шагах

Динамика: без переключения диапазона  
 первый диапазон ...  $5 \cdot 10^4$   
 (лимитровано шумом)  
 на всех прочих диапазонах ...  
 $10^5$   
 с переключением диапазонов  
 $5 \cdot 10^7$

Максимальный шум:  $10^{-14}$  А

Максимальный дрейф:  $10^{-14}$  А (час +  $10^{-14}$  А) °С

Ток компенсации: 0— $18^{-8}$  А

Ионизационное напряжение: —220 В или —79 В (для каждого канала)

Выходы: 0—10 мВ и 0—10 В (для каждого канала)

Переключаемый выход: А, В и разность А - В

- е) **Наполнительные колонны:**

Наполнительные колонны стеклянные и из нержавеющей стали (внешний  $\varnothing$  5 мм, внутренний  $\varnothing$  3 мм) различных длин, намотанных в винтовую канавку диаметром 200 мм.  
**Капиллярные колонны:**

Капиллярная колонна из нержавеющей стали: внешний  $\varnothing$  0,2—0,25 мм, длина 50 м. Диаметр винтовой канавки 200 мм.

Входной делитель: 1:100, 1:200, 1:500

Капиллярная стеклянная колона внешний  $\varnothing$  1—1,2 мм, внутренний  $\varnothing$  0,18—0,24 мм, длина 50 м. Диаметр винтовой канавки 200 мм.

Колонна уложена в металлическом защитном кожухе.

Входной делитель: 1:100, 1:200, 1:500

## 6. Действие прибора ХРОМ 5

Блок-схема прибора приведена на рис. II. Все соединения двойные. Ниже описывается только один путь. Несущим газом является ламповый азот, который отбирается из баллона через редукционный вентиль, сушильное устройство и игольчатый вентиль — блок 1. Постоянный расход азота, обеспечиваемый игольчатым вентиляем, под влиянием сопротивления колонны создает избыточное давление, которое измеряется термическими узлами, расположенными в блоке 1. Расход азота измеряется пузырьковым расходомером на выходе колонны в блоке 2. Расходы водорода и воздуха измеряются двойным манометром, расположенным в блоке 1; манометр проградуирован в мл/ мин. Образец вводится шприцом в камеры для ввода пробы в блоке 2, которые могут нагреваться до избранной температуры, регулирование которой обеспечивает блок 7. Температура камеры для ввода пробы достигается путем быстрого испарения жидких веществ. Образец уносится несущим газом в колонну — блок 2.

Колонны размещены в термостате — блок 3 — с принудительной циркуляцией воздуха и электрическим нагревом. Температура термостата устанавливается и регулируется в блоке 7, в случае изотермической температуры или в случае программируемой температуры — блоке 6. Термостат оснащен вентиляционным устройством, которое управляется либо автоматически в случае применения температурной программы, либо вручную при помощи кнопки «VENTILATION», которая расположена в блоке 1. В хроматографической колонне происходит разделение веществ, которые затем последовательно поступают в детектор — блок 2 (в основном комплекте это дуальное упорядочение головки FID — FID или же AFID. Оба детектора нагреваются независимо

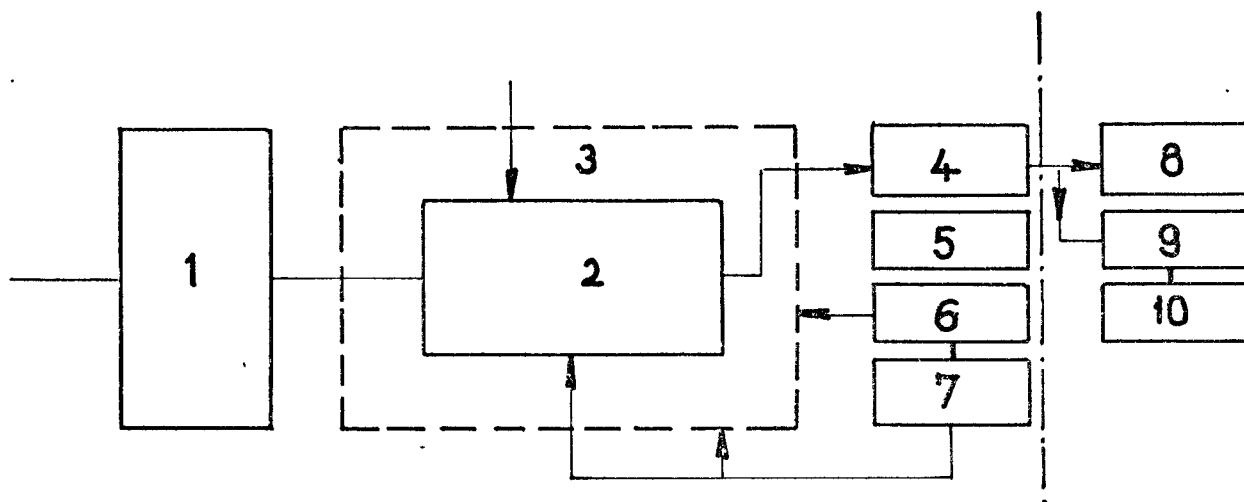


Рис. II

Блок 1 — регулирование и распределение газов; блок 2 — камера впрыскивания, хроматографические колонны, детекторы; блок 3 — термостат; блок 4 — электрометрический усилитель (ELECTROMETER); блок 5 — катарометр (KATHAROMETER); блок 6 — программирующее устройство

температуры (TEMPERATURE PROGRAM); блок 7 — регулятор температуры (TEMPERATURE CONTROL).

Дополнительные обрабатывающие приборы: блок 8 — самописец TZ 4221; блок 9 — интегратор ИТ 2, блок 10 — печатающее устройство РТ 1.

друг от друга до избранной температуры, что обеспечивается также блоком 7. Детекторы присоединены к напряжению ионизации — 220 В, которое создается в блоке 4. В сопле детектора подается с потоком несущего газа водород с постоянным протеканием. Ко дну детектора подается воздух, который способен сжиганию. В водородном пламени происходит ионизация. Электрический ток, возникший вследствие разности потенциалов постоянного тока между симметричными электродами детектора, подается на вход блока 4. Этот блок служит в качестве преобразователя ток — напряжение. В выходе блока 4 можно присоединить следующие обрабатывающие устройства:

1. двухдорожечный самописец TZ 4221 — блок 8;
2. интегратор ИТ 2, который соединен с печатающим устройством РТ 1;
3. или же параллельную комбинацию блоков 8 и 9, как это изображено на рис. 11.

#### Действие и описание отдельных частей хроматографа:

Общая схема электрического соединения прибора ХРОМ 5 изображена на рис. 2 в приложении.

#### 7.1 Газораспределение:

Газораспределение — рис. 4 в приложении — для всех трех газов, входящих в соображение, (несущий газ, водород и воздух) последовательно исполнен в двудупной (дуальной) системе. Несущий газ, выходящий из редукционного клапана баллона с давлением 2,5 МПа, проходит через редукционный клапан  $R_1$ , установленный на выходное давление 2,2 МПа, которое индусируется манометром  $M_5$ . При прохождении через молекулярное сито F газ сушится и одновременно фильтруется. Наполнительный материал молекул-

ярного сита может абсорбировать вплоть до 7,2 г  $H_2O$ . За выходом из высушивающего устройства несущий газ разделяется на три пути. Газ проходит через регуляровочные игольчатые клапаны  $A$ ,  $I_B$ , а в случае необходимости и  $I_{Bf}$ , которые одновременно с тем работают при прохождении газов с критической скоростью в качестве прецизионных регуляторов прохождения. Стабилизация обусловлена тем, что отношение абсолютного давления на входе к абсолютному давлению на выходе из игольчатого клапана должно быть больше чем 2. Из угольчатых клапанов  $A$ ,  $I_B$  газ подается в 5 и 6 патрубки на верхней плате хроматографа — рис. III — обозначенных как CARR. A, B. Тензометрические измерительные приборы с переключаемыми диапазонами от 0,1 до 1 МПа, измеряющие давление несущего газа на путях A и B, защищены от повреждения избыточным давлением предохранительными клапанами  $S_A$  и  $S_B$ , установленными на 1,2 МПа и имеющими общий выход в восьмой патрубков на верхней плате хроматографа — рис. III. Третий путь несущего газа ведет через клапан  $I_{Bf}$  в седьмой патрубков на верхней плате хроматографа, обозначенной BF — рис. III. Этот путь может быть использован в качестве стабилизированного источника несущего газа при обратной промывке колонны или в качестве источника несущего газа для опорной ячейки катарометра.

Воздух, выходящий из редукционного клапана баллона под давлением 0,7 МПа, проходит через редукционный клапан  $R_2$  с выходным давлением 0,16 МПа. За этим клапаном воздух разделяется на три независимых ветви. Первые две будут через игольчатые регуляровочные клапаны  $I_3$ ,  $I_4$  и дроссельные капилляры  $S_{T3}$  и  $S_{T4}$  в третий и четвертый патрубки на верхней плате хроматографа, обозначенные AIR A, B, — рис. III. Давление на входе дроссельных капилляров измеряется

манометрами  $M_3$  и  $M_4$ . Третья ветвь будет через электрически управляемый клапан управления  $J_5$  (управление вручную при помощи кнопки VENTILATION, расположенной на панели регулирования и распределения газов (рис. IV), или автоматически по командам узла программирующего устройства температуры («TEMPERATURE PROGRAM») при открытии которого поток воздуха подается в пневматическое устройство, которое открывает и закрывает вентиляционный клапан термостата.

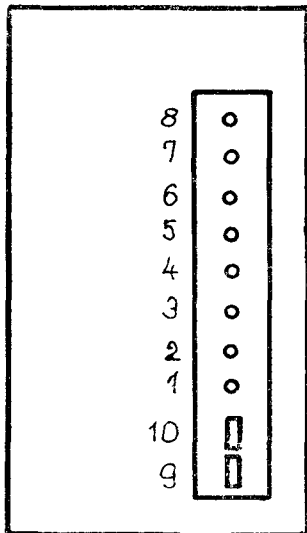


Рис. III

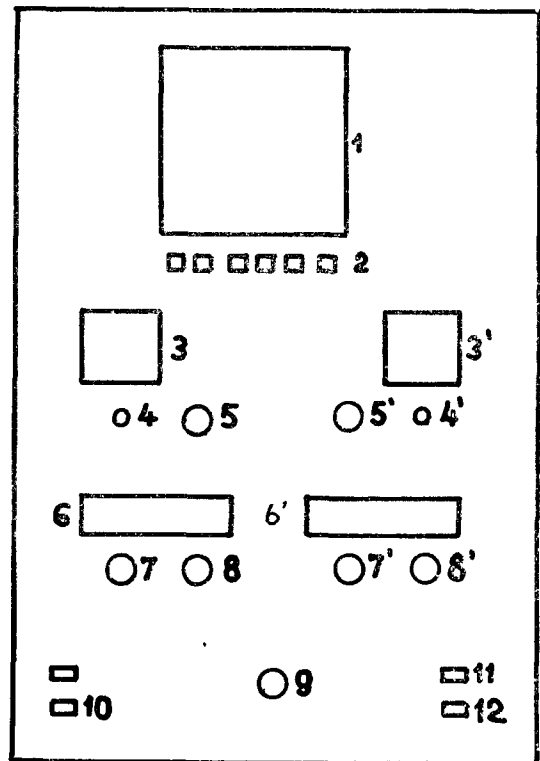
Схема верхней платы ХРОМ 5 — распределение газов. 1, 2 патрубки, обозначенные  $H_2$  — А, В 5, 6, патрубки, обозначенные CARR. — А, В 7 — патрубков обознач. ВФ 8 — патрубок обоз. ONT 9, 10 — кнопка СТАРТ — А, В

Сдваивание распределения водорода исполнено уже перед входом в хроматограф при помощи раздваивающего элемента (входит в принадлежности). Водород, выходящий из редукционного клапана баллона под давлением 0,15 МПа, проходит через редукционные клапаны  $R_3, R_4, J_1, J_2$  и через дроссельные капилляры  $Ст_1$  и  $Ст_2$  в первый и второй патрубки на верхней плате хроматографа, которые обозначены  $H_2$  А, В — рис. III. Давление на входе дроссельных капилляров  $Ст_1$  и  $Ст_2$  измеряется манометрами  $M_1$  и  $M_2$ . Манометры  $M_1$  и  $M_3$  в конструктивном отношении образуют одно целое — двойной манометр, верхняя шкала которого показывает расход водорода в мл/мин, а нижняя — расход воздуха в мл/мин. X/D. Точно также и пара манометров  $M_2, M_4$ .

## 7.2 Панель регулирования и распределения газов

Рис. IV изображает панель регулирования и распределения газов; панель является составной частью блока 1 — рис. II.

В верхней части панели газораспределения электрический стрелочный прибор проградуирован в градусах Цельси ( $20 \div 400$  °C) для ориентировочной индикации всех температур.



1. Указатель температуры
2. Кнопки для присоединения соответствующих FeCo термоэлементов к измерителю температуры
- 3.3. Указатель давления несущего газа ( $M_A, M_B$ )
- 4.4. Переключатели диапазонов узлов указателя давлений ( $P_A, P_B$ )
- 5.5. Регулятор расхода несущего газа для ветвей А и В — управление клапанами  $J_A, J_B$
- 6.6. Двойные манометры
- 7.7. Регуляторы расходов водорода — управление клапанами  $J_1, J_2$
- 8.8. Регуляторы расхода воздуха — управление клапанами  $J_3, J_1$
9. Регулятор самостоятельного стабильного источника несущего газа или его прохождения через опорную ячейку катарометра — управление клапаном  $J_{вг}$
10. Главный выключатель с контрольной лампой
11. Управление вентиляционным клапаном (кнопка VENTILATION)
12. Зажигание пламени в детекторах (кнопка IGNITON)

Примечание: Все элементы со штрихом обозначают путь В.

