

885



# **ХРОМАТОГРАФ ЛАБОРАТОРНЫЙ ЛХМ-8МД**

**Модели 1—5, 7**

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ  
И ИНСТРУКЦИЯ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ**

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящее описание и инструкция по эксплуатации являются руководством по монтажу, обслуживанию и эксплуатации лабораторных газовых хроматографов серии ЛХМ-8МД моделей 1—5, 7.

Качество получаемых результатов при работе с приборами, надежность работы и срок его службы зависят от правильной эксплуатации, поэтому не приступайте к монтажу и работе с прибором, не ознакомившись с его инструкцией и инструкцией на потенциометр КСП-4.

В связи с тем, что завод постоянно работает над техническим совершенствованием прибора, возможны незначительные расхождения между конструкцией, схемой прибора и текстом настоящей инструкции.

## 2. НАЗНАЧЕНИЕ

Лабораторные хроматографы типа ЛХМ-8МД предназначены для анализа газовых и жидких многокомпонентных смесей органического и неорганического происхождения с температурой кипения компонентов до 350°C.

Действие хроматографа основано на использовании методов газо-адсорбционной и газо-жидкостной хроматографии в изотермическом и программированном режимах разогрева разделительных колонок с последующим детектированием и регистрацией анализа на ленте самопишущего потенциометра.

Хроматографы ЛХМ-8МД могут использоваться в лабораториях научно-исследовательских институтов, а также заводских и цеховых лабораториях.

Хроматографы ЛХМ-8МД устанавливаются в помещениях с температурой воздуха от +10 до +35°C, относительной влажностью до 80%, не содержащих агрессивных паров и газов, рентгеновского и  $\beta$ -излучения. Недопустимо воздействие на прибор сильных электрических и магнитных полей, тряски, вибраций, а также резких изменений окружающей температуры.

В зависимости от типа применяемого детектора (детектора по теплопроводности — ДТП ГОСТ 18091-72, детектора ионизации в пламени — ДИП ГОСТ 18950-73) и температурного режима работы разделительных колонок выпускаются модели серии ЛХМ-8МД согласно таблице 1.

Т а б л.

Моде- ли	Тип применяемого детектора	Тип колонки	Температурный режим нагрева разделительных колонок
1	ДТП	Насадочные спиральные	Изотермический
2	ДТП	Насадочные спиральные	Изотермический и линейное про- граммирование температуры
3	ДТП	Насадочные спиральные,	Изотермический
4	ДИП ДИП+ДИП	капиллярные Насадочные спиральные, капиллярные	Изотермический и линейное про- граммирование температуры
5	То же, что и модели 2 и 4	То же	То же
7	ДИП	»	Изотермический

### 3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ

#### 3.1. Чувствительность по пропану:

а) с детектором по теплопроводности при газе-носителе гелии при температуре  $150^{\circ}\text{C}$ ,  $\frac{\text{см}}{\text{мг/см}^3}$ , не менее  $1,25 \cdot 10^4$

б) с детектором ионизации в пламени при газе-носителе азоте:  
с УПТ при температуре  $80^{\circ}\text{C}$ ,  $\frac{\text{см}}{\text{мг/с}}$ , не менее  $2 \cdot 10^7$

с ИМТ-05 при температуре  $150^{\circ}\text{C}$ , Кл/мг, не менее  $4,0 \cdot 10^{-6}$

#### 3.2. Порог чувствительности по пропану:

а) с детектором по теплопроводности при газе-носителе гелии при температуре  $150^{\circ}\text{C}$ , %об, не более  $1 \cdot 10^{-3}$

б) с детектором ионизации в пламени при газе-носителе азоте:  
с УПТ при температуре  $80^{\circ}\text{C}$ , мг/с, не более  $2,5 \cdot 10^{-8}$

с ИМТ-05 при температуре  $150^{\circ}\text{C}$ , мг/с  $2,5 \cdot 10^{-8}$

3.3. Наибольшее значение определяемой концентрации в линейном диапазоне, % об, не менее:

а) для детектора по теплопроводности 50

б) для детектора ионизации в пламени 1,0

3.4. Стабильность чувствительности в течение 5 суток, %, не более 10

#### 3.5. Время выхода прибора на режим:

а) с детектором по теплопроводности, мин, не более 120

б) с детектором ионизации в пламени, мин, не более 90

3.6. Дрейф нулевого сигнала в изотермическом режиме, % шкалы регистратора, не более:

а) для детектора по теплопроводности при температуре детектора  $300^{\circ}\text{C}$  и коэффициенте ослабления выходного сигнала «I»: 3

- б) для детектора ионизации в пламени:  
 адс УПТ при температуре колонок 50°C и коэффициенте ос-  
 вления выходного сигнала «1», при температуре 150°C и  
 коэффициенте ослабления выходного сигнала «3», при температу-  
 ре 300°C и коэффициенте ослабления выходного сигнала «10» 2  
 с ИМТ-05 при температуре колонок 150° С и шкале  $2 \cdot 10^{-11}$  А 2
- 3.7. Дрейф нулевой линии в программрованном режиме ра-  
 боты колонок, % шкалы регистратора, не более:
- а) для детектора по теплопроводности при скорости про-  
 граммирования 25°C/мин, в интервале температур от 50 до 300°C  
 при коэффициенте ослабления выходного сигнала «3» 3
- б) для детектора ионизации в пламени при скорости про-  
 граммирования 25°C/мин, в интервале температур от 50° до 300°C  
 при коэффициенте ослабления выходного сигнала «100» с УПТ  
 или шкале  $1 \cdot 10^{-9}$ А, с ИМТ-05 2
- 3.8. Уровень флуктуационных помех, не более:
- а) для детектора по теплопроводности, % шкалы регист-  
 ратора 0,5
- б) для детектора ионизации в пламени:  
 с УПТ, % шкалы регистратора 1  
 с ИМТ-05, А  $5 \cdot 10^{-14}$
- 3.9. Сходимость абсолютных значений высот пиков, в изо-  
 термическом режиме для газовых проб, %, не более 1
- 3.10. Сходимость времен удерживания для жидких проб, %, не более:
- а) для изотермического режима 1
- б) в режиме линейного программирования 1,5
- 3.11. Сходимость относительных значений высот пиков для жидких проб, %, не более 2,5
- 3.12.1. Коэффициенты ослабления выходного сигнала:  
 а) для детектора по теплопроводности 1; 3; 10; 30; 100;  
 б) для детектора ионизации в пламени с УПТ 1; 3; 10; 30; 100; 300
- 3.12.2. Пределы измерения для детектора ионизации в пла-  
 мени с ИМТ-0,5, А  $0-2 \cdot 10^{-12}$ ;  $0-5 \cdot 10^{-12}$ ;  $0-10^{-11}$ ;  $0-2 \cdot 10^{-11}$ ;  
 $0-5 \cdot 10^{-11}$ ;  $0-10^{-10}$ ;  $0-2 \cdot 10^{-10}$ ;  $0-5 \cdot 10^{-10}$ ;  
 $0-10^{-9}$ ;  $0-2 \cdot 10^{-9}$ ;  $0-5 \cdot 10^{-9}$ ;  $0-2 \cdot 10^{-8}$ ;  
 $0-5 \cdot 10^{-8}$ ;  $0-10^{-7}$ ;  $0-2 \cdot 10^{-7}$ ;  $0-5 \cdot 10^{-7}$ ;  
 $0-10^{-6}$ ;
- 3.13. Диапазон рабочих температур, °С:  
 а) термостата колонок и детектора от 50 до 300  
 б) испарителя от 50 до 350 через 25°C
- 3.14. Погрешность установки температуры, °С:  
 а) термостата колонок и детектора  $\pm 5$   
 б) в испарителе  $\pm 10$
- 3.15. Погрешность поддержания температуры, °С:  
 а) термостата колонок и детектора, не более 0,8  
 б) испарителя  $\pm 2$
- 3.16. Скорость подъема температуры в режиме линейного программирования, °С/мин 1; 1,5; 2; 3; 4; 6; 8; 12; 16; 20 и 25
- 3.17. Погрешность скорости подъема температуры и выпол-  
 нения температурных программ, %  $\pm 10$