Под измерительным прибором размещено шесть кнопок с контрольными лампами, обозначенными «—100 °C», «Т», «S»,  $D_A, D_B$  и «E<sub>X</sub>», с помощью которых соответствующие термоэлементы FeCo подключаются к измерительному прибору, а именно термоэлементы, расположенные в термостате («Т»), в впрыскивающих блоках («S») и в детекторах А («D<sub>A</sub>») и В («D<sub>B</sub>»), а также в случае потребности во внешнем устройстве («E<sub>X</sub>

рольные лампы — зеленая и красная. Зеленая индицирует нажатие кнопки и подключение к измерительному прибору. Красная горит при подогреве термостатированного места.

Под кнопками на панели размещены электрические измерительные приборы  $M_A$  и  $M_B$  (указатели давления) и под ними — соответствующие переключатели тензометрических расходомеров несущего газа  $P_A$  и  $P_B$ . У каждого переключателя находится точный игольчатый клапан  $J_A$  или  $J_B$  для точной установки давления на входе в колонны при рабочей или же исходной температуре, благодаря чему достигается постоянный и воспроизводимый расход несущего газа. Эти две ветви несущего газа обозначены на панели надписями «CARRIER A» или же «CARRIER B», расположенными над указателями давления.

Ниже на панели находятся два двойных манометра, градуированные с помощью дроссельных капилляров в качестве расходомеров водорода и воздуха для FID A и FID B. Под обоими манометрами расположены два игольчатых клапана с обозначениями « $H_2$ » и «AIR». Диапазоны расходомеров для  $H_2$  0—100 мл/мин, а для воздуха (AIR) 0—1 л/мин.

Влево внизу на панели находится главный выключатель «POWER» с контрольной лампой. Посередине находится точный игольчатый клапан  $J_{BF}$  (на панели обозначен «BF») на случай остановки расхода несущего газа в качестве самостоятельного стабилизированного источника или на случай использования катарометра для установки расхода несущего газа посредством его опорной силы. Вправо расположены две кнопки «VENTILATION» для ручного управления вентиляционным клапаном в термостате и «IGNITION» для электрического зажатия пламени FID.

Схема электрического соединения панели регулирования и распределения газа приведена на рис. 51 в приложении.

### 7.3 Тензометрическое определение давлений:

Производится в блоке 1 блок-схемы на рис. II стр. 12. Схема соединений тензометрического узла, включая тензометрические манометры  $T_A$  и  $T_B$ , переключатели диапазонов давления газа  $d_A$  и  $P_B$  и стрелочные измерительные приборы  $M_A$  и  $M_B$ , приведена на рис. 5 в приложении.

Тензометрический узел образован двумя одинаковыми усилителями манометров E2-A и E2-B (их схема соединений приведена на рис. 5 в приложении), питаемыми источником питания В3, схема соединения которого приведена на рис. 7 в приложении. Источник В3 дополнен источником питания В4 (схема соединения приведена на рис. 5 в приложении). Кроме того, тензометрический узел содержит потенциометры  $P_1$ ,  $P_2$ ,  $P_3$ ,  $P_4$  и  $P_5$ . Все эти части закреплены на общем шасси, расположение которого приведено на рис. 8 в приложении (влево вверху).

Из источника В4 отбирается константный ток, протекающий через набор прецизионных сопротивлений  $R_1—R_{20}$ , при помощи которых реализованы переключатели диапазонов давлений несущего газа  $P_A$  и  $P_B$ .

Напряжение  $\pm 12$  В, которое подключено к штифтам 13 и 15 тензометрического узла, образовано в стабилизированном источнике В2 регулятора температуры. Для действия тензометрического узла необходимо, следовательно, включить (нажать) сетевую кнопку «MAINS» регулятора температуры! Это напряжение присоединено к потенциометру  $P_1$  (или же  $P_2$ ), который служит для установки величины напряжения питания тензометрического манометра  $T_A$  (или же  $T_B$ ). Потенциометр  $P_3$  (или же  $P_4$ ) с обозначением «ZERO» служит для установки нулевого выходного напряжения усилителя манометра E2-A (или же E2-B) при нулевом давлении газа.

Тензометрический манометр  $T_A$  (или же  $T_B$ ) расположен в газораспределении (см. рис. 4 в приложении) и при помощи коннектора  $C_A$  (или же  $C_B$ ) присоединен к тензометрическому узлу. Выходное напряжение манометра подается на вход усилителя манометра E2-A (или же E2-B), который содержит два операционных усилителя. Первый работает в качестве дифференциального усилителя, а второй — в качестве неинвертирующего усилителя, позволяющего в десять раз расширять шкалу измерителя давления несущего газа  $M_A$  (или же  $M_B$ ). Это достигается путем суммирования напряжения, возникающего при прохождении константного тока через набор соответствующих сопротивлений  $R_1—R_{10}$  (или же  $R_{11}—R_{20}$ ), с напряжением на выходе первого операционного усилителя.

Манометры защищены предохранительными клапанами  $S_A$  и  $S_B$ , установленными на 1,2 МПа — см. рис. 4 в приложении.

Переключатель диапазонов давлений газов  $P_A$  (или же  $P_B$ ) (0— $1 \cdot 10^5$  Па, 1— $2 \cdot 10^5$  Па... 9— $10 \cdot 10^5$  Па) с набором прецизионных стабильных сопротивлений  $R_1—R_{10}$  (или же  $R_{11}—R_{20}$ ) и последовательная комбинация стрелочного измерительного прибора  $M_A$  (или же  $M_B$ ) с защитными диодами  $D_1$ ,  $D_2$  (или же  $D_3$ ,  $D_4$ ) и подстроечного сопротивления  $P_1$  (или же  $P_2$ ) закреплены на задней стороне панели регулирования газораспределения.

### 7.4 Термостат

Блок 3 блок-схемы на рис. II стр. 7 образован термостатом со сменной головкой FID — FID. Корпус термостата (рис. 9 в приложении — боковой разрез) изолирован двумя изоляционными слоями от внешнего пространства. Внешний слой (1) образован изоляционной массой «непунит», а внутренний слой (2) толщиной 20 мм образован стеклянной ватой, прикрытой нержавеющей листом стали толщиной 0,3 мм. Такое упорядочение значительно понижает температурную емкость термостата. В пространстве термостата (вид спереди) в левом нижнем углу расположен устанавливаемый автоматический выключатель на случай перегрева термостата свыше установленной температуры. За автоматическим выключателем находится защитная решетка, за которой расположены отопление (4) 2 кВт и цилиндрический вентилятор с аксиальными лопатками (5). Задняя стенка разделена.



Пространство закрыто вентиляционной заслонкой (6), которая имеет электропневматический привод и может управляться вручную при помощи кнопки «VENTILATION» на панели регулирования и распределения газов или автоматически по командам из блока 6, рис. II стр. 12 (TEMPERATURE PROGRAMME). Действие заслонки обусловлено подключением сжатого воздуха ко входу хроматографа, см. рис. 4 в приложении — клапан J<sub>5</sub>.

Скорость нагрева и охлаждения приведены в следующей таблице:

Изменение установленной температуры:	Время установления температуры в термостате: время — около
32—100	3 мин 15 сек
100—200	4 мин 30 сек
200—300	4 мин 25 сек
300—400	7 мин
36—400	19 мин
Скорость охлаждения:	
400—100	2 мин 30 сек

### 7.5 Сменная головка FID — FID

Головка является составной частью блока 2 блок-схемы на рис. II стр. 7. Компоновка этой головки изображена на рис. 10 в приложении. Компоновка состоит из трех пар патрубков для газа, двух впрыскивающих блоков (1), двух патрубков для присоединения делителя (SPLITTER) при работе с капиллярными колоннами, отверстия для вставления термометра (3), специального отверстия для крана обратной промывки (4), двух патрубков на случай препаративной работы или для присоединения к масс-спектрографу (5), двух детекторов FID (6) и кабеля для зажигания пламени детектора (8). Электрическое соединение детекторов исполнено специальными соединительными кабелями. Электроды детектора — симметричные, одинаковой величины; поэтому не играет роли, к которому электроду подключается поляризационное напряжение —220 В и который электрод присоединяют ко входу электрометра. Присоединение осуществляется на верхней плате хроматографа (правая часть) к соответствующим обозначенным коннекторам. Способ присоединения изображен на рис. 11 в приложении. Детекторы независимо друг от друга плавно термостатируются, однако разница в температуре между детекторами и термостатом не может превышать 250 °С. Патрубки для препаративной работы поз. 5 нагреваются до температуры детекторов Da или же Dв. Схема электрического присоединения см. рис. 12 в приложении.

Присоединение головки FID — FID с газораспределением производится при помощи тефлоновых трубок с накидными гайками. Соответствующие патрубки обозначены так же, как патрубки распределения газов, т. е. H<sub>2</sub> — А, В; AIR А, В, CARR. А<sub>1</sub>, В<sub>1</sub>. Эта головка позволяет работать с наполнительными колоннами именно так, как с капиллярными. Патрубки для расщепителя (сплиттера) изображены на стр. 10 в приложении, возле впрыскивающих термостатируемых блоков, причем делительное отношение можно

брать в соответствии с выбранными капиллярами: 1:100; 1:200; 1:500.

Схематический разрез детектора FID изображен на рис. 13 в приложении. Сопло детектора сменяется в соответствии с применяемой колонной:

- а) наполнительная колонна — внутренний диаметр сопла 0,7 мм;
- б) капиллярная колонна — внутренний диаметр сопла 0,25 мм.

Водород смешивается с несущим газом, выходящим из колонны перед соплом, воздух струится через сеточное дно корпуса детектора. За детектором находится кабель, подводящий канал спиралей детекторов. Эти спирали после нажатия кнопки IGNITION на панели распределения и регулирования газов зажигают пламени (при зажигании необходимо насушить присоединительный штепсель кабеля на соответствующий детектор).

Конструкция головки позволяет осуществлять несколько различных видов работы. Кроме уже описанных возможностей выбора колонн (наполнительная — капиллярная), можно легко перестроить детектор FID в AFID, который селективно чувствителен к соединениям, содержащим фосфор, азот, галогены (исключая фтор) и серу.

Схематический разрез и способ перестройки FID в AFID приведены на рис. 13 в приложении. При работе с AFID сопло заменяется металлическим (AFID)) и на него насаживается специальное пористое керамическое вещество, предварительно насыщенное раствором сульфатом натрия. При применении выходного делителя (effluent splitter) можно работать с обоими детекторами одновременно. Детектор AFID для углеводородов имеет сниженную чувствительность.

На рис. 14 в приложении изображен разрез впрыскивающего блока. Набрызгивающие камеры содержат сменные вкладыши INLET PIECE I, INLET PIECE II, которые способствуют быстрой газификации образца или же непосредственному набрызгиванию в хроматографическую колонну. Обе камеры нагреваются с возможностью плавного регулирования температуры от 40 °С до 400 °С.

### 7.6 Регулятор температуры

Регулятор температуры образован блоком 7, см. блок-схему на рис. II, стр. 12; регулятор сконструирован в качестве самостоятельного подвижного узла, который содержит пять независимых температурных регулирующих элементов в термостате, в впрыскивающих камерах, в детекторах А и В и во внешнем устройстве. Схема соединений регулятора температуры приведена на рис. 15 в приложении.

Регулятор температуры состоит из пяти одинаковых плат H<sub>4</sub> — схема соединений платы H<sub>4</sub> приведена на рис. 16 в приложении (усилитель отклонения регулирования напряжения Δ U и преобразователь напряжения ← длительность импульсов) — из одной платы В2 — схема соединений приведена на рис. 17 в приложении (два стабилизатора напряжений 12 В, один стабилизатор напряжения 5 В) — из одной платы А2 рис. 18 в приложении (два выпрямителя и удвои-

тель напряжения для оптронов), из сетевого трансформатора, пяти переключателей  $S_1 \div S_5$  для грубой установки и пяти потенциометров  $P_1 \div P_5$  для точной установки температуры. Кнопочный переключатель  $S_6$  в положении 1 присоединяет с помощью коннектора 63 к плате  $H_4$ , предназначенной для регулирования температуры в термостате, программирующее устройство температуры, а в положении 2 переключатель  $S_6$  к этой плате присоединяет потенциометр  $P_1$  и переключатель  $S_1$ .

Ниже описывается петля регулирования температуры термостата. Регулируемая температура снимается платинным датчиком, который при помощи коннектора 64 включен в одну ветвь мостика, в другой ветви которого в положении 2 кнопочного переключателя  $S_6$  включен потенциометр  $P_1$  и при помощи переключателя  $S_1$  включен комплект прецизионных сопротивлений. Элементы  $P_1$  и  $S_1$  устанавливают требуемую температуру. Отклонение регулирования напряжения  $\Delta U$  после усиления преобразуется в несимметричную прямоугольную форму напряжения  $U_1$ , рабочий коэффициент которого  $\delta$  прямо пропорционален величине регулировочного отклонения  $\Delta U$ . Напряжение  $U_1$  выведено из платы  $H_4$  на коннектор 62.

$$\delta = \frac{T_i}{T_p}$$

$\delta$  ... рабочий коэффициент  
 $T_i$  ... длительность импульса  
 $T_p$  ... период сигнала (в данном случае  $T_p = 1$  сек).