3.18. Сходимость температурных программ, %	
3.19. Время охлаждения термостата колонок, мин., не более	
3.20. Разделительные колонки:	
а) насадочные, спиральные, внутренний диаметр, мм	1; 2; 3
длина, м	
б) капиллярные, внутренний диаметр, мм	0,2...0,3
длина, м	50,0
3.21. Ввод пробы для анализа:	
а) газовой — газовым дозатором с объемом сменных доз	
по ГОСТ 14946-77, см <sup>3</sup>	0,1250; 0,50; 1,0
б) жидкой — микрошприцем, мкл, не более	5
3.22. Питание прибора: а) напряжение, В	220 +22 -33
б) частота, Гц	50±1
3.23. Потребляемая мощность, кВт, не более	2
3.24. Газ-носитель и вспомогательные газы:	
а) для детектора по теплопроводности	гелий
б) для детектора ионизации в пламени	азот, водород, воздух
3.25. Давление газа-носителя и вспомогательных газов на входе в прибор, кгс/см <sup>2</sup>	от 5 до 10
3.26. Максимальное давление газа-носителя на входе в колонку, кгс/см <sup>2</sup> , не более	3,5
3.27. Расход газов, см <sup>3</sup> /мин.: а) газа-носителя	от 10 до 100
б) водорода	от 10 до 50
в) воздуха	от 100 до 500
3.28. Погрешность поддержания расхода газа-носителя при изменении давления на входе прибора на ±10% от установленного, %	±2,0
3.29. Падение давления в перекрытых линиях газа-носителя, водорода и воздуха (герметичность) при испытательном давлении 3 кгс/см <sup>2</sup> за 30 мин., кгс/см <sup>2</sup> , не более:	
а) при комнатной температуре	0,05
б) при температуре колонок 300°C	0,1
3.30. Сопротивление изоляции электрических цепей, Ом, не менее	2 · 10 <sup>7</sup>
3.31. Габаритные размеры, мм, не более	1300x540x520
3.32. Масса хроматографа, кг, не более: модель 1; 7	100
модель 2; 3	110
модель 4	120
модель 5	130
3.33. Параметры окружающей среды: а) температура, °C	от 10 до 35
б) влажность, %	до 80
3.34. Нижнее значение наработки на отказ при доверительной вероятности 0,8, час, не менее	630
3.35. Срок службы хроматографа, лет, не менее	6

#### 4. СОСТАВ ПРИБОРА

4.1. Хроматографы серии ЛХМ-8МД выполнены в блочном исполнении. Общими блоками для всех моделей являются регистратор КСП-4-909 и блок анализатора.

Установка на блок анализатора той или иной крышки (с детектором по теплопроводности или с детектором ионизации в пламени), а также род

температурного режима работы термостата колонок образуют различные модели хроматографа.  
 Модели хроматографа серии ЛХМ-8МД комплектуются блоками и узлами согласно таблице 2.

Таблица 2

### КОМПЛЕКТНОСТЬ ПОСТАВКИ МОДЕЛЕЙ ХРОМАТОГРАФА СЕРИИ ЛХМ-8МД

Наименование блоков	Количество блоков по моделям					
	1 мод.	2 мод.	3 мод.	4 мод.	5 мод.	7 мод.
Блок анализатора	1	1	1	1	1	1
Крышка с детектором по теплопроводности	1	—	—	—	—	—
Крышка с детектором по теплопроводности в собственном термостате	—	1	—	—	1	—
Крышка с детектором по теплопроводности и детектором ионизации в пламени	—	—	1	—	—	—
Крышка с дифференциальным детектором ионизации в пламени	—	—	—	1	1	—
Крышка с детектором ионизации в пламени	—	—	—	—	—	1
Блок подготовки газов	1	1	1	1	1	1
Блок управления	1	1	1	—	1	—
Блок программирования	—	1	—	1	1	—
Блок усилителя постоянного тока или измеритель малых токов ИМТ-05	—	—	1	1	1	1
Блок терморегулятора	—	—	—	—	—	1
Регистратор КСП-4 с ЗИП	1	1	1	1	1	1
Комплект ЗИП	1	1	1	1	1	1
Паспорт, техническое описание и инструкция по эксплуатации	1	1	1	1	1	1

Общий вид хроматографа ЛХМ-8МД показан на рис. 1.

### 5. ОБЩИЙ ПРИНЦИП РАБОТЫ ХРОМАТОГРАФА

Принцип работы хроматографа основан на методе разделения сложных соединений между подвижной фазой, которой может быть газ или жидкость, и неподвижной фазой — жидкостью или твердым веществом.

Поток газа-носителя, необходимый для продвижения разделяемой смеси по колонке, поступает из баллона, формируется блоком подготовки газа, который обеспечивает регулирование, очистку и стабилизацию газового потока.

Газовая или жидкая проба анализируемой смеси, введенная шприцем через резиновое уплотнение испарителя, в котором жидкая проба быстро испаряется, или с помощью газового крана-дозатора (только для газовых проб), подхватывается потоком газа-носителя и вносится в колонку. За счет

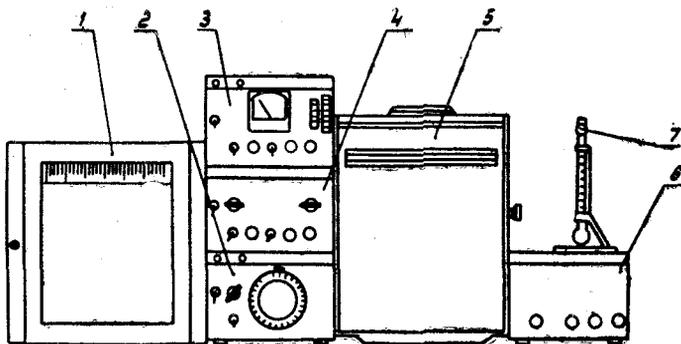


Рис. 1 Общий вид хроматографа ЛХМ-8МД (модель 5)

1 — электронный потенциометр; 2 — блок программирования; 3 — блок управления; 4 — блок усилителя постоянного тока или ИМТ-0,5; 5 — блок анализатора; 6 — блок подготовки газов; 7 — пенный расходомер.

различной сорбции компонентов смеси на поверхности адсорбента, наполняющего колонку (газо-адсорбционный принцип), или за счет различной растворимости компонентов в пленке неподвижной фазы, нанесенной на инертном носителе (газо-жидкостный принцип разделения), компоненты перемещаются по колонке с различной скоростью. В результате этого из колонки они выходят разделенными один за другим в потоке газа-носителя — бинарные смеси.

Бинарные смеси поступают в детектор, который реагирует на входящие в него компоненты. В детекторе ионизации в пламени органические вещества ионизируются в пламени водорода, и возникающий в электрическом поле детектора ионный ток усиливается усилителем постоянного тока и регистрируется электронным потенциометром.

При работе с детектором по теплопроводности в нем сравниваются теплопроводности чистого газа-носителя и бинарной смеси, газа-носителя с анализируемыми компонентами. Это различие в теплопроводности приводит к разбалансу равновесного моста детектора, что регистрируется электронным потенциометром.

Запись сигналов детектора на ленте потенциометра представляет собой хроматограмму, причем каждому компоненту смеси соответствует определенный пик.

## 6. ГАЗОВАЯ СХЕМА ПРИБОРА

Для работы прибора ЛХМ-8МД в варианте с детектором по теплопроводности необходим баллон с газом-носителем, а в варианте с детектором ионизации в пламени — еще водород и воздух. Кроме того, нужны две разделительные колонки, наполненные и обработанные в соответствии с задачами анализа. Заводом-изготовителем гарантируются параметры хроматографа с детектором по теплопроводности на газе-носителе гелия. Возможно применение и других типов газов-носителей (азота, аргона). Однако использование гелия при работе с детектором по теплопроводности более предпочтительно ввиду увеличения чувствительности прибора и расширения его динамического диапазона.

Принципиальные газовые схемы моделей представлены на рисунках 2—4. Монтаж газовой схемы модели 5 ведется по схеме модели 2 или в зависимости от примененной детекторной крышки.

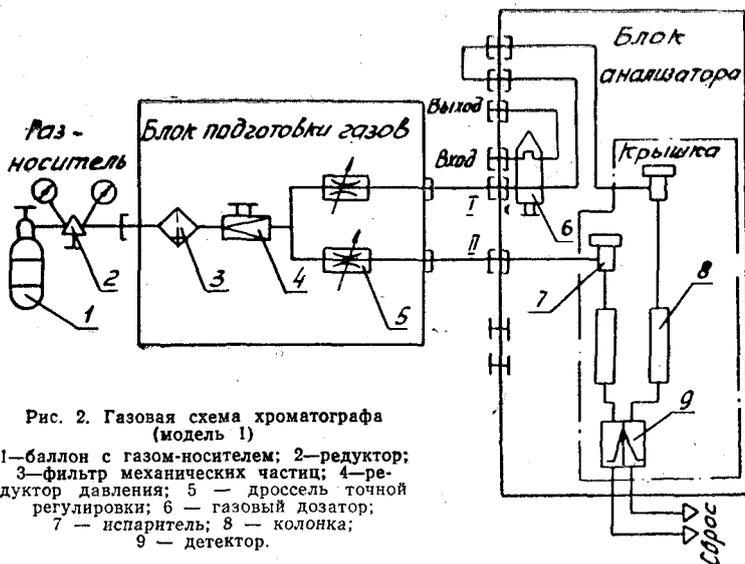


Рис. 2. Газовая схема хроматографа (модель 1)

- 1—баллон с газом-носителем; 2—редуктор; 3—фильтр механических частиц; 4—редуктор давления; 5 — дроссель точной регулировки; 6 — газовый дозатор; 7 — испаритель; 8 — колонка; 9 — детектор.

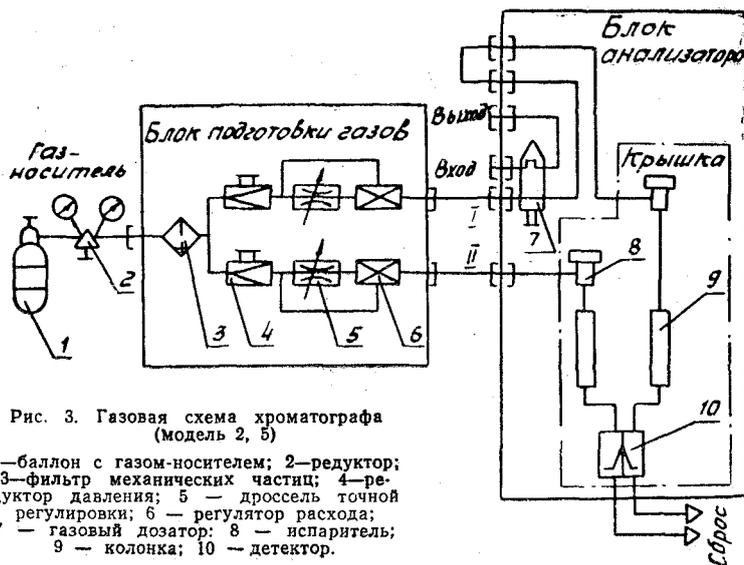


Рис. 3. Газовая схема хроматографа (модель 2, 5)

- 1—баллон с газом-носителем; 2—редуктор; 3—фильтр механических частиц; 4—редуктор давления; 5 — дроссель точной регулировки; 6 — регулятор расхода; 7 — газовый дозатор; 8 — испаритель; 9 — колонка; 10 — детектор.

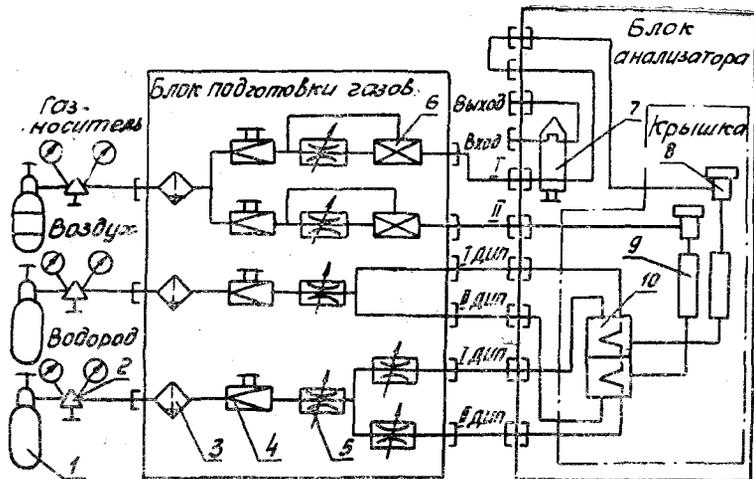


Рис. 4. Газовая схема хроматографа (модель 4 и 5).

1—баллон с газом-носителем; 2—редуктор; 3—фильтр механических частиц; 4 — редуктор давления; 5 — дроссель точной регулировки; 6 — регулятор расхода; 7 — газовый дозатор; 8 — испаритель; 9 — колонка капиллярная; 10 — детектор.