К нагревательному элементу сопротивления термостата подключено переменное напряжение 220 В/50 Гц (к прочим нагревательным элементам подключено напряжение 36 В/50 Гц) через триак, который запускается дифференцирующими импульсами выведенными из этого переменного напряжения, и блокирующим напряжением  $U_1$ . Количество запускающих дифференцирующих импульсов будет, следовательно, пропорционально коэффициенту  $\delta$  прямоугольного напряжения  $U_1$ . Таким образом, это обозначает, что подводимое тепло пропорционально величине регулировочного отклонения  $\Delta U$ . Если  $\delta = 1$ , то нагревательный элемент нагревает постоянно; если  $\delta = 0$ , то нагревательный элемент не нагревает.

Силовые триаковые контуры, дифференцирующие и блокирующие контуры размещены в отдельных узлах, так называемых триаковых узлах 220 В и 36 В.

### 7.6.1 Элементы управления и наладки регулятора температуры

На передней панели узла (рис. 19 в приложении) размещены кнопки «MAINS», «PROGRAM» (эта кнопка приведена на рис. 15 в приложении с обозначением  $S_6$ ) и пять пар элементов наладки требуемых температур; эти элементы несут обозначения «THERMOSTAT», «SAMPLE», «DETEKTOR A», «DETEKTOR B» и «EXTERNAL». Эти пары устанавливающих элементов образованы переключателями (грубая наладка температуры производится по 100 °С) и потенциометрами

(плавная наладка температуры в пределах от 0 до 100 °С). На рис. 15 в приложении эти пары имеют обозначения  $P_1, S_1; P_2, S_2; P_3, S_3; P_4, S_4; P_5, S_5$ . Диапазон регулирования температуры составляет +40 °С — +400 °С. (В случае применения дополнительного охлаждающего устройства температуры термостата можно регулировать и в области ниже 0 °С. Существующий в настоящее время вариант хроматографа ХРОМ 5 таким устройством не оснащен.)

На задней панели (рис. 20 в приложении) кроме сетевых подводов, зажимов функционально-земления и предохранителя, находятся 4 коннектора 61, 62, 63 и 64. Коннектор 61 служит для подвода напряжения питания  $\pm 12$  В к тензотриакному узлу, коннектор 62 — для управления триаковыми узлами, коннектор 63 соединяет регулятор температуры с программирующим устройством, а через коннектор 64 соответствующие платинные датчики подключаются к регулятору температуры.

### 7.6.2 Триаковые узлы

Общая схема соединений триаковых узлов приведена на рис. 21 в приложении. Каждое обогреваемое место имеет свой триаковый узел. Триаковый узел 220 В ( $H_3 - T$ ) присоединяет нагревательный элемент в термостате к 220 В/50 Гц. Этот узел состоит из платы  $H_3$  и двух триаков. Четыре триаковых узла 36 В ( $H_5 - S, H_5 - D_A, H_5 - D_B, H_5 - E_X$ ) подключают нагревательные элементы в остальных нагреваемых местах к 36 В, 50 Гц. Каждый из этих узлов состоит из платы  $H_5$  и одного триака.

Схема соединений триакового узла 220 В приведена на рис. 22 в приложении, и триаковые узлы 36 В приведены на рис. 23 в приложении. Эти узлы работают в качестве преобразователя длительности импульса прямоугольного напряжения  $U_1$  (выходное напряжение регулятора температуры для управления триаковыми узлами) в тепло. Напряжение  $U_1$  подключается к клеммам 2, 3, 4, 5, 6 клеммника S (рис. 21 в приложении).

Из переменного напряжения 220 В/50 Гц (или же 36 В/50 Гц) на диоде Зинера  $D_1$  получается прямоугольное напряжение и из него получают дифференцирующие импульсы, которые затем блокируются прямоугольным напряжением  $U_1$  в вентиле, осуществляемом при помощи оптрона CNY 17 и транзистора  $T_1$ . В целях гальванического отделения выхода регулятора температуры от силовой части триаковых узлов их связь осуществляется опто-электрическим прибором. На входе оптрона расположен имитирующий свет диод, а на выходе находится транзистор. Если на вход оптрона поступает прямоугольный импульс длительностью  $T_i$ , то освещенный транзистор закорачивает базу транзистора  $T_1$ , который становится непроводимым и перестает закорачивать дифференцирующий контур ( $R_6, R_5, C_3$ ). Дифференцирующие импульсы ныне поступают в усилитель (транзисторы  $T_2, T_3$ ) и после усиления служат в качестве пусковых импульсов триака, через который переменное напряжение 220 В (или же 36 В) подключается к нагревательному элементу.

## 7.7 Программирующее устройство температуры

Оно образовано блоком 6 (блок-схема приведена на рис. II. При помощи элементов управления и дисплея это устройство позволяет установить требуемую временную характеристику температуры и во взаимодействии с силовым управлением температурой (кнопка »PROGRAM« на регуляторе температуры нажата) управлять этой характеристикой с момента запуска программы. Температурная программа разделена на шесть участков, смысл и взаимное отделение которых обозначены на панели прибора одновременно со световой сигнализацией участка, который находится в действии (3 изотермические участка, переключаемые от 0 до 32 мин, 2 нарастающая температуры, переключаемые от 0 до 20 °C/мин, автоматическое охлаждение, переключаемое от 0 до 32 мин). Дисплей показывает моментальное значение температуры, которое определено программой.

Программирующее устройство температуры является по существу генератором последовательности импульсов, которые преобразуются в числовой вид (код BCD) и в таком виде обрабатываются и преобразователем D/A преобразуются в выходное аналоговое значение. Функции изотермической задержки и нарастания температуры управляются прецизионным генератором. Программирующее устройство управляет по программе температурой термостата, выдает сигнал для вентилирования термостата и управляется кнопкой »START A«, которая нажимается вручную и расположена возле патрубков газораспределения (рис. III). Аналоговый выходной сигнал (напряжение) программирующего устройства для управления температурой в регуляторе температуры сравнивается с напряжением платинового датчика, расположенного в термостате. Разностью этих напряжений управляется силовая часть отопления (триаковый узел 220 В). Программирующее устройство температуры приведено на рис. 24 в приложении.

Ввиду сложности этого узла общая схема цепей не приводится, а приводятся только логическая схема (рис. 25—26 в приложении), схема последовательности (рис. 29 в приложении) и схема присоединения входных и выходных сигналов к коннектору (рис. 27 в приложении).

### 7.7.1 Элементы управления программирующим устройством температуры

Верхний ряд кнопок на передней панели предназначен для задания программы, причем, кроме кнопки »CLEAR«, их действие обусловлено выключением кнопки »SET-READY«. Кнопки »FAST« и »SLOW« изменяют скорость считывания с дисплея, а путем выключения этих кнопок останавливается считывание. Значение, считываемое с дисплея, любой кнопкой »MEMORY« 1—3 записывается во внутреннее запоминающее устройство, причем старая запись автоматически стирается.

После задания дисплей сбрасывается на нуль кнопкой »CLEAR«, а кнопкой »CHECK« производится контроль установленных значений при выключенной кнопке »SET-READY«. Кнопка »ISO-

THERM« при замыкании останавливается программу на ее произвольном месте, а при размыкании программа продолжается от места прекращения, а у изотермических задержек от начала задержки, и температура повышается согласно программе.

Взаимная связь всех элементов управления приведена на логических схемах (рис. 25 в приложении).

Кнопкой »RESET« управляется повторение программы, а именно в замкнутом состоянии после окончания фазы охлаждения автоматически устанавливается первая избранная температура; если кнопка не замкнута, то после охлаждения дисплей имеет нулевое показание. Кнопка »SET-READY« имеет принципиальное значение для включения дисплея и аналогового выхода I в программу. В разомкнутом состоянии кнопки »SET« можно задавать константы в программу; в замкнутом состоянии кнопки »READY« включены дисплей и аналоговый выход I в программу. Кнопка »CLEAR« производит сброс на нуль программы, однако установленные значения температуры во внутреннем запоминающем устройстве остаются.

Два переключателя нарастания температуры P<sub>1</sub> и P<sub>2</sub> устанавливают нарастание в соответствующей части программы согласно обозначению на панели. Точно также три переключателя изотермических задержек P<sub>3</sub>—P<sub>5</sub> служат для установки трех изотермических участков программы, а переключатель P<sub>6</sub> служит для установки времени вентилирования термостата после окончания программы.

### 7.7.2 Установка программы

Опять рассмотрим логические схемы (рис. 25 и 26 в приложении). Все переключатели находятся в положении OFF. Делитель времени при помощи переключателя »SET-READY« присоединен к генератору 100 Гц. Кнопкой »CLEAR« создается сигнал RD, которым дисплей сбрасывается на нуль. Взаимно разъединяющими кнопками »FAST« и »SLOW« при помощи переключателей »CHECK« и »SET-READY« в положении SET ко входу счетчика температуры N из блока F подключается либо частота 18 Гц, либо частота 2 Гц. На дисплее U появляется последовательность десятичных чисел, которая изменяется быстро, если кнопка »FAST« находится в положении ON, и медленно, если кнопка »SLOW« находится в положении OFF. Частичным замыканием кнопки »FAST«, когда она еще не замкнулась, а только привела кнопку »SLOW« в положение OFF, счет в счетчике прекращается. Ныне можно показание счетчика с помощью кнопки »MEMORY 1« записать во внутреннее запоминающее устройство M1, причем одновременно с этим загорается индикация D1. Таким способом задаются первая и аналогично две последующие температуры, при которых создается изотермическая задержка. Остальные параметры задаются тремя переключателями изотермической задержки P<sub>3</sub>—P<sub>5</sub>, переключателем P<sub>6</sub> для установки охлаждения и двумя переключателями нарастания температуры P<sub>1</sub> и P<sub>2</sub>.

При установке программы и ее прохождения необходимо соблюдать следующие принципы:

1. Первая промежуточная температура должна быть меньше второй, а вторая должна быть меньше третьей избранной температуры, причем все температуры должны быть заданы.
2. В случае нулевой задержки и эта температура должна отвечать смыслу предшествующего параграфа.
3. Ошибочна избранная температура исправляется путем замыкания кнопки «CLEAR» с повторением процесса установки только ошибочной температуры. При новом задании старое значение автоматически стирается.
4. Участок программы, которой как раз находится в действии и индицируется контрольной лампой, не смеет переставляться.

### 7.7.3 Контроль программы

Все кнопки находятся в положении OFF, дисплей сбрасывается на нуль кнопкой «CLEAR». При замыкании кнопки «CHECK» частота 100 Гц через вентиль 1 и кнопку «SET-READY» подается на счетчик N. В момент, когда настает совпадение числа на дисплее с числом предустановленным, данное передним фронтом сигнала K1, при помощи контура временной задержки CP (рис. 26 в приложении) блокируется вентиль 1 (рис. 25 в приложении) на время около двух секунд.

Вход в счетчик N блокируется и дисплей показывает первую избранную температуру — одновременно с этим горит индикация D<sub>1</sub>. По истечении этого времени вентиль 1 открывается и на его выходе появляется частота 100 Гц, при которой счетчик N снова наполняется вплоть до совпадения второго предустановленного числа, точно также и третьего числа. После контроля третьей температуры кнопкой «CHECK» выключают дисплей, а кнопкой «CLEAR» его сбрасывают на нуль. В обоих этих состояниях аналоговый вывод I заземлен через кнопку «SET-READY».

### 7.7.4 Аналоговые входы и выходы программирующего устройства температуры

На рис. 27 в приложении изображено подключение входных сигналов к коннекторам, которые размещены на задней панели прибора, см. рис. 28 в приложении. Самостоятельным узлом является источник 10 мА, блок S с самостоятельным трансформатором и изолированным источником питания платинового датчика, расположенного в термостате — выходной сигнал III. Аналоговый выход — сигнал I, определяющий ход температуры — создается путем преобразования D/A из счетчика температуры N в блоке I. Этот выходной сигнал нормируется в блоке R (рис. 25 в приложении) таким образом, чтобы он отвечал напряжению платинового датчика для соответствующей температуры.

Сигнал «START» создается переключающим контактом (сигнал IV) внешней кнопки. Сигнал V для вентиляции после усиления в усилителе Z коммутирует соленоидный вентиль. Сигнал соответствующей температуры выведен на случай его контроля на самописце (сигнал VI).

Сигнал III и I и функциональное заземление, которое не соединено с корпусом прибора, параллельно выведены со штифтов коннектора 52 не гнезда 55, 56 и 57, расположенные на задней

панели программирующего устройства для нужд контроля и оживления.

### 7.8. Электрометрический усилитель

Образован блоком 4 (рис. II). Усилитель сконструирован в качестве самостоятельного подвижного узла, состоящего из двух одинаковых усилителей А и В, которые представляют собой самостоятельные механически экранированные единицы (рис. 30 в приложении). Схема соединений усилителей приведена на рис. 31 в приложении.

Каждая целая единица содержит плату усилителя с входным контуром, десятичный переключатель чувствительности «RANGE», которым включаются соответствующие сопротивления обратной связи, переключатель компенсационных токов «COARSE», которым в грубых чертах устанавливается величина компенсационного тока с помощью включения соответствующего сопротивления, потенциометр «FINE», которым величина компенсационного тока устанавливается точно, плату регулировочных элементов, на которой размещены подстроечные переменные сопротивления для установки диапазонов измеряемых токов, потенциометр P3 для установки в грубых чертах диапазонов компенсационного тока. К выходу усилителя подключен выходной бинарный делитель «ATTENUATOR». Кроме того, комплект содержит источник питания и источник ионизационного напряжения.

На входе усилителя включены три полевые транзистора с плоскостным затвором (2N 3819 TEXAS INSTRUMENTS): T<sub>1</sub> и T<sub>2</sub> работают в качестве повторителя, а T<sub>3</sub>, включенный в качестве поляризованного в запорном направлении диод, компенсирует входной ток транзистора T<sub>1</sub> и его температурные изменения. Выходные сигналы обоих повторителей подаются на инвертирующий или неинвертирующий вход интегрального контура 101. Сопротивление обратной связи, величиной которого определяется измерительный диапазон, с выхода подключается через переключатель «RANGE» к управляющему электроду транзистора T<sub>1</sub>, а именно к входному зажиму усилителя.