Газ-носитель из баллона через стандартный баллонный редуктор под давлением от 5 до 10 кгс/см<sup>2</sup> подается на вход блока подготовки газов, в котором разделяется на два потока, в каждом из которых имеются элементы регулировки и стабилизации давления и расходов.

Затем газ-носитель через выходные штуцеры обоих каналов блока подготовки газов и внешние соединительные газопроводы поступает на промежуточную панель блока анализатора. Оба газовых потока поступают в узлы ввода пробы — испарители, причем один из потоков предварительно проходит через кран для ввода газообразной пробы.

Из испарителей газ-носитель поступает в колонки 1 и 2, а с выхода колонок — в детекторы по теплопроводности или ионизации в пламени в зависимости от того, какая детекторная крышка используется. Та колонка, в которой происходит разделение введенной пробы, называется рабочей, через которую проходит чистый газ-носитель, — сравнительной. Аналогично происходит питание прибора вспомогательными газами: воздухом и водородом. Наличие в приборе 2-х колонок позволяет осуществлять ввод жидких проб в любую из них через соответствующий испаритель.

Для пояснения работы схемы каждой модели приведем лишь описание работы схемы модели 4, включающей в себя элементы установки и управления расходами как газа-носителя, так и вспомогательных газов. Работа газовых блоков остальных моделей будет понята из этого описания с учетом, что в других моделях применяется одиночная схема питания пламенного детектора вспомогательными газами или отсутствуют элементы (регуляторы расхода), предназначенные для поддержания расходов газа-носителя в обоих каналах при программированном режиме разогрева хроматографических колонок.

Газовая схема модели 4 состоит из 3-х самостоятельных газовых каналов: газа-носителя, водорода и воздуха. В газовом блоке в каждом канале установлены фильтры, представляющие из себя трубки, заполненные молекулярными ситами и активированным углем, предназначенные для предотвращения попадания в колонки и детектор загрязнений и влаги.

После входных фильтров в каждом канале устанавливается по редуктору давления, с помощью которых устанавливается заводом-изготовителем при наладке прибора давление  $3 \text{ кгс/см}^2$  на входе газовых каналов блока.

Каждый газовый канал разветвляется на две одинаковые газовые линии для обеспечения газового питания колонок и детекторов в дифференциальной схеме их включения. Газовые линии имеют элементы управления величиной газового расхода — дроссели плавной установки расходов. В линиях газа-носителя применяются регуляторы расходов газа-носителя, предназначенные для стабилизации расходов в режиме линейного программирования температуры колонок, когда вследствие увеличения температуры увеличивается сопротивление колонки потоку газа-носителя.

На задней стенке блока расположены три входных штуцера газов и шесть выходных: по два на каждую линию газов с соответствующими обозначениями.

## 7. УСТРОЙСТВО И РАБОТА СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ ХРОМАТОГРАФА

### 7.1. Блок анализатора.

Блок анализатора состоит из следующих основных узлов: термостата, газовой панели, электрической панели, газового дозатора и терморегулятора испарителя.

Несущей конструкцией блока анализатора является рама, на которой монтируются термостат, газовая и электрическая панели и газовый дозатор. Снаружи к раме крепятся боковые стенки и верхняя крышка.

Верхняя крышка блока анализатора может откидываться и обеспечивать доступ к детекторной крышке, тумблеру включения сети, задатчику температуры испарителя, газовой панели и кнопке поджига пламени.

#### 7.1.1. Термостат колонок.

Внутренние и внешние стенки термостата колонок выполнены из листовой нержавеющей стали. В качестве теплоизолятора между ними применяют базальтовые плиты.

На задней стенке внутреннего кожуха расположен нагревательный элемент, выполненный из нихромовой проволоки сопротивлением  $12 \text{ Ом}$ , укрепленный на съемном диске из дюралюминия.

Для воздушной циркуляции применен вентилятор, включаемый одновременно с включением прибора.

Дверь крепится к термостату при помощи двух петель, и, для предотвращения произвольного ее открывания, корпус имеет замки-защелки по обоим боковым сторонам термостата. В качестве уплотнителя на дверце используется асбестовый шнур по периметру термостата. На двери установлен ограничитель, позволяющий открывать ее полностью или частично.

На задней стенке термостата, сверху, укреплен термометр сопротивления гр. 21, являющийся датчиком схемы терморегулятора температуры колонок, а внизу расположен термопредохранитель, предназначенный для исключения возможности перегрева термостата колонок выше  $300^{\circ}\text{C}$  в случае выхода из строя системы регулирования.

### 7.1.2. Газовый дозатор.

Кран дозатора для ввода газообразной пробы (рис. 5), расположенный на правой боковой стенке блока анализатора, изготовлен из нержавеющей стали. Ввод пробы осуществляется движением штока I, на котором установлены кольцевые резиновые уплотнители. В положении I штока производится наполнение дозирующей петли анализируемой смесью. В положении II производится ввод пробы, которая подхватывается газом-носителем и подается в колонку.

Объем вводимой пробы определяется сменной дозирующей петлей, калиброванной в  $\text{см}^3$ . Прибор комплектуется тремя петлями с объемами 0,1250; 0,50; 1,0  $\text{см}^3$ . Смена петли при необходимости может производиться и в рабочем режиме прибора, так как при этом не прерывается поток газа-носителя. При этом шток крана должен находиться в положении II.

В случае износа уплотнительных колец и появления негерметичности в кране-дозаторе необходимо заменить уплотнительные кольца, причем перед установкой их необходимо смазать силиконовой смазкой (толщина смазки должна быть не более 0,1 мм).

Для получения хороших результатов по воспроизводимости анализов необходимо:

- а) производить заполнение дозы при постоянном давлении анализируемого газа;
- б) перемещать шток в положение II лишь после того, как будет прекрета подача анализируемого газа в дозатор, и его давление в дозаторе сравняется с атмосферным.

### 7.1.3. Терморегулятор испарителя.

Бесконтактный терморегулятор пропорционального действия (рис. 22, 23) расположен на электрической панели блока анализатора.

Терморегулятор состоит из мостовой схемы, усилителя напряжения, фазочувствительной схемы преобразования напряжения во временной сдвиг импульса относительно положительной полуволны сетевого напряжения. В качестве регулирующего элемента используется тиристор типа Т10, в силовой цепи которого включен нагреватель испарителя.

Мостовая схема образована резисторами R1, R2, термометром сопротивления гр. 21 и набором сопротивлений R11...R24. Резисторы R11...R24 установлены на переключателе В1 и являются дискретными задатчиками температуры. Требуемая температура задается в диапазоне от  $50^{\circ}\text{C}$  до  $350^{\circ}\text{C}$  через каждые  $25^{\circ}\text{C}$ . Мостовая схема питается переменным напряжением, амплитуда которого стабилизирована диодами Д4...Д7.

При разбалансе моста на его выходе получается переменное напряжение, фаза которого зависит от знака разбаланса. Сигнал разбаланса через конденсатор С1 идет на базу транзистора Т1 и усиливается. Усиленное напряжение через конденсатор С2 поступает на фазочувствительный преобразователь напряжения.