Для грубого контроля выходных напряжений усилителей А и В служит измерительный прибор, к которому при помощи трех взаимно отсоединяющихся кнопок (А, В и А—В) подключаются выходные напряжения усилителя А, усилителя В и их разность.

#### 7.8.1 Элементы управления и установки электрометра

В левой части передней панели узла размещены элементы управления усилителем А, а в правой части — элементы управления усилителем В (рис. 30 в приложении).

Элементы управления:

Десятичный переключатель чувствительности «RANGE» с положениями 1, 10, 100, 1000, переключатель компенсационных токов «COARSE» с положениями 1, 10, 100, 1000, 10 000 для грубой компенсации основного ионизационного тока, потенциометр «FINE» для точной компенсации основного ионизационного тока, выходной бинар-

ный делитель «ATTENUATOR» с положениями 1, 2, 4, 8... 1024.

Посередине передней панели расположен измерительный прибор с обозначением OUTPUT со шкалой, проградуированной в мкА; при выходном напряжении 1 В полное отклонение стрелки измерительного прибора составляет 100 мкА. Под измерительным прибором размещены три взаимно отключающих кнопки (А, В и А—В), при помощи которых выходное напряжение избранного усилителя подключается к измерительному прибору. Под рядом этих кнопок находится сетевая кнопка с обозначением «MAINS» и контрольная лампа тлеющего разряда.

На задней панели (рис. 31 в приложении) прикреплены параллельно соединенная пара выходных коннекторов (15), гнездо предохранителя, сетевая штепсельная розетка, зажимы заземления и сделаны отверстия, через которые открывается доступ ко входным коннекторам (13, 23); на этой панели размещены также параллельно соединенная пара выходных коннекторов (14, 24) и коннекторы напряжений —70 В и —220 В (11, 12, 21, 22).

Выходные коннекторы (14,24) оснащены штифтом 3 (рис. 30 в приложении), к которому присоединен прямой вход; к штифту 1 присоединен выход через бинарный делитель (на рис. 30 обозначен 10 мВ). То же самое и на коннекторе (15) при нажатии кнопки А или В и, кроме того, к штифтом 3 и 5 присоединена разность прямых выходов, а к штифтам 1 и 2 подключена через бинарный делитель разность прямых выходов при нажатой кнопке «А—В».

Следовательно, при максимальном напряжении 110 В на прямом выходе (штифт 3 выходных коннекторов) можно в положении 1024 бинарного выходного делителя «ATTENUATOR» получить выходное напряжение около 10 мВ (штифт 1 выходных коннекторов).

## 8. Подводы газов и электрические выходы

На правом боку прибора ХРОМ 5 сзади размещены патрубки для подводов газов. Эти патрубки расположены снизу вверх: водород для детектора А (H<sub>2</sub>), водород или еще вспомогательный газ для детектора В, несущий газ (CARRIER GAS) и воздух для обоих детекторов (AIR). К патрубкам при помощи накидных гаек и уплотнительных колец присоединяются подводы газов. Три трехметровые медные трубчатые подводы для азота, воздух и водород поставляются в принадлежностях. Входные стороны этих подводов оснащены накидными гайками, нормализованными для редукционных клапанов соответствующих газов. В принадлежностях находится также входной делитель, который позволяет питать оба детектора водородом из одного подвода.

Рядом с подводом газов на правом боку находится панель с девятью электрическими выводами. В переднем ряду расположено пять выводов для самописцов с диапазоном до 10 мВ. Выводы расположены сверху вниз в следующем порядке: выходы электрометра «А» и «В», переключаемые выходы «А», «В», «А—В», вывод усилителя ка-

тарометра »TCD« и вывод программирующего устройства для записи температурной программы одновременно с хроматографом. В заднем ряду расположено четыре вывода до 10 В для интегратора или иного обрабатывающего устройства. Этим выводам пять: выходы электрометра »А« и »В«, переключаемые выходы »А, В, А—В« и вывод усилителя катарометра »TCD«.

## 9. Основные принадлежности ХРОМ 5

Изготовитель поставляет с прибором основные принадлежности: 3 пары наполнительных колонн из нержавеющей стали с накидными гайками и две пары стеклянных наполнительных колонн.

К ним относятся:

1. наполнительная колонна из нержавеющей стали, внешний диаметр 5 мм, внутренний 3 мм, развернутая длина 120 мм (рис. 34 в приложении)
2. Наполнительная колонна из нержавеющей стали, внешний  $\varnothing$  5 мм, внутренний  $\varnothing$  3 мм, развернутая длина 250 см
3. наполнительная колонна из нержавеющей стали, внешний  $\varnothing$  5 мм, внутренний  $\varnothing$  3 мм, разверт. длина 370 см (рис. 35)
4. наполнительная стеклянная колонна, внешний  $\varnothing$  5 мм, внутренний  $\varnothing$  3 мм, развернутая длина 120 см (рис. 36 в приложении)
5. наполнительная стеклянная колонна, внешний  $\varnothing$  5 мм, внутренний  $\varnothing$  3 мм, развернутая длина 250 см.

Все наполнительные колонны скручены в витовую линию диаметром 200 мм. Стеклянные колонны припаянные шлифованные или калиброванные концы длиной в несколько см для монтажа.

К наполнительным колоннам поставляются принадлежности:

- комплектный питатель колонн для нагнетательного наполнения колонн (рис. 37 в приложении)
- приспособление для стягивания уплотнительных колец (рис. 37 в приложении)
- выходной делитель 1:1 (effluent splitter) (рис. 38 в приложении).

Выходной делитель — капиллярный, служит для совместного применения детекторов FID и SFID на выходе одной колонны, что в некоторых случаях позволяет весьма целесообразно использовать их избирательные свойства.

В качестве особых принадлежностей можно дополнительно заказать капиллярную нержавеющую колонну ХРОМ 4i и стеклянную капиллярную колонну ХРОМ 4m.

К каждому прибору ХРОМ 5 поставляются следующие основные принадлежности и запасные части.

Принадлежности основного прибора:

Пор №	Номер заказа	Наименование	№ рис.	Количество шт.
✓ 1	7315 16 000	Комплектный питатель колонн	37	1
✓ 2	7315 17 000	Пузырьковый расходомер		1
✓ 3	7315 18 000	Приспособление для измерения расхода воздуха и контроля герметичности	40	1
✓ 4	7315 19 000	Приспособление для стягивания уплотнительных колец	37	1
5	7315 20 000	Делитель выходной 1:1	38	1
✓ 6	7321 11 001	Торцовый накладной ключ (для сопла 7 мм)		1
✓ 7	7316 20 000	Подвод азота (3 м)		1
8	7316 21 000	Подвод воздуха (3 м)		1
9	7316 22 000	Подвод водорода (3 м)		1
10	7350 21 020	Наполнительная нержавеющая колонна 1280 мм		2
11	7350 21 028	Наполнительная нержавеющая колонна 2500 мм		2
12	7350 21 036	Наполнительная нержавеющая колонна 3700 мм		2
13	7350 21 044	Наполнительная стеклянная колонна 1200 мм		2
14	7350 21 053	Наполнительная стеклянная колонна 2500 мм		2
15	7315 01 016	Гайка запорная комплектная М10×1		2
✓ 16	7350 21 069	Гайка запорная комплектная М6×0,75		2
17	7302	Крючок (для витягивания вкладыша впрыск. камеры)		1
18	7315 01 028	Вкладыш впрыск. камеры II для непосредственного впрыскивания в колонну		2
19	41067	Термометр технический (0—400 °С)		1
20	7350 21 079	Трубка соединительная комплектная (220 мм)		6
✓ 21	7350 21 087	Делитель входной		1
22	7350 21 087	Вентиль редуционный для воздуха 15/2,5 МПа		1
✓ 23	7350 099	Муфта редуционная Н комп. (азот—воздух)		1
✓ 24	7350 21 104	Муфта редуционная Н комп. (водород—воздух)		1
✓ 25	7350 21 111	Муфта редуционная He 1 комп. (гелий—воздух)		1
✓ 26	7350 21 117	Муфта редуционная He 2 комп. (гелий—воздух)		1
27	7350 21 125	Редукция (для импрегнирования капил. колонн)		1
28	7350 21 127	Подвод коаксиальной FID		2
29	7350 21 132	Подвод ионизационного напряжения		2
30	7350 05 007	Сопло комп. AFID		2
31	7321 009	Вкладыш AFID		10
32	20939	Ключ 12 открытый		1
33	30982	Ключ 10 открытый		1
✓ 34	1092	Отвертка		1
✓ 35	7350 21 159	Кабель СН-Z (для самописца TZ 4221 или для интегратора IT 2)		3
36	7350 21 171	Кабель Z-1 (самописце — интегратор IT 2)		2
37	7350 21 182	Кабель М (для старта интегратор IT 2)		1
38	7350 21 188	Рукоятка комплектная (для переноски прибора)		4
39	28720	Шнур FLEHO M 1,5 1120		2

9.1 Запасные части

✓ 1	7350 21 079	Трубка соединительная комплектная		1
✓ 2	7315 02 001	Уплотнение I для впрыскивающей камеры — Ø 12 мм		200
3	7331 02 020	Гайка накидная 5 (М10×1)		2
✓ 4	7331 02 019	Кольцо уплотнительное 5 (для нержав. колонны)		10
✓ 5	7315 14 004	Гайка стеклянной колонны (М10×1 рифлен.)		2
6	7350 21 048	Шайба уплотнительная (для гайки стек. колонны)		2
7	7350 21 047	Кольцо уплотнительное (для стек. колонны тефлон)		10
8	36734	Кольцо »0« 9×5 резина		5
9	36732	Кольцо »0« 8×2 мм		5
10	7321 03 015	Сопло комплект (для FID Ø 0,7)		2
11	7317 31 017	Лампа тлеющего разряда комплектная		1
12	7350 73 027	Лампа Т 5,5 красная Гелиос		2
13	7350 73 028	Лампа Т 5,5 зеленая Гелиос		2
14	7350 029	Трубка тефлоновая 2×0,5/1500		1
✓ 15	16051	Лампа 24 В телефонная 0,55 А		1
✓ 16	23983	Предохранитель IECT 200 мА		5
17	23996	Предохранитель IECT 32 мА		2
18	7350 11 017	Ремень (Ø 3/445)		2

## 9.2 Специальные принадлежности

Список специальных принадлежностей приведен во введении текста и каждая его часть имеет свою техническую документацию. Для информации ниже приводятся данные капиллярных колонн.

**Капиллярные нержавеющие колонны ХРОМ 4i** — рис. 41 в приложении.

В качестве самостоятельного узла по особому заказу поставляет капиллярная нержавеющая колонна ХРОМ 4i. Она свернута из капилляра внутренним диаметром  $0,2 \text{ мм} \pm 0,05$ , внешним диаметром 1,3 мм и длиной колонны около 50 м. Колонная намотана на дюралевом цилиндре  $\varnothing$  200 мм. К капилляру принадлежат статив а входной капиллярный делитель с набором капилляров для делительных отношений около 1:100, 1:200 и 1:500, затем сопло для пламенноионизационного детектора  $\varnothing$  0,25 мм и приспособление для импрегнирования капилляра стационарной фазы.

**Стеклокапиллярная колонна ХРОМ 4m** — рис. 42 в приложении.

В качестве другого самостоятельного узла по заказу поставляется стеклокапиллярная колонна ХРОМ 4m. Колонна состоит из стеклокапилляра внутренним диаметром от 0,18 до 0,24 мм, внешним диаметром от 0,1 до 1,2 мм длиной около 50 м. Капилляр свободно намотан в виде круглого пучка  $\varnothing$  200 мм и уложен в металлическом защитном кожухе с неподвижными выводами. На входе находится входной делитель со сменными делительными капиллярами для делительных отношений около 1:100, 1:200 и 1:500.

Затем в качестве принадлежностей поставляются статив, сопло  $\varnothing$  0,25 мм для пламенно-ионизационного детектора, запасной делитель и приспособление для импрегнирования капилляра стационарной фазы.

## 10. Руководство по обслуживанию

Уважаемый заказчик,

Вы получили другой прибор из серии ХРОМ, который предназначен для осуществления хроматографических анализов в лабораториях всех видов. Для его исправного действия необходимо соблюдать следующие указания.

### 10.1 Эксплуатационные мероприятия

При размещении прибора необходимо иметь в виду, что за прибором должно быть свободное пространство (0,4—0,5 м), так как при вентилировании термостата через клапан протекает горячий воздух и выходит через заднюю перфорированную стенку прибора. Для переноски прибора служат 4 привинчиваемые рукоятки, которые принадлежат к принадлежностям.

### 10.2 Меры безопасности

Для эксплуатации лабораторного хроматографа ХРОМ 5 требуются сжатые газы из баллонов. Поэтому необходимо соблюдать стандарт ЧСН 07 8305, предназначенный для работ с газовыми баллонами. Работы с прибором могут производить лица обученные (см. ЧСН 34 3100), кото-

рые ознакомлены с опасностью взрыва при работе с водородом. Время от времени необходимо проверить герметичность газовых каналов (см. стр. 17), в особенности при работе с водородом в качестве несущего газа.

## 10.3 Эксплуатация газового хроматографа ХРОМ 5

**Монтаж колонн:**

Наполнительные колонны из нержавеющей стали: внешний  $\varnothing$  5 мм, внутренний  $\varnothing$  3 мм; колонны прикрепляются к патрубкам в съемной головке термостата при помощи накидных шестигранных гаек М10×1 и металлических уплотнительных колец.

Входная сторона наполнительной колонны должна отстоять несколько см от конца трубки без наполнения для того, чтобы образовалось достаточное пространство для газификации образца. Колонну требуется присоединить к головке термостата так, чтобы этот конец колонны находился на стороне впрыскивающей камеры. Концы наполнительной колонны должны закрываться стеклян- ной ватой.

Стеклокапиллярные наполнительные колонны  $\varnothing$  5 и  $\varnothing$  3 мм прикрепляются также при помощи накидных гаек М10×1, однако в качестве уплотнения применяются кольца »0« из силиконовой резины или кольца из тефлона.

Накидные гайки для монтажа стеклокапиллярных колонн имеют рифление, цилиндрическую форму и подтягиваются рукой (не применяйте инструмент). Подтягивание инструментом не имеет влияние на уплотнение соединения, однако оно может вызвать раздробление стеклокапиллярной колонны. При работе с наполнительными колоннами можно применить выходной делитель (effluent splitter), который позволяет работать с одной колонной и детекторами FID и AFID одновременно. Этот делитель изображен на рис. 37 в приложении.

Металлические капиллярные колонны ХРОМ 4i монтируются аналогичным способом, как наполнительные колонны. Однако они не присоединяются к патрубкам на головке термостата непосредственно, а с помощью редукции. На входной конец капиллярной колонны монтируется редукция, которая потом при помощи шестигранной накидной гайки М10×1 и металлического уплотнения присоединяется к патрубку детектора на головке термостата.

Сама капиллярная колонна уплотняется в редукции также металлическим уплотнительным кольцом.

Входной конец нержавеющей капиллярной колонны прикрепляется к делителю (splitter). Набрызганный образец здесь разделяется между капиллярной колонной и вспомогательным делительным капилляром такого же диаметра, который выходит в атмосферу с обратным отношением их сопротивлений; чем делительный капилляр короче, тем большая часть впрыскиваемого образца истекает в атмосферу.

### 10.4 Установка головки FID — AFID

Первые шаги при пуске собранного прибора в ход включают в себе монтаж колонн в головке с пламенными ионизационными детекторами, по-



садку головы с колоннами на термостатируемую камеру и оснащение впрыскивающих блоков соответственным силиконовым уплотнением. В термостате устанавливается предохранительный выключатель для защиты колонн на максимальную температуру, которую закрепленная фаза может кратковременно выдержать.

При работе только с одной колонной рекомендуется закрыть газонепроницаемые неиспользованные патрубки на верхней плате хроматографа. Этим устраняется возможность проникание несущего газа, а главным образом водорода, в пространство термостатной камеры. Дальнейшие указания в этой главе будут касаться работы с двумя колоннами при постоянной температуре и с дифференциальной записью.

### 10.5 Грубая установка пневматического режима

Для успешной эксплуатации газового хроматографа требуются следующие сжатые газы в указанной чистоте:

- водород электролитический
- азот ламповый
- воздух технический
- гелиум

Примечание: В случае воздуха можно применить в качестве источника сжатый воздух и центральное распределение на рабочем месте или зубоветеринарный компрессор. Однако безоговорочно необходимо перед хроматографом поместить мощный маслоуловитель и высушивающее устройство.

Баллоны, в особенности для водорода, рекомендуется испытать мыльным раствором на герметичность под главным затвором. Потом присоединяют соответствующие редукционные вентили, которые также необходимо проверить на герметичность.

Прибор позволяет работать вплоть до избыточного давления 1 МПа ea входе колонн. Следовательно, на источнике несущего газа необходимо применить воздушный вентиль, входной манометр которого градуирован до 4,0 МПа. Для этого случая необходимо применить вкладыш азот-воздух (ст. 23) и редукционный вентиль для воздуха (ст. 22), которые поставляются в принадлежностях. Манометр на выходной части воздушного редукционного вентиля проградуирован до 4 МПа с рабочим давлением 2,5 МПа. В случае применения других несущих газов остаются те же самые принципы. Редукционный вкладыш между баллоном и редукционным вентиляем входит в список принадлежностей для несущего газа гелия (ст. 25) и водорода (ст. 24).

Ныне присоединяют выбранные редукционные вентили, которые необходимо также испытать на герметичность. При закрытом выходном вентиле (поз. 2 а рис. V) и установленном давлении ниже рабочего предела, обозначенного красной риской на манометре выходного давления, и при открытом вентиле баллона газ не смеет истекать в местах, обозначенных на рис. V (поз. 1). В случае негерметичности в месте поз. 1 необходимо манометр подтянуть или сменить фибровое уплотнение, которое поставляется с редукционным вентиляем. Герметичность открытого вентиля (поз. 2) проверяется пенным раствором. Герметичность

поз. 2 может достигаться путем подтягивания накидной гайки. При негерметичности на поз. 3 редукционный вентиль необходимо отправить в ремонт (Монтажные заводы н. п. Либерец).

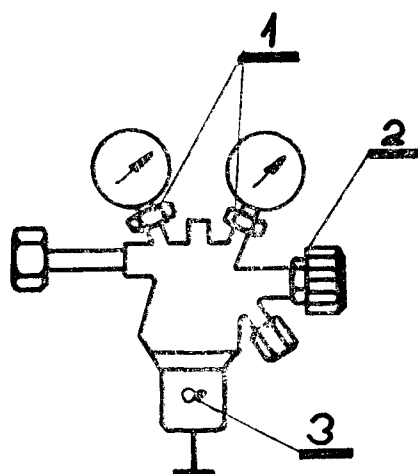


Рис. V

Затем к соответствующим редукционным вентилям присоединяют капилляры распределения газов, обозначенные согласно типу газа. Перед присоединением вентиля к прибору ХРОМ 5 надо их «продуть».

После этих операций производят пневматическое соединение распределения газов с головкой термостата и присоединение прибора к источникам газа. Для соединения распределения газов с головкой FID — FID на верхней плате хроматографа вверху расположено три пары патрубков с обозначениями H<sub>2</sub> — А и В, AIR А и В, CARR А и В и одна с обозначением ВЕ; восьмая пара является окончанием предохранительных вентиля для предотвращения повреждения тензометрических измерительных приборов избыточным давлением. Три пары одинаково обозначенных патрубков расположены на головке с пламенными ионизационными детекторами. Соответствующие патрубки просоединяются тефлоновыми трубками, оснащенными на обоих концах накидными гайками и уплотнительными кольцами. Присоединение прибора к источникам газов производится металлическими капиллярами, оснащенными на одном конце винтовым соединением для присоединения редукционного вентиля, а на другом конце фланцем с накидной гайкой и уплотнительным кольцом «0» для присоединения ко входным патрубкам на правом боку прибора.

При работе с пламенным ионизационным детектором необходимо применять несущий газ, водород и воздух без следов органических примесей. Присутствие органических примесей (например метана) в упомянутых газах вызывает высокий уровень основного ионизационного тока и тем самым и шума.

После присоединения прибора с источниками газа закрывают все игольчатые вентили на левой передней панели прибора; на редукционных вентилях баллонов с несущим газом, водородом и воздухом (в случае необходимости и на иных источниках этих газов) закрывают выходное вен-



тили и освобождают мембраны. Потом открывают главные запоры у источников газов и устанавливают мембраны вентилях так, чтобы выходные манометры (на стороне редуцированного давления) показывали у несущего газа 2,5 МПа, у водорода 0,15 МПа, у воздуха около 0,7 МПа (не менее 0,5 МПа), после чего полностью открывают выходные игольчатые вентиля на редуцированных вентилях у источников. Прежде, чем промывают отдельные газовые пути, проверяют из герметичность. Если насажена только одна колонна, то на верхней плате хроматографа закрывают выходной патрубок для другой колонны (распределение газа) запорными гайками (заглушками, которые поставляются в принадлежностях). Контуры колонн проверяют последовательно, вставляя вместо пламенного ионизационного детектора в штыковой затвор приспособление для измерения расхода воздуха для контроля герметичности, рис. 4С в приложении. Так как тензометрические манометры для несущего газа питаются из узла регулирования температуры, то необходимо еще перед собственно испытанием газонепроницаемости произвести следующее:

1. Перед подключением прибора к сети проверяют, находится ли защитный выключатель на задней стороне термостата в положении I (включено) в выключатель «POWER» на передней панели (влево внизу) — в положении «выключено». Этот выключатель действует через контактор и выключает (а также включает) весь прибор. Ныне подключают к прибору сеть, включают главный выключатель «POWER» и выключатель «MAINS» регулятора температуры (вправо внизу).
2. Переключатели и потенциометры на панели регулятора переводят в нулевые положения, а кнопку «PROGRAMMER» переводят в положение «выключено».
3. Переключатели манометра А и В устанавливают на самый низкий диапазон  $0-1 \cdot 10^5$  Па. Если игольчатые вентиля несущего газа закрыты полностью и в колоннах нет давления, то стрелки электрических измерительных приборов должны находиться в нулевом положении.

Приоткрывая соответствующий игольчатый вентиль несущего газа, вводят давление в проверяемый контур. Так как контур водорода в детекторе соединен с контуром несущего газа, то необходимо, чтобы соответствующий вентиль водорода был закрыт. Однако испытание на герметичность нельзя производить при более высоком давлении, чем указано, т. е.  $1 \cdot 10^5$  Па, так как двойные манометры, показывающие расход водорода, могли бы испортиться. Следят за давлением несущего газа и при максимальном отклонении стрелки манометра  $1 \cdot 10^5$  Па закрывают вентиль несущего газа. После закрытия вентиля и установления давления стрелка на манометре не смеет отклониться более, чем на 2 % за 3 минуты. Установившееся состояние определяется по стрелке манометра, которая уже не повышается. Затем при закрытом игольчатом вентиле для несущего газа проверяют таким же способом герметичность распределения водорода. Расход водорода устанавли-

вают примерно на 80—90 мл/мин. После закрытия игольчатого вентиля и установления давления стрелка манометра не смеет понизиться более, чем на 2 %/3 мин. Герметичности распределения воздуха проверяют аналогичным способом, лучше всего на верхней плате хроматографа (распределение газов) путем закрытия соответствующего патрубка. В случае негерметичности ее необходимо локализовать и устранить (путем подтягивания или замены уплотнения на колонне или впрыскивающей камере).

Общая герметичность газораспределения в приборе ХРОМ 5 проверяют подобным способом. Однако в этом случае необходимо закрыть соответствующие патрубки (рис. III, стр. 15) распределения газов на верхней плате хроматографа заглушками. Регулировочные вентиля расхода газов устанавливают так, чтобы полное отклонение стрелки тензометрического измерительного прибора на панели распределения несущего газа составляло  $1 \cdot 10^5$  Па. Если ныне закроют выходной регулировочный вентиль на редуциционном вентиле баллона (рис 5, стр. 42, поз. 2), то после установления давления на тензометрических измерительных приборах не смеет быть больше, чем 2 %/3 мин.

Ныне можно прополаскать газораспределение. Приоткрывают игольчатый вентиль для регулирования расхода несущего газа так, чтобы на втором диапазоне манометра несущего газа ( $2 \cdot 10^5$  Па) измеритель показывал в грубых чертах максимальное значение. Безразлично, начинают ли проверку с канала А или В; конечно, необходимо в эксплуатацию оба канала. Если не производят кондиционирование колонн, то несущий газ проходит через прибор примерно восемь часов. После прополаскивания газораспределения несущим газом приоткрывают игольчатые вентиля для регулирования расхода воздуха и водорода так, чтобы измерители показывали примерно максимальное значение. Вентили открывают в следующем порядке: воздух, водород для обоих каналов.

После прополаскивания газовых путей можно пускать в ход детекторы и электрометрический усилитель для обработки сигнала. Однако для этой цели необходимо, чтобы были установлены свойства колонн. Из этого вытекает, что дальнейший процесс будет охватывать запуск термостата и установление температуры в термостатной камере. Здесь надо иметь в виду, имеются ли в приборе установленные колонны или колонны с вновь подготовленным наполнением. В последнем случае необходимо произвести так называемое кондиционирование колонн, о чем говорится в специальном примечании в главе 11.1. Ныне предположим, что будем работать с установившимися колоннами.

## 10.6 Установка температурного режима

На панели регулятора температуры при помощи переключателей и потенциометров устанавливают избранную температуру в термостате, впрыскивающих камерах и в детекторе; выжидают до тех пор, пока температура не установится. Об этом удостоверяются, с одной стороны, потому, что контрольные лампы отопления в про-

свечивающих кнопках »Т«, »S«, »D<sub>A</sub>«, »D<sub>B</sub>« на панели распределения газов в регулярных интервалах загораются и гаснут, с другой стороны, путем нажатия соответствующей кнопки и наблюдения за указателем температуры. У впрыскивающих камер установление длится немного больше (20—30 мин). Это время можно сократить путем переключения на более высокую температуру и возвращения к требуемой температуре после приближения к ней.

Примечание:

Температура впрыскивающих камер и детекторов может быть максимально на 250 °С выше, чем температура термостата. Показание на измерителе является ориентировочным и не совпадает точно с действительной, установленной температурой.

### 10.7 Зажигание пламени и юстировка электрометра

Перед зажигом пламени необходимо уменьшить расход газов. Давление несущего газа уменьшают так, чтобы его расход составлял около 30 мл/мин. Расход измеряют пузырьковым расходомером. Для этой цели вынимают детектор и на платинное сопло насаживают трубку (Ø 2 мм) пузырькового расходомера. Расход водорода при этом закрыт. После измерения и установки расхода несущего газа устанавливают расход водорода на 70—80 мл/мин., а расход воздуха — на 500 мл/мин. Насаживают детектор обратно и примерно через 10 минут, присоединяя накопники подводящего кабеля последовательно к обоим детекторам и нажимая кнопку »IGNITION« внизу на панели распределения газов, пытаются зажечь в детекторах пламя. Зажигание проявляется »тяганием« в детекторах. Если пламя не горит, то снижают немного расход несущего газа, насаживают детектор обратно и снова пытаются зажечь пламя. Это делается до тех пор, пока не удастся установить устойчивое пламя, после чего снижают расход водорода до рекомендуемого значения, т. е. до 26 мл/мин. Затем надо выждать примерно 15 минут, чтобы температура в детекторах установилась.