Преобразователь образован транзисторами Т2...Т4, конденсатором С3 и резисторами. Транзистор Т2 служит переменным резистором, сопротивле-

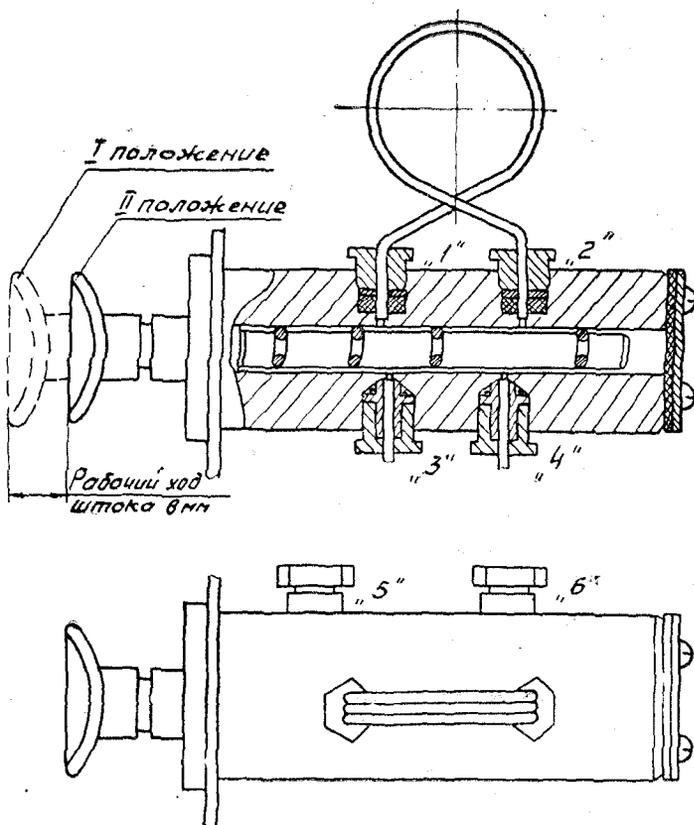


Рис. 5. Газовый дозатор.  
 1—2 — дозирующий объем; 3—4 — линия газа-носителя;  
 5—6 — анализируемый продукт.

ние которого изменяется в зависимости от величины напряжения сигнала, и от него зависит время заряда конденсатора СЗ, а следовательно, частота импульсов. Импульсы формируются транзисторами ТЗ, Т4, трансформатором Тр1 и подаются на управляющий электрод тиристора Д9.

В зависимости от соотношения фаз сетевого напряжения и импульсов меняется угол отсечки тока тиристора. Это соответствует изменению среднего значения выделяемой на нагрузку мощности.

Для исключения влияния колебаний сетевого напряжения и синхронизации по фазе работы терморегулятора питание преобразователя осуществ-

является напряжением прямоугольной формы, снимаемым со стабилизатора ДЗ.

## 7.2. Детекторные крышки

Под верхней крышкой блока анализатора на термостате устанавливается в зависимости от модели та или иная детекторная крышка. Они предназначены для размещения на них детекторов, испарителя и колонок. Крышка выполнена в виде самостоятельного легко съемного блока. Электрические цепи подключаются к крышке через штепсельный разъем, газовые линии — через разъемные штуцеры с резиновым уплотнением.

Разделительные колонки подсоединяются непосредственно к выходу из испарителя, а другими концами — ко входу детектора.

В зависимости от модели на детекторной крышке размещается тот или иной тип детектора.

Электрические схемы крышек представлены на рисунках 6—8.

### 7.2.1. Детектор по теплопроводности. N

Детектор по теплопроводности ДТП помещается на крышке либо в термостате колонок внизу крышки (модели 1, 3), либо в собственном термостате, установленном сверху детекторной крышки (модель 2).

Детектор по теплопроводности предназначен для преобразования изменения состава выходящего из хроматографических колонок газа в соответствующий электрический сигнал.

В корпусе детектора размещены две ячейки прямогоочного типа (сравнительная и рабочая), в каждой из которых установлено по два чувствительных элемента. Чувствительные элементы изготовлены из вольфрам-рениевой проволоки, свитой в двойную спираль и укрепленной при помощи точечной сварки в держателях, впаиваемых в стеклянный изолятор. Все четыре элемента являются активными плечами измерительного моста.

Изменение теплопроводности газа-носителя вызывает соответствующее изменение температуры, следовательно, и сопротивления нити. Мост сбалансирован до тех пор, пока теплопроводность газа, проходящего по обоим каналам, одинакова. Если в рабочем канале появился газ, теплопроводность которого отлична от теплопроводности газа-носителя в канале сравнения, скорость отвода тепла от двух нитей рабочего канала изменится и приведет к изменению сопротивления нитей, вызывающих разбаланс моста.

Величина разбаланса моста служит мерой концентрации компонента в газе-носителе в данный момент времени.

Выходной сигнал подается на электронный самопишущий потенциометр через делитель и записывается в виде хроматограммы.

Чувствительность детектора повышается при увеличении тока, протекающего через мост. Предельно допустимым является ток 150—160 мА.

При работе с повышенными температурами в термостате колонок ток моста должен быть снижен, в противном случае существенно возрастут шумы нулевой линии. Следует заметить, что двукратное увеличение тока детектора приводит к увеличению чувствительности прибора в 5..8 раз.

В таблице 3 приводятся оптимальные значения тока моста при некоторых температурах детектора и разных газах-носителях. Контроль тока детектора осуществляется с помощью миллиамперметра, расположенного на передней панели блока управления.

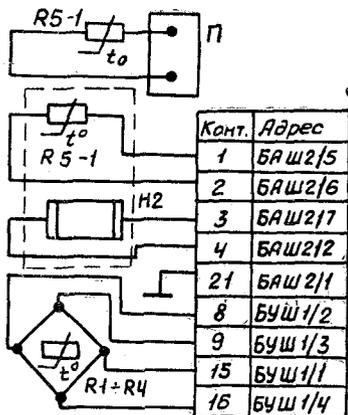


Рис. 6. Электрическая схема детекторной крышки хроматографа модели 1.

R5 — элемент сопротивления ЭСП-01 (двойной) гр. 21  
 H1 — нагреватель испарителя;  
 R1... R4 — нити детектора по теплопроводности;  
 П — стойка монтажная;  
 БА — блок анализатора;  
 БУ — блок управления.

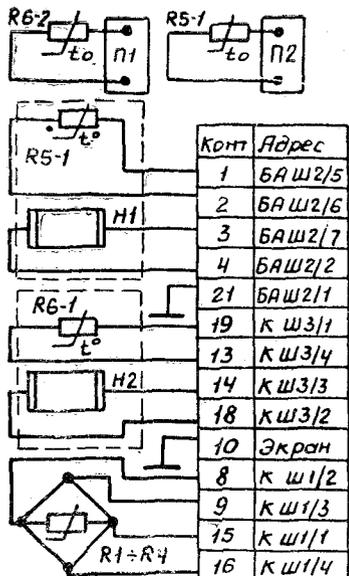


Рис. 7. Электрическая схема детекторной крышки хроматографа модели 2, 5

R5, R6 — элемент сопротивления ЭСП-01 (двойной) гр. 21.  
 H1 — нагреватель испарителя;  
 H2 — нагреватель термостата детектора;  
 R1... R4 — нити детектора по теплопроводности;  
 БА — блок анализатора;  
 БУ — блок управления;  
 П1, П2 — стойки монтажные.