В обоих каналах узла электрометра переводят переключатель »RANGE« в положение 1000, переключатель »ATTENUATOR« — в положение »OUT«, переключатель »COMPENSATION COARSE« — в положение 1, а потенциометр »COMPENSATION FINE« переводят в крайнее левое положение. В этом положении потенциометра »COMPENSATION FINE« закорачивается компенсационный контур — ток компенсации равен нулю. Если нажата кнопка »А« или »В« под измерительным прибором, то после включения выключателя »MAINS« на панели узла показание измерительного прибора на панели узла должно быть около нуля. Детектор А подключают к штепсельным розеткам »INPUT А« и »—220 В«, а детектор В — к штепсельным розеткам »INPUT В« и »—220« на верхней плате хроматографа (рис. 11 в приложении). Для подключения служат две пары коаксиальных кабелей с коннекторами (принадлежности ст. 28 а 29). Более коротким кабелем присоединяется измерительный электрод к »INPUT«, а более длинным кабелем второй электрод

присоединяется к ионизационному напряжению »—220 В«.

Потом в канале А узла »ELEKTROMETER« устанавливают переключатель »ATTENUATOR« в положение 64 и переключателем »RANGE« последовательно повышают чувствительность до тех пор, пока при нажатой кнопке А не будет достигнуто существенного отклонения стрелки измерительного прибора. Это отклонение устанавливают снова на нуль путем установки переключателя »COMPENSATION COARSE« в канале А и вращения соответствующего потенциометра »COMPENSATION FINE« в направлении вращения стрелок часов. Если при данной установке переключателя »COMPENSATION COARSE« диапазон потенциометра »COMPENSATION FINE« не будет достаточным для полной компенсации основного ионизационного тока, то этот потенциометр возвращают в исходное положение. Переключатель »COMPENSATION COARSE« переводят в положение 10 и процесс повторяют, причем в случае необходимости переключатель »COMPENSATION COARSE« переводят в положение 100 и дальнейшие.

После достижения компенсации снова повышают чувствительность и производят компенсацию. Может случиться, что повышение чувствительности после осуществленной компенсации вызовет отрицательное отклонение стрелки измерительного прибора. Это случается тогда, если при установленной чувствительности компенсационный ток устанавливают немного больше, чем требуется для компенсации до нуля. Это перекомпенсирование возникает очевидно только при более высокой чувствительности и для соответствующей поправки, как правило, достаточно только уменьшить компенсацию при помощи потенциометра »COMPENSATION FINE«. После этого весь процесс повторяют с другим каналом.

По соображениям грубого деления шкалы измерительного прибора на этой стадии является целесообразным присоединить самописец и с его помощью докончить компенсацию при более высоких чувствительностях. Стремятся установить перо самописца на избранную нулевую линию при помощи элементов управления компенсацией.

Переключатель »RANGE 4« будет в положении 1, а переключатель »ATTENUATOR« — в положении 64.

### 10.8 Присоединение самописца и интегратора к хроматографу

В газовом хроматографе ХРОМ 5 применяется так называемая двухканальная дуальная система, принцип которой изображен на рис. 32 в приложении. Система позволяет осуществлять следующие рабочие варианты:

- а) Дуальное расположение с разностной обработкой. Сигналы с детекторов А и В снимаются независимо друг от друга и усиливаются; в выходном контуре электрометра создается их разность. Этот разностный сигнал обрабатывается, например, одним каналом двухдорожечного самописца, присоединенного к выходу »OUTPUT А—В« (рис. 32 в приложении). Такое расположение позволяет осуществ-

влять совершенную компенсацию тока покоя при программируемой температуре.

- б) Дуальное расположение с независимой обработкой сигнала детекторов А и В. Сигналы с детекторов А и В снимаются независимо друг от друга, усиливаются и в отдельности выводятся на выходные коннекторы электрометра «OUTPUT А», «OUTPUT В» (рис. 32 в приложении). Такое расположение позволяет осуществлять различные комбинации детекторов (FID — AFID), различные комбинации колонн при изотермической работе, когда на двухдорожечном самописце получают две различные хроматограммы.

Хроматографическую запись предыдущих двух рабочих вариантов можно с успехом комбинировать с кривой программируемой температуры, если один канал самописца присоединить к коннектору с обозначением «TEMP. PROGR».

В принадлежностях поставляются три одинаковых подводящих кабеля (СН-1) для двухдорожечного самописца TZ 4221 и интегратора IT-2. На правом боку прибора ХРОМ 5 (рис. 3 в приложении) находятся выходные коннекторы, расположенные в двух вертикальных рядах и обозначенные «RECORD 10 мВ» (для присоединения самописца) и «INTEGR. 10 В» (для присоединения интегратора).

Каждая дорожка самописца имеет самостоятельное перо. Коннекторы для присоединения самописцев расположены на задней стороне самописцев и управляются кнопками «START А» и «START В» на верхней плате прибора ХРОМ 5 (рис. III). Таким же кнопками пускается в ход и интегратор IT 2, который обычно присоединяется к одному из выходных коннекторов с обозначением 10 В (задний ряд).

Один конец подводящего кабеля СН-1 оснащен коннектором, который присоединяется к выходам ХРОМ 5. Второй конец закончен двумя банановыми штепселями для присоединения сигнала ко входу самописца или интегратора и коннектором для присоединения сигнала, управляющего пером самописца или запуском интегратора. Этот коннектор у самописца присоединяется PEN 1, PEN 2 или PEN 3, PEN 4, а у интегратора присоединяется к штепсельной розетке, обозначенной «RESET».

На самописце, присоединенном к коннектору в переднем ряду с обозначением «RECORD 10 мВ», записывается сигнал, который желают интегрировать. Если сигнал достаточно велик, то можно переключить входной диапазон интегратора на 5 В и присоединить интегратор к выходу хроматографа, обозначенному «INTEGR. 10 В». Если отклонение пера самописца, при положении 512 переключается «АТТЕНУАТОР» меньше или равно 100 % то интегратор работает с полной точностью.

При малых сигналах надо переключить входной диапазон интегратора на 10 мВ и присоединить интегратор параллельно к самописцу кабелем Z-I. Переключатель «АТТЕНУАТОР» устанавливают всегда в такое положение, чтобы максимумы пиков, которые надо измерять с боль-

шой точностью, располагались в диапазоне от 40 до 100 % отклонения самописца. Надо иметь в виду что интеграторы типа, которым является IT 2, не способны обрабатывать сигналы с относительно большим шумом, то есть сигналы при больших чувствительностях. Кабель для запуска интегратора (м) может присоединяться к соответствующему выходному коннектору 10 В.

Запуск программирующего устройства управляется только кнопкой «START А». Поэтому, если работа происходит только с детектором «В» и с программирующим устройством температуры, при набрызгивании необходимо нажать одновременно обе кнопки «START А» и «START В».

## 10.9 Оптимизация рабочих условий

Данная хроматографическая колонна, работающая при определенной температуре, для данной хроматографической смеси и при определенном расходе несущего газа обладает максимальной разделительную способностью.

Оптимальная скорость несущего газа зависит практически от всех параметров колонны, которые каким-либо способом можно менять. (Вид и зернистость носителя, вид и проценты закрепленной фазы, вид и давление несущего газа, внутренний диаметр колонны и температура.)

Основные характеристики пламенного ионизационного детектора (чувствительность, устроичивость, линейность реакции) являются функциями скоростей течения всех трех газов, электрических и геометрических параметров (напряжение на электродах, форма и конфигурация электродов,  $\varnothing$  сопла горелки).

Оптимальные значения параметров, общих для колонны и детектора (расход несущего газа, давление), как правило, не совпадают и, следовательно, необходимо искать подходящий компромисс. Для этого рекомендуется следующий порядок работы:

1. Избирают подходящую колонну, вид сорбента и температуру колонны.
2. При установившейся температуре снижают постепенно расход несущего газа и замеренные значения применяют для расчета количества теоретических тарелок колонны; расход проверяют по данным манометра на входе колонны и на выходе пузырьковым расходомером. Путем нанесения количества теоретических тарелок относительно соответствующих избыточных давлений (расходов) на входе или на выходе колонны получают кривую, по которой графической интерполяцией можно определить оптимальную скорость (избыточное давление — расход) несущего газа. Потом при анализе работают либо с этой оптимальной скоростью, либо со скоростью более высокой с учетом разделения анализируемой смеси и требуемого времени для анализа.
3. При определении скорости несущего газа снижают последовательно расход водорода и записывают реакцию на определенное постоянное количество проверяемого вещества. Максимум на кривой зависимости от расхода водо-

рода соответствует оптимуму. Расход воздуха не требуется оптимизировать; целесообразно работает с расходом минимально около 500 мл/мин.

Для осуществления операций (2) и (3) необходимо приготовить подходящие проверяемые вещества с концентрацией 1—5 %. В качестве растворителя является целесообразным брать сероуглерод. Этот раствор впрыскивают в таком количестве, чтобы при относительной чувствительности 2000—8000 высота соответствующей кривой составляла по крайней мере половину диапазона шкалы самописца.

Относительная чувствительность  $C_R$  представляет собой отношение максимальной абсолютной чувствительности

$$C_{\text{макс.}} = \frac{10 \text{ мВ}}{10^{-12} \text{ А}}$$

к установленной абсолютной чувствительности

$$C_N \left( C_R = \frac{C_{\text{макс.}}}{C_N} \right).$$

Относительная чувствительность  $C_R$  дана произведением установленных значений элементов на передней панели электрометра «RANGE» и «ATTENUATOR»; (например «RANGE» в положении 10, «ATTENUATOR» в положении 8, относительная чувствительность  $C_R = 80$ ) показывает, во сколько раз установленная чувствительность  $C_N$  меньше, чем максимальная чувствительность  $C_{\text{макс.}}$

При работе с парой одинаковых колонн достаточно произвести оптимизацию для одного канала; найденные условия справедливы приблизительно и для второго канала. При работе с парой различных колонн необходимо произвести оптимизацию с каждым каналом в отдельности.

При применении сопла диаметром 0,7 мм (работа с наполнительными колоннами) и при расходе несущего газа ( $N_2$ ) 30 мл/мин оптимальная скорость расхода водорода составляет 25 мл/мин. Зависимость реакции (выраженная эффективностью ионизации и основного тока ионизации на расход водорода при указанном расходе азота приведена на рис. 43 в приложении).

Влияние изменений расхода несущего газа при расходе водорода 26 мл/мин. приведено на рис. 44 в приложении. Указанные данные были получены при расходе воздуха 500 мл/мин. (для каждого детектора), причем расходы всех трех газов измерялись при нормальном давлении и при температуре 20 °С. Стрелки на диаграммах обозначают принадлежность данной кривой к соответствующей координате. При указанных условиях эффективность ионизации с пламенным ионизационным детектором составляла  $1,83 \cdot 10^{-1}$  К/грамм-атом парафинового углерода, а основной ток ионизации при этой эффективности ионизации составлял  $1,05 \cdot 10^{-10}$  А. Реакция детектора при этих условиях была линейной вплоть до скорости подвода вещества в детектор  $1 \cdot 10^{-7}$  грамм-атомов парафинового углерода в секунду, причем минимальное детектируемое количество подвода вещества составляло  $1,05 \cdot 10^{-13}$  грамм-атомов парафинового углерода в секунду. Влия-

ние расхода воздуха на реакцию и основной ток ионизации при расходах  $N_2$  30 мл/мин. и  $N_2$  26 мл/мин. приведены на рис. 45 в приложении.

Рис. 46, 47 а 48 в приложении изображают зависимость эффективности ионизации и основного тока ионизации от расходов водорода, азота и воздуха при применении сопла диаметром 0,25 мм, т. е. при условиях работы с капиллярной колонной. Рис. 46 в приложении изображает зависимость реакции и основного тока ионизации от расхода водорода при расходе азота 0,5 мл/мин. Рис. 47 в приложении изображает зависимость этих величин от расхода азота при расходе водорода 24 мл/мин., а рис. 48 в приложении изображает влияние расхода воздуха на реакцию и основной ток ионизации при расходе  $H_2$  24 мл/мин. и  $N_2$  0,5 мл/мин. При исследовании зависимости эффективности ионизации и основного тока ионизации от расходов водорода и азота расход воздуха составлял 500 мл/мин, причем все расходы также выражены при нормальном давлении и температуре 20 °С окружающей среды.

Из рис. 46 в приложении видно, что реакция при данном расходе азота достигает максимального значения  $1,6 \cdot 10^{-1}$  К/грамм-атом расхода азота при расходе водорода 24 мл/мин. Повышение расхода азота при расходе водорода 24 мл/мин. Повышение расхода азота при расходе водорода 24 мл/мин (рис. 47 в приложении) ведет в определенном интервале к возрастанию реакции и основного тока ионизации; реакция достигает максимума  $1,77 \cdot 10^{-1}$  К/грамм-атом парафинового углерода при расходе азота 0,45 мл/мин.

## 10.10 Порядок работы с AFID

Если в нормальном пламенно-ионизационном детекторе пламя соприкасается с солью щелочного металла, то такой детектор показывает повышенную чувствительность к соединениям, содержащим фосфор, галогены или же азот и серу. Для таких случаев к прибору поставляются специальные сопла, которые надо винтить вместо сопел, применяемых при нормальной пламенно-ионизационном детектировании. На специальное сопло насаживается вкладыш с содержанием соли щелочного металла и тем самым осуществляется модификация FID в AFID.