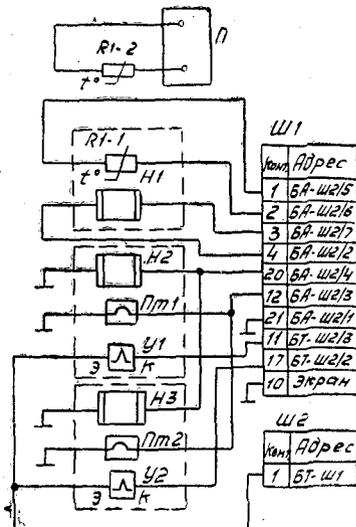


Рис. 8. Электрическая схема детекторной крышки хроматографа модели 4, 5.

R1 — элемент сопротивления ЭСП-01 (двойной) гр. 21  
 H1 — нагреватель испарителя;  
 H2, H3 — нагреватель ДИП;  
 Пт1—Пт2—спираль поджига ДИП;  
 V1—V2 — детектор ионизации в пламени;  
 БА — блок анализатора;  
 БТ — блок усилителя постоянного тока.  
 П — стойка монтажная.

Ток детектора (мА)

Таблица

Температура термостата детектора (°C)	Газ - носитель		
	Гелий	Азот	Аргон
20	150...160	100...110	70...80
100	120...130	85...95	60...65
200	110...115	70...80	50...55
300	70...95	45...50	35...45

Наилучшим газом-носителем является гелий в связи с его высоким коэффициентом теплопроводности, резко отличающимся от теплопроводности большинства газов или паров. Применение других газов-носителей (азот, аргон) значительно уменьшает чувствительность детектора.

Однако в частных случаях, при анализах различных веществ целесообразно из ряда возможных газов-носителей выбирать именно тот, коэффициент теплопроводности которого максимально отличается от теплопроводности анализируемых компонентов. Ниже приводится табл. 4 теплопроводностей наиболее часто применяемых газов-носителей.

Таблица 4

Теплопроводности газов-носителей при температуре равной 0°C

Газ-носитель	Теплопроводность
	$10^5 \frac{\text{кал.}}{\text{см. с. град.}}$
Аргон	4,0
Азот	5,68
Воздух	5,7
Гелий	33,6

Использование в приборе в качестве газа-носителя водорода, обладающего высокой теплопроводностью, следует исключить в целях безопасности. Применение воздуха также нежелательно, так как кислород воздуха вызывает окисление чувствительных элементов.

Детектор по теплопроводности является наиболее универсальным детектором, предназначенным для анализа широкого класса вещества при достаточно широком интервале концентраций (до 50%).

### 7.2.2. Детектор ионизации в пламени.

Детектор ионизации в пламени (ДИП), устанавливаемый на детекторной крышке, применяется либо в виде одной ячейки (одиночный детектор ионизации в пламени в моделях 3, 7), либо в виде двух ячеек (дифференциальный детектор ионизации в пламени для моделей 4, 5), причем две ячейки электрически соединены таким образом, что суммарный сигнал обоих детекторов равен разности их ионных токов.

Детектор ионизации в пламени (рис. 9) представляет собой цилиндрическую камеру, состоящую из трех частей: корпуса, крышки верхней и горелки. Горелка служит одновременно одним из измерительных электродов, а другим измерительным электродом служит коллектор, изолированная от стенки цилиндра трубкой. В верхней крышке расположена спираль для поджига пламени, изготовленная из нихромовой проволоки диаметром 0,1 мм.

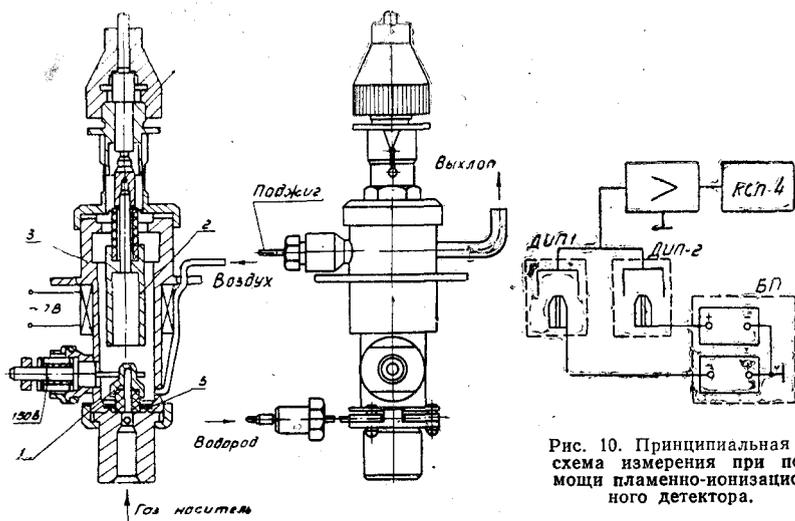


Рис. 9. Пламенно-ионизационный детектор  
 1 — горелка; 2 — коллектор; 3 — корпус;  
 4 — разъем; 5 — прокладка.

Рис. 10. Принципиальная схема измерения при помощи пламенно-ионизационного детектора.

Детекторы на крышке не термостатируются, а для исключения конденсации влаги в детекторах при низких рабочих температурах (до 100°C) введен обогрев детекторов с помощью самостоятельных спиралей в нижней части детектора, расположенной в теле детекторной крышки, на которую подается напряжение 7 В.

Принцип работы детектора ионизации в пламени основан на ионизации молекул органических соединений в пламени водорода. Сгорая в кислороде или воздухе, водород почти не образует ионов. Поэтому электропроводность чистого водородного пламени чрезвычайно низка (сопротивление пламени достигает  $10^{16}$  Ом). Молекулы органических соединений, вводимые в водородное пламя, легко ионизируются (или образуют ионизированные продукты горения), в результате чего электропроводность пламени резко возрастает.

Образующееся в результате ионизации в пламени количество электричества прямо пропорционально количеству органического вещества, поступившего в пламя.

Принципиальная схема измерений при помощи детектора ионизации в пламени показана на рисунке 10.

### 7.2.3. Испаритель.

Узел для ввода и испарения жидкой пробы имеет корпус, изготовленный из нержавеющей стали, внутри которого установлены нагревательный элемент, термометр сопротивления и камера для испарения пробы.

Тепловая мощность испарителя обеспечивает быстрое испарение дозы объемом до 25...30 мкл.

### 7.3. Блок управления.

Блок управления (рис. 24) содержит бесконтактный регулятор температуры пропорционального регулирования, предназначенный для поддержания заданной температуры в диапазоне от 35 до 300°C в термостате колонок или термостате детектора с точностью не хуже 0,8°C; стабилизатор напряжения, питающий детектор хроматографа, и преобразователь сигнала детектора в величину, пригодную для измерения и записи на ленте самопишущего потенциометра.