Вкладыши изготавливаются из пористого керамического вещества и их необходимо несколько раз смочить в теплом насыщенном растворе соли щелочного металла ( $Na_2SO_4$ ,  $K_2SO_4$ ). Сначала вкладыш смачивается в течение 10 минут, а при последующем смачивании в течение около 10 секунд. Между каждым смачиванием вкладыш основательно высушивается.

Порядок пуска детектора в эксплуатацию совершенно схож с порядком, приведенным у нормального FID, исключая оптимизацию рабочих условий.

Типичной характеристикой AFID является реакция детектора на данное постоянное количество вещества, подаваемого в детектор во временном узле; она повышается с возрастанием

основного тока ионизации, который при данном расходе несущего газа и воздуха пропорционален расходу водорода. При таких обстоятельствах, конечно, чувствительность и шум, так что оптимум снова является определенным компромиссом.

Свойства AFID очевидны из следующего примера: В термостате была нержавеющая колонна длиной 120 см и диаметром 3 мм наполнена 17 % полиэтиленовым спиртом 1540 на Хроматоне N, температура колонны составляла 120 °С, расходы несущего газа (N<sub>2</sub>) и воздуха составляли 0,5 и 10 мл/сек (при давлении около 0,1 МПа и температуре 20 °С). Проверяемыми веществами были диэтилпропиловый эфир метанфосфорной кислоты (DIP) и хлорбензол. Насадка на сопло была изготовлена из пористого вещества, насыщенного Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. При этих условиях были измерены зависимости эффективности ионизации для DIP хлорбензола от основного тока ионизации (рис. 49 и 50 в приложении). Принимая во внимание уровень шума, за оптимум взяли основной ток ионизации  $6 \cdot 10^{-9}$  А; при этом токе эффективность ионизации для DIP составляла  $1,2 \cdot 10^3$  К/мол, а для хлорбензола  $2,4 \cdot 10^3$  К/мол. Зависимость реакции для DIP была линейной вплоть до дозированного количества  $1 \cdot 10^{-8}$  моля, что при данных условиях отвечало скорости подвода вещества в детектор  $1,67 \cdot 10^{-10}$  молей в секунду. При более высоких скоростях происходила инверсия хроматографической кривой. Минимальное детектируемое количество при указанных условиях отвечало скорости подвода DIP  $3,6 \cdot 10^{-12}$  молей в секунду при шуме  $1,2 \cdot 10^{-11}$  А.

При оптимизации можно действовать следующим образом:

Переключателями »RANGE« и »ATTENUATOR« на панели узла »ELECTROMETER« устанавливают относительную чувствительность 12 800, выключают компенсацию путем поворота потенциометра »FINE« до левого упора и при данных расходах несущего газа и воздуха устанавливают расход водорода так, чтобы стрелка соответствующего измерительного прибора на панели вышеупомянутого узла показывала 60 мкА. Это отклонение потом компенсируют потенциометром »COMPENSATION FINE« (»COMPENSATION COARSE« находится в положении »10 000«), после чего прибор подготовлен к работе. Упомянутые операции производят, конечно, с каналом, который включает модифицированный детектор.

## 10.11 Программная регулировка температуры

### 10.11.1 Установка программы

Под обозначенным процессом программы на панели узла »TEMPERATURE PROGRAM« расположено шесть переключателей так, что каждый управляет участком программы, которой графически изображен над ним. Процесс состоит из трех изотермических задержек с установкой их времени, двух участков линейных нарастаний температуры с установкой скорости нарастаний и из одного участка охлаждения с установкой времени охлаждения. Диапазоны нарастаний и задержек обозначены возле отдельных положений

переключателей. Установка температур для трех изотермических задержек производится следующим образом:

1. Все кнопки, кроме »MAINS« выключаются и дисплей сбрасывается на нуль путем нажатия кнопки »CLEAR«.
2. Нажимается кнопка »FAST« и наблюдается быстрое нарастание последовательности десятичных чисел.
3. Если значение на дисплее приближается к первой избранной температуре, то нажимают кнопку »SLOW« и на дисплее наблюдают медленное нарастание десятичных чисел.
4. При значении на дисплее числа, равняющегося первой избранной температуре, нажимают кнопку »FAST« до половины ее хода так, чтобы она не замкнула, а только разъединила нажатую кнопку »SLOW«. Тем самым счет на дисплее останавливается и нажатием кнопки »MEMORY 1« первая избранная температура переносится во внутреннее запоминающее устройство и одновременно загорится индикация первого изотермического процесса.
5. Снова нажимают кнопку »FAST«; если значение числа на дисплее приближается ко второй избранной температуре, то нажимается кнопка »SLOW« и при достижении этого значения избранная температура переносится в запоминающее устройство путем нажатия кнопки »MEMORY 2« аналогично, как в ст. 4; то же самое касается и третьей температуры.

Повторение всей программы обеспечивается нажатием кнопки »REPET«.

Общие принципы установки программы:

1. Первая избранная температура должна быть меньше второй, а вторая меньше третьей избранной температуры, причем все температуры должны быть заданы.
2. В случае нулевой задержки и эта температура должна быть задана согласно предшествующему параграфу.
3. Ошибочно избранная температура стирается на дисплее путем нажатия кнопки »CLEAR« и повторением процесса устанавливается исправная температура. При новой записи в запоминающее устройство автоматически стирается старая запись.

### 10.11.2 Эксплуатация программирующего устройства

#### Контроль установки

Программирующее устройство оснащено кнопкой »CHECK«, которое можно применить только при выключенной кнопке »SET-READY«. При нажатии этой кнопки последовательно на время около двух секунд на дисплее изображаются три избранные температуры при одновременной сигнализации соответствующих участков программы. На участке программы быстрого охлаждения на время от одной до двух секунд открывается вентиляционный клапан, хотя не нажата кнопка »PROGRAM« на панели узла »TEMPERATURE CONTROLLER«. В этом состоянии на дисплее не-

прерывно повторяется цикл выбора трех чисел (избранных температур) из 999 возможных значений

Перед началом анализа рекомендуется проверить установку температур в запоминающих устройствах, в особенности в условиях сильных сетевых помех.

### Ход программы

Установку значений температур в запоминающих устройствах «MEMORY I—III» проверяют на дисплее путем нажатия кнопки «CHECK». При замыкании кнопки «SET-READY» на дисплее появляется первое избранное значение, которое вызывает нагревание термостата хроматографа до этого значения, и сигнализацию первого участка прерывистом светом. Это состояние обозначает, что программа может начинаться только спустя определенное время, данное тем, что стрелка измерителя температуры установилась, сигнализация регулярно бликает, температура в термостате совпадает с установленной температурой для того, чтобы были достигнуты одинаковые условия для воспроизводимого хода программы.

Нажатием кнопки «START A», расположенной возле впрыскивающей камеры хроматографа, пускается программа в ход согласно установленным значениям. С этого момента сигнализация первого участка непрерывно светит. Кнопкой «START B» на управляется запуск температурной программы, а только маркирующее перо самописца и запуск интегратора ИТ 2, если интегратор включен на выходе хроматографа. Нажатием кнопки «ISOTH» программа останавливается в любой ее части. При выключении (отжатии) кнопки «ISOTH» наращивание продолжается с места остановки программы, а у задержек с начала задержки. При нажатой кнопке «ISOTH» нельзя переставлять параметр участка, на котором программа была остановлена.

Изотермическая задержка, после которой происходит нарастание температуры, увеличивается на время, которое соответствует избранному нарастанию. Например, при избранном нарастании  $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$  изотермическая задержка увеличивается на 6 сек, что обозначает время, в течение которого изменяется показание на дисплее на  $1^{\circ}\text{C}$ . На протяжении этого времени (6 сек) одновременно светят индикации изотермической задержки и последующего нарастания.

Запись температурной программы одновременно с хроматограммой на двухдорожечном самописце возможна при помощи специального коннектора «TEMP. PROGR.» на правом боку прибора ХРОМ 5 (рис. 3 в приложении). Выход программирующего устройства приспособлен так, чтобы общий диапазон  $10\text{ мВ}$  самописца отвечал  $500^{\circ}\text{C}$  (одно деление шкалы =  $5^{\circ}\text{C}$ ). Для исправного направления записи температурной программы надо присоединить заземление подвижного кабеля ко входному НИ зажиму, а живой провод — ко входному зажиму LO самописца.

## 11. Подготовка колонн

### 11.1 Наполнение и кондиционирование колонн

Наполнение наполнительных колонн производится по существу двумя способами: либо вакуумированием или избыточным давлением, либо комбинацией обоих способов.

В первом случае к выходному концу хроматографической колонны с помощью накидной гайки (для крепления колонны в головке FID — FID) прикрепляется съемник уплотнительных колец (рис. 37 поз. 1 в приложении), который необходимо приспособить. Приспособление заключается в замене стяжного болта полым болтом с ситом (принадлежность). Так как полая часть съемного приспособления имеет длину около 4 см, то рекомендуется ее заполнить 2,5 см силоновым или стеклянным волокном. Тем самым предотвращается повреждение стеклянных колонн и главным образом потери сорбента. Через конец съемного приспособления, законченного ситом, надевают вакуумную трубку, которая присоединена к вакуум-насосу. Ко входному концу хроматографической колонны при помощи резиновой трубки прикрепляется стеклянная воронка. После включения вакуум-насоса насыпают в воронку выбранный тип сорбента и постукивают на колонну. Время наполнения различно в зависимости от типа сорбента и длины колонны. Для колонны длиной 3,6 м и сорбента SPHERON SDA 80—100 меш. время равно примерно 20 минутам.

Во втором случае к выходному концу хроматографической колонны при помощи накидной гайки (для прикрепления головки FID — FID) присоединяют конический конец питателя (рис. 37 поз. 2 в приложении). Ко входному концу колонны прикрепляется съемное приспособление уплотнительных колец, оснащенное ситом. Крышечка питателя отвинчивается и в зависимости от длины колонны наполняется избранным сорбентом (для колонны длиной 120 см около  $8,5\text{ см}^3$ , для колонны длиной 250 см около  $18\text{ см}^3$  и для колонны длиной 370 см около  $27\text{ см}^3$  наполнения). После закрытия крышечки к ней при помощи накидной гайки прикрепляется полиэтиленовая трубка (принадлежность поз. 20). Другой конец полиэтиленовой трубки присоединяется к редукционному вентилю баллона с азотом. На редукционном вентиле устанавливается давление около 0,1 МПа, которое во время наполнения необходимо повышать вплоть до 0,3—0,5 МПа. При наполнении необходимо как на питатель, так и на колонну постукивать слегка для того, чтобы колонна наполнялась равномерно. Примерно через 20 минут открывают крышечку питателя и проверяют, опорожнилась ли она (сначала закрывают подвод азота). Если она не опорожнилась, то продолжают постукивать при одновременном повышении давления. После окончания наполнения закрывают колонны пробками из стеклянной ваты и оба конца закрывают герметически.

Если хотят работать со свежеподготовленными колоннами, то необходимо их теплокондиционировать. Кондиционирование производится с при-

менением температурной программы. Выбирают следующий порядок работы:

Входной конец (более длинный) колонны при помощи накидной гайки закрепляют во впрыскивающий блок головки FID — FID. Второй конец рекомендуется оставить свободным для того, чтобы в корпусе детектора не настала конденсация высококипящих веществ. Расход несущего газа устанавливают примерно на 30—40 мл/мин и нагревают колонну с температурным нарастанием 2 °С/мин каждый раз примерно на 80 + 100 °С. После достижения конца первого температурного нарастания оставляют постоянную температуру в течение одного двух часов. По истечении этого времени продолжается нагрев колонны с температурным нарастанием 1 °С/мин. После достижения конца второго температурного нарастания (повышение предыдущей температуры опять на 80 °С) оставляют постоянную температуру на 1—2 часа. Этот процесс повторяют вплоть до получения требуемой окончательной температуры. Окончательную температуру берут с учетом максимальной рабочей температуры избранного сорбента, указанной изготовителем. Для данного сорбента обычно берут на 10 °С ниже максимальной рабочей температуры. Конечно, можно кондиционировать и до максимальной рабочей температуры, указанной изготовителем. При этой окончательной температуре нагревают колонну еще минимально 10—12 часов. После окончания кондиционирования рекомендуется еще несколько раз слегка постукивать на колонну, чтобы частицы полностью ссыпались. Обычно затем необходимо еще колонну на входе дополнить. Ввиду того, что дополнение в большинстве случаев не превышает 4—6 см длины колонны, можно свечий участок наполнения кондиционировать одним или двумя скачками до окончательной температуры. После этой процедуры производят нагрев в течение одного часа при протекании несущего газа.

Этим кондиционированием колонн уменьшают до минимума основной сигнал, а тем самым шум и движение нулевой линии при программировании температуры. Кондиционирование производится перед оптимизации рабочих условий.

В случае колонн, которые содержат из предыдущих набрызгиваний трудно элюируемые фракции, можно температурное повышение произвести скачком.

Если применяют постоянно одинаковые стеклянные наполнительные колонны, то рекомендуется каждый раз перед пуском прибора в ход слегка подтянуть накидные гайки на входе и выходе колонн.

## 11.2 Импрегнирование капиллярных колонн

В принадлежностях капиллярных колонн имеется приспособление для их импрегнирования.

Оно состоит из стеклянной трубки (длина 250 мм, внутренний диаметр 3 мм), один конец которой имеет форму оливки, на которую насаживается силиконовая трубка с патрубком и накидной гайкой, присоединяемой к патрубку выхода газов и их распределения. На другом конце

стеклянной трубки находится присоединительная гильза с уплотнением, к которой присоединяется конец капилляра, который должен импрегнироваться. Описанное приспособление можно использовать для импрегнирования как стеклянных, так и металлических капиллярных колонн.

Пропиточным средством является раствор стационарной фазы в органическом растворителе, подходящем для данного вещества; концентрация растворителя берется в соответствии с видом стационарной фазы, которая должна применяться. При выборе вида растворителя и концентрации раствора необходимо соблюдать данные изготовителя стационарной фазы или данные из литературы.

Перед импрегнированием стеклянной капиллярной колонны необходимо ее вынуть из защитного кожуха. Крышка кожуха освобождается путем отвинчивания двух винтов на его обоих боковых сторонах. После этого собственно кожух ссовывается с капилляра, который прикреплен к крышке. Эта операция лучше всего осуществляется, если кожух находится в горизонтальном положении на прочной подкладке. При этом капилляр слегка придерживается к внутренней стенке крышки. Рифленные винты уплотнения, через которое проходит капилляр, хорошо доступны; после отпуска этих винтов можно острожно вытянуть ровные концы стеклянного капилляра.

Собственно импрегнирование производится в комнатной температуре. Сначала к стеклянной трубке приспособления присоединяется более короткий ровный конец (вход) капиллярной колонны так, чтобы он выступал примерно 1 мм над уплотнением из силиконовой резины, через которое он проходит и которое образует дно в стеклянной трубке. В этом положении он закрепляется путем подтягивания рифленного винта уплотнения. При помощи шприца в трубку вводится раствор стационарной фазы, объем которого соответствует примерно 2/3 объема колонны (около 1 мл для колонны длиной 50 м и диаметром 0,2 мм). Затем на оливку трубки насаживается силиконовая трубка, второй конец которой с помощью редукции и накидной гайки прикрепляется к выходу азота на верхнем кожухе распределения газа.

Потом открывается игольчатый вентиль азота и его давление устанавливается так, чтобы линейная скорость протекания раствора, проталкиваемого через капилляр, составляла 20—30 мм/сек. У металлических капиллярных колонн, где нельзя визуально наблюдать проходящий раствор, необходимо конец капилляра погрузить в воду и следить за исходящими пузырьками газа, которые должны выходить из колонны со скоростью 1 пузырек за 2—3 секунды. Азот должен подаваться равномерно для того, чтобы и тонкий слой на внутренней стороне капилляра, который образуется после прохождения импрегнирующего раствора, был по возможности наиболее равномерным. После вытеснения излишнего раствора продувание колонны азотом продолжается при комнатной температуре в течение примерно двух часов, после чего можно приступить к кондиционированию колонны.



Кондиционирование производится аналогично, как у наполнительных колонн, только температурное нарастание берут меньше, а время стабилизации после достижения окончательной температуры для данной стационарной фазы составляет около 24 часов при постоянном протекании несущего газа.

Кондиционирование металлических и стеклянных капиллярных колонн можно производить в термостате прибора. Стеклянную колонну надо вложить обратно в защитный кожух и присоединить к термостату в рабочем положении. Однако для понижения расхода азота можно заглушить ответвление на входном делителе.

Для повышения эффективности стеклянных капиллярных колонн рекомендуется предварительно подготовить их внутреннюю поверхность посредством обработки силаном или гидратации. По существу речь идет о химической реакции стекла с силанизационным или гидратационным реактивом, которым создается полярность поверхности стекла. Стационарная фаза лучше всего захватывается на поверхности с такими же свойствами, коковыми она сама обладает. Для неполярной стационарной фазы благоприятное действие имеет поверхность стекла, обработанная силаном, так как при такой обработке расщепляются гидроксильные группы в структуре стекла и его поверхность потом становится менее полярной. При гидратации, наоборот, поверхность стекла становится более полярной и поэтому для полярной стационарной фазы пригодна обработка гидратацией.

Сигнализация и гидратация производится таким образом, что силанизационный реактив (лучше смесь триметилхлорсилана + гексаметилхлорсилан в соотношении 1:3) или гидратационный реактив (или концентрирования соляная кислота) помещается в барботер с жидкостью, где происходит барботирование азота, который уносит пары реактива в присоединенный стеклянный капилляр, изъятый из защитного кожуха. Выходной конец капилляра погружается в сосуд с водой, так что можно наблюдать выходящие пузырьки газа. Давление азота устанавливается так, чтобы один пузырек выходил за 5—10 секунд. После прохождения примерно 10 мл газа стеклянный капилляр отсоединяется, а несущий газ продолжает протекать еще 2 часа. После этого оба конца закрываются (лучше всего сплавливаются) и нагреваются до 130 °С в течение 8 часов. Затем капилляр открывается, слегка продувается азотом и на этом заканчивается подготовка к импрегнированию.

## 12. Уход, наладка и устранение мелких дефектов

### 12.1 Контроль герметичности и наладка предохранительных вентилях манометров

Перед началом новых работ с хроматографом и, главным образом, после смены колонн рекомендуется проверить герметичность путей газа (гл. 7.2, 7.3) и подтянуть или сменить уплотнения колонн. Уплотнение впрыскивающих камер сменяют обычно ежедневно.

Если работают с высоким входным давлением (0,5—1 МПа) при применении длинных колонн с большим сопротивлением, то проверяют также герметичность предохранительных вентилях тензометрических манометров. Переохлаждение этих вентилях легко определяется путем присоединения пузырькового расходомера к последнему (восьмому) патрубку над распределением газов. К этому патрубку присоединены оба предохранительных вентилях. Эти вентилях на производственном предприятии установлены на 1,2 МПа и служат для защиты тензометрических манометров от повреждения высоким давлением (свыше 1,2 МПа). При обнаружении негерметичности этих вентилях надо снять левую боковую крышку прибора (после отпуска обоих винтов). Тензометрические манометры после этого совершенно доступны. Под каждым манометром находится соответствующий предохранительный вентиль. После снятия головок и отвинчивания затворов вентилях (колпачки с патрубком) можно вентилях вычистить и наладить (седло и уплотнительный шарик).

### 12.2 Контроль и наладка тензометрических манометров

Нажимают кнопку главного выключателя »POWER« на панели распределения газа и кнопку »MAINS« на панели регулятора температуры. Переключатели манометров А и В переводят в положение »0—1«. Если нет никакого давления на входах колонн (игольчатые вентилях »CARRIER GAS А« и »CARRIER GAS В« закрыты), то после установления оба электрические измерительные прибора А« и »В« должны показывать нуль. В противном случае нулевое напряжение устанавливается потенциометром Р3 (А) или Р4 (В) на тензометрическом узле (см. схему соединений на рис. 5 в приложении).

Для контроля совпадения обоих манометров соединяют 5 и 6 патрубки (GAR GAS А и В) сверху над распределением газов соединительной трубкой и медленно и весьма осторожно открывают один из вентилях А или В. Следят за нарастанием давления на обоих измерительных приборах и последовательно переключают переключатели обоих манометров. При давлении 5—6 · 10<sup>5</sup> Па открывают игольчатый вентиль и оба измерителя налаживают точно потенциометром Р1 или же Р2 на тензометрическом узле.

### 12.3 Контроль регулятора температуры и устранение мелких дефектов

Отдельные регулирования температуры проверяются путем нажатия кнопки »POWER« на панели распределения газа и кнопки »MAINS« на панели регулятора температуры при выключенной кнопке »PROGRAMMER«. При установке температуры выше температуры отдельных регулируемых мест загорается красная контрольная лампочка в соответствующей кнопке (световой указатель) под указателем температуры на панели распределения газа. Контрольная лампочка должна непрерывно светить до тех пор, пока температура в регулируемом месте не достигнет



установленной температуры и, наоборот, она не должна светить, когда установленная температура ниже температуры в регулируемом месте. Красная контрольная лампочка сигнализирует, что нагревательный элемент нагревает. Если температура термостатируемого объекта приближается к установленной температуре, то красный свет становится прерывистым. Температуру термостатируемого объекта можно в любое время ориентировочно измерить при помощи указателя температуры, нажав просвечивающую кнопку соответствующего регулируемого места, обозначенного буквами Т, S, D<sub>A</sub>, D<sub>B</sub> и E<sub>A</sub>, которая начнет светить зеленым светом. Одновременно может быть нажата только одна кнопка, а остальные кнопки должны быть повторным нажатием выключены. Если одно или несколько регулираний температуры не работает, то необходимо снять правую боковую крышку (после отпуска двух винтов) и проверить:

1. Исправно ли вставлены вилки коннекторов 61, 62, 63, 64 и сетевая штепсельная колодка на задней стенке узла.
2. Не перегорел ли плавкий предохранитель.
3. Не возникла ли неисправность в платиновом датчике или в его подводящих проводах — измеряют сопротивление (около 110 Ом при 25 °С) между штифтом 6 и прочими штифтами на вилке коннектора 64 (рис. 15 в приложении).
4. Не возникла ли неисправность на плате H4 регулятора. Эти платы взаимозаменяемы и в случае отказа только одного из пяти регулираний температуры можно путем замены плат идентифицировать неисправность. Для этой цели необходимо отпустив два винта внизу на задней стенке узла, выдвинуть его из шкафа.

В случае необходимости регулируемую температуру можно наладить при помощи подстроечного сопротивления R5 (рис. 16 в приложении) на плате H4 в заднем верхнем углу. При вращении подстроечного сопротивления R5 вправо регулируемая температура повышается.

#### 12.4 Наладка электрометра и устранение мелких дефектов

Перед присоединением детекторов к электрометру и началом работ рекомендуется проверить исправное действие электрометра путем записи нулевой линии при его максимальной чувствительности на самописце с диапазоном 10 мВ.

После кратковременного установления (3 мин) шум не смеет превышать  $10^{-14}$  А, т. е. одно деление шкалы.

Если обнаружится неисправность, то проверяют (после устранения боковой крышки хроматографа), исправно ли вставлены вилки выходных коннекторов 14, 15, 24, вилки коаксиальных коннекторов и сетевая подводящая колодка на задней стенке узла и не перегорел ли плавкий предохранитель.

Переключатель диапазонов »RANGE А« и »В«

переводят в положение »1000«, а выходной делитель »ATTENUATOR А« и »В« устанавливают в положение 1. Компенсационный ток выключен (»FINE« в крайнем левом положении). При помощи самописца с диапазоном 10 мВ можно точно наладить нуль напряжения при помощи подстроечного сопротивления P1 (рис. 31 и 32 в приложении) на задней стенке электрометра (подстроечное сопротивление регулируется отверткой).

Аналогичным способом можно наладить нуль тока при помощи подстроечного сопротивления P2 в предположении, что переключатель диапазонов »RANGE« находится в положении 1.

#### 12.5 Замена ремня вентилятора

Если обнаружат, что во время работы главный выключатель (контактор) автоматически выключил или при нажатии кнопки »POWER« не включил, то причина заключается либо в перегреве термостата свыше температуры, установленной на предохранительном выключателе в термостате, либо ремень для привода вентилятора оборвался или упал. Отопление термостата защищено предохранительным устройством у электродвигателя, которое с помощью микровыключателя выключает главный выключатель, как только приводной ремень вентилятора оборвется.

При замене ремня снимают заднюю перфорированную крышку с прибора и запасной ремень насаживают сначала на шкив вентилятора, а затем на шкив электродвигателя, причем следят за тем, чтобы ремень вошел в ролик предохранительного устройства.

#### 12.6 Замена наполнения фильтра (сушилки)

После продолжительной работы прибора необходимо сменить или высушить наполнение фильтра. Наполнение способно абсорбировать 7,2 г H<sub>2</sub>O. Фильтр находится в средней части прибора сзади внизу и наполнен молекулярным ситом 5 А, зрнитость 0,2—0,5 мм.

Отвинчивают придерживающие винты на левом боку прибора и на задней крышке в правой части прибора, устраняют крышки и отсоединяют сушильное устройство от распределения газа. Сушильное устройство образовано два раза изогнутой трубкой (прогнута книзу) с внешним диаметром 12,5 мм. Отвинчивают гайку, придерживающую сушильное устройство в правой части прибора, и левой стороной вытягивают сушилку из прибора. При изъятии сушильную трубку надо поворачивать, так она изогнута два раза. Молекулярное сито 5 А, которое образует наполнение трубки, заменяют новым или регенерируют уже примененное. При замене следят за тем, чтобы сито не упало с конца сушильной трубки. На выходном конце трубка закрыта нержавеющей фриттой а на входном конце — пробкой из ваты. Объем составляет около 40 см<sup>3</sup>. После замены или сушки наполнения фильтр монтируют таким образом, чтобы фритта была на выходной стороне и чтобы изгиб трубки был направлен книзу (т. е. в положении, которое было перед демонтажом).

### Приготовление молекулярного сита 5 А

Примененное или новое наполнение необходимо активировать. Наполнение нагревают до 300 °С и при давлении ниже атмосферного 0,01—0,001 МПа сушат 8—12 часов. Сито с таким наполнением вставляют в сушильное устройство.

### 13. Ремонты и техническое обслуживание

Гарантийные и внегарантийные ремонты в ЧССР обеспечивает предприятие Лабораторные приборы н. п. ОТС Прага 2, Штепанска 7, поч. индекс 120 00.

Торгово-технические услуги обеспечивают тоже долговременный сервис и уход — необходимо заключить соглашение

### Предупреждение:

Все схемы имеют только информативный характер.

### 14. Дополнение

В приборе ХРОМ 5 применены благородные металлы:

провод	Ag 0,5	1000/1000	4,025 г
припой	Ag 1	423811	24,710 г
припой	Ag 1,6	45 CuZn	2,000 г
провод	Pt 2	1000/1000	1,240 г
Pt измерительное слюдяное сопротивление			0,190 г
Pt измерительные стеклянные сопротивления			0,023 г