Принцип действия регулятора температуры основан на изменении угла отсечки управляющего импульса тиристора относительно положительной полуволны сетевого напряжения, подаваемого через тиристор на нагреватель. Величина этого угла в установившемся режиме пропорциональна тепловым потерям в термостате и максимальна в период нагрева термостата.

Датчиком температуры в термостате служит платиновый термометр сопротивления гр. 21, датчиком температуры в термостате — реохорд R5. Оба эти элемента являются плечами измерительного моста.

При достижении температуры внутри термостата установленного значения на датчике мост уравнивается и его выходной сигнал становится равным нулю.

При отклонении температуры в термостате от заданного сигнала разбаланса измерительного моста, усиленный услителем У1, поступает на управляемый генератор тока (Т1).

Сопротивление транзистора Т1 изменяется в зависимости от величины напряжения сигнала; от чего зависит время заряда конденсатора С2, а следовательно и частота импульсов. Импульсы формируются однопереходным транзистором Т2, трансформатором Тр1 и подаются на управляющий электрод тиристора Д5, в силовую цепь которого включен нагреватель в зависимости от соотношения фаз сетевого напряжения и частоты импульсов меняется угол открывания тиристора, а следовательно изменяется среднее значение выделяемой на нагрузке мощности.

Параллельно нагрузке, спирали нагревателя включены конденсатор С5 и индикаторная лампочка Л2, по степени накаливания которой можно определить режим работы термостата.

Питание моста детектора по теплопроводности осуществляется компенсационным стабилизатором напряжения, собранным на транзисторах Т3...Т4 и микросхеме У2, с выходным напряжением равным 16 В.

Ток моста регулируется переменным резистором R26 и контролируется миллиамперметром ИП.

Выходная измерительная диагональ моста шунтируется делителем R27...R35, с помощью которого переключателем В3 можно уменьшить сигнал, подаваемый на самописец.

Первоначальный баланс моста детектора осуществляется переменными резисторами R29 («Грубо») и R31 («Точно»).

### 7.4. Блок программирования температуры.

Блок программирования температуры предназначен для установки и автоматического поддержания необходимой температуры в термостате колонок или для обеспечения разогрева термостата колонок по линейному закону в диапазоне от 50 до 300°C.

В блоке размещены пропорциональный регулятор температуры и электродвигатель переменного тока, управляемый электронным генератором, задающий скорость программирования температуры в термостате колонок.

Принцип работы пропорционального регулятора температуры блока программирования аналогичен терморегулятору блока управления и описан в разделе 7.3.

Электрическая схема блока программирования температуры показана на рис. 25.

Программирование температуры осуществляется электродвигателем переменного тока ДСДР-60, работающим в импульсном режиме.

Вращение вала электродвигателя передается через редуктор реохорду-задатчику температуры.

Редуктор рассчитан таким образом, что один оборот вала электродвигателя соответствует перемещению движка реохорда-задатчика на  $1^\circ$  по лимбу реохорда.

Считая шкалу лимба линейной, получим, что количество оборотов вала электродвигателя в минуту определяет скорость увеличения температуры в термостате колонок.

Задатчиком числа оборотов электродвигателя является релаксационный генератор пилообразного напряжения, собранный на транзисторах Т3 и Т4, генератор включается при включении тумблера В5 «Программа». Период релаксации генератора определяется временем заряда емкостей С7 и С8 через резистор R40 и два других резистора, подключаемых переключателем В2. В зависимости от того, какая пара из ряда резисторов R18...R39 будет подключена в цепь заряда, генератор в течение одной минуты будет выдавать от одного (R28 и R39 соответствуют скорости программирования  $1^\circ\text{C}/\text{мин.}$ ) до 25 импульсов (R18 и R29 — скорости программирования  $25^\circ\text{C}/\text{мин.}$ ) на каскад-усилитель мощности, собранный на транзисторе Т5, в коллекторе которого включено реле Р. Срабатывая, реле Р своим контактом Р1 на время длительности импульса генератора замыкает пусковую обмотку двигателя. Сразу же после того, как вал двигателя начнет вращаться, связанный с ним кулачок замкнет контакт 1—2 микропереключателя В3, заблокировав контакт реле Р.

Совершив полный оборот с валом двигателя, кулачок размыкает контакты 1—2 микровыключателя, обесточивая обмотки двигателя М, который перестает вращаться до появления следующего импульса.

На лимбе реохорда-задатчика установлен упор, который, воздействуя на концевой выключатель В4, разрывает цепь пусковой обмотки. Вал двигателя перестает вращаться, что означает конец программирования. Перемещая упор по лимбу и устанавливая его на определенном значении температуры, можно выставлять температурный предел, до которого надо вести программирование.

Блок программирования температуры может быть использован для целей стабилизации необходимой температуры в изотермическом режиме, для этого тумблер «Программа» следует выключить, а реохорд задатчика установить в такое положение, чтобы значение желаемой температуры по лимбу реохорда находилось против упора.

#### **7.5. Блок усилителя постоянного тока (УПТ).**

Блок УПТ выполнен из дюралевого листа. В нем расположены: электрический усилитель, помещенный в экран из мягкой стали; источник стабилизированного питания усилителя; стабилизированный выпрямитель для питания детектора ионизации в пламени.

Электрометрический усилитель предназначается для усиления слабых ионизационных токов, возникающих в детекторе ионизации в пламени в

момент прохождения через них анализируемых компонентов, а также для компенсации постоянного фонового сигнала детектора (или детекторов в случае дифференциальной схемы включения ДИП).

Детектор ионизации в пламени можно рассматривать как очень большое сопротивление порядка  $10^{15}$ — $10^{16}$  Ом, подключенное последовательно ко входу усилителя.

Падение напряжения на нем от тока ионизации будет зависеть от режимов работы детектора и усиливаться усилителем постоянного тока, сигнал с выхода усилителя через большое сопротивление обратной связи ( $R=15$  ГОм и  $R=15$  МОм) подается на его вход.

В данном варианте включения усилителя постоянного тока последней является буферным звеном для согласования высокоомного выхода детекторной ячейки с низкоомным входом измерителя сигнала — электронного потенциометра.

Принципиальная электрическая схема УПТ представлена на рис. 30.

Схема представляет собой 4-каскадный усилитель постоянного тока охватывающий глубокой отрицательной обратной связью по напряжению. В первом каскаде использован субминиатюрный прямонакальный электрометрический пентод Л1 (ЭМ-10), коэффициент усиления каскада при напряжении источника анодного питания 42 В равен 80—100. На сопротивлении R34 создается напряжение смещения, компенсирующее уход рабочей точки при изменении напряжения накала.

Для расширения диапазона измерений усилитель снабжен переключателем входных измерительных сопротивлений (тумблер «Множитель» « $\times 1000$ ») на передней панели блока, переключаемых контактами реле Р1. При включении тумблера В5 на обмотку реле Р1 подается напряжение от выпрямительного мостика Д10—Д13 и на вход усилителя подключается сопротивление R2 величиной 15 МОм, тем самым уменьшая по входу выходной сигнал УПТ в 1000 раз. Для уменьшения наводок на цепи усилителя реле Р1 помещено в специальном экранированном отсеке.

С выхода первого каскада сигнал поступает на управляющую сетку миниатюрного пентода Л2 (1Ж24Б); коэффициент усиления этого каскада около 10. Для уменьшения дрейфа анодного тока за счет температурных влияний в катодной цепи Л2 включен диод Д1.

Последующие каскады усиления выполнены на транзисторах Т1 и Т2.

Каскад на транзисторе Т1 работает по схеме с общим эмиттером, обеспечивая коэффициент усиления около 10. В каскаде применена отрицательная обратная связь по току (сопротивление R9), увеличивающая входное сопротивление каскада.

Низкое выходное сопротивление, необходимое для согласования УПТ с самопишущим потенциометром, обеспечивает каскад на Т2, собранный по схеме с общим коллектором.

Для уменьшения выходного сигнала, подаваемого на потенциометр, собран делитель на сопротивлениях R15—R22; переключателем В3 («Множитель» на передней панели) можно уменьшить выходной сигнал дискретно до 300 раз.

Переключатель В2 позволяет подключать к электродам ДИП напряжением величиной 150 В той или иной полярности либо выключать питание детекторов (ручка «Выкл.», «I ДИП» и «II ДИП» на лицевой панели). В положении ручки «Выключено» на выходе усилителя будет присутствовать напряжение, определяемое лишь собственными шумами усилителя и его разбалансом.

С помощью переменных сопротивлений R25 и R26 осуществляется ком-

пенсация постоянного фона ионизационных детекторов, а также собственно усилителя. На переднюю панель выведены ручки «Грубо» и «Точно».

Усилитель постоянного тока питается от двух стабилизаторов, имеющих относительно корпуса потенциалы +42 В и —36 В.

Для питания ламп Л1 и Л2 и триодов Т1 и Т2 применен двухступенчатый стабилизатор напряжения. Первая ступень представляет собой параметрический стабилизатор на стабилитроне Д33. Вторая ступень — компенсационный стабилизатор, измерительным элементом которого являются диоды Д25 и Д26, соединенные последовательно. Исполнительный элемент — транзистор Т3.

Для подачи отрицательного напряжения — 36 В на коллекторные цепи двух выходных триодов Т1 и Т2 используется параметрический стабилизатор напряжения на диодах Д18, Д19, Д24.

Выпрямленное мостиком Д14—Д17 напряжение с последующей фильтрацией и стабилизацией используется для компенсации постоянного фона ионизационных детекторов.

Стабилизатор напряжения на стабилитронах Л3 и Л4 (150 В) предназначен для подачи поляризующего напряжения на электроды детектора ионизации в пламени.

Тумблером В4 («ДТ» — «ДИП» на лицевой панели) переключается вход самопишущего потенциометра на запись сигнала либо от блока управления, либо от УПТ.

Усилитель постоянного тока должен удовлетворять следующим техническим требованиям.

1. Чувствительность усилителя по току должна быть не хуже  $1 \cdot 10^{-11}$  на всю шкалу при положении тумблера множителя «х1» и  $1 \cdot 10^{-8}$  при положении множителя «х1000» на 1-й шкале.

2. Погрешность множителя выходного сигнала между ступенями не должна превышать  $\pm 1,5\%$ .

3. Нелинейность амплитудной характеристики усилителя не должна превышать  $\pm 4\%$ .

4. Абсолютный уровень шумов не должен превышать 0,5 мкВ (0,5% первой шкалы).

5. Смещение нулевого уровня должно быть не более 2% за 60 мин. при включенном компенсирующем напряжении.

6. Время прогрева усилителя не более одного часа.

На задней панели установлены розетки кабельных соединений с блоком анализатора и другими блоками прибора.

#### 7.6. Измеритель малых токов ИМТ-05.

В комплект прибора (4, 5, 7 мод.) вместо усилителя постоянного тока может поставляться измеритель малых токов ИМТ-05. В этом случае в комплект поставки хроматографа входит техническое описание измерителя малых токов ИМТ-05 и его инструкция по эксплуатации.

#### 7.7. Регистратор.

В комплекте с прибором потребителю поставляется электронный потенциометр типа КСП-4.

Регистратор имеет шкалу 1 мВ и время пробега шкалы пером 1 сек. Описание электронного регистратора и инструкция по его эксплуатации входят в комплект поставки хроматографа.

### 8. УКАЗАНИЯ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ

8.1. При монтаже и работе с прибором должны быть выполнены все требования правил техники безопасности при работе с сжатым взрывоопасным газом и электрическим напряжением до 250 В.

8.2. Функциональные блоки хроматографа работают от сети переменного тока 220 В, 50 Гц. Неквалифицированное обслуживание прибора, а также ремонт блоков, не отключенных от сети, может привести к несчастным случаям.

Смена колонок в термостате с работающим двигателем вентилятора недопустима.

8.3. Заземление всех блоков необходимо как с точки зрения обеспечения безопасности обслуживания, так и уменьшения шумов и флуктуации нулевой линии регистратора.

8.4. Газовое питание прибора обычно осуществляется газом-носителем от баллона с давлением до 150 атмосфер.

**НЕ ОТКРУЧИВАЙТЕ ВЕНТИЛЬ БАЛЛОНА  
БЕЗ УСТАНОВКИ НА НЕМ ПОНИЖАЮЩЕГО РЕДУКТОРА!  
НЕ ДОПУСКАЙТЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ВОДОРОДА  
В КАЧЕСТВЕ ГАЗА-НОСИТЕЛЯ!**

## **9. ПОДГОТОВКА ПРИБОРА К РАБОТЕ**

### **9.1. Правила распаковки.**

Прибор ЛХМ-8МД поставляется упакованным в деревянные ящики. Транспортировка, хранение и установка упакованных приборов должны осуществляться при верхнем положении той стороны ящика, на которой имеется надпись «Верх». Вскрывать тару следует со стороны с надписью «Здесь вскрывать». При распаковке нельзя допускать ударов по ящикам и сильных сотрясений. После снятия крышек следует вначале вынуть находящиеся под ними уплотнительные вставки, предохраняющие блоки от смещений, а затем сами блоки.

После распаковки прибора его следует поместить на срок не менее суток в отопляемое сухое помещение и только после этого приступить к установке и монтажу прибора.

### **9.2. Установка и монтаж.**

Для установки прибора следует предварительно оборудовать место его эксплуатации. В помещении, где будет установлен прибор, не должно быть агрессивных паров и газов, сильных сквозняков, резких изменений окружающей температуры.

К месту установки прибора должны быть подведены:

а) электроэнергия — однофазное переменное напряжение 220 В, частотой 50 Гц, на потребляемую мощность не менее 2 кВт;

б) газ-носитель (азот, аргон, гелий) и вспомогательные газы — (водород, воздух), с давлением не менее 5 кг/см<sup>2</sup>. Предпочтительно использование промышленных газов из баллонов, не имеющих примесей инородных веществ.

Прибор устанавливается на лабораторном столе так, чтобы к нему имелся доступ со всех сторон. Целесообразно такое расположение блоков на столе справа налево: газовый блок, блок анализатора, один на другом — блоки управления, программирования, измерителя малых токов (или усилителя постоянного тока), далее электронный потенциометр КСП-4.

### **9.3. Заземление прибора.**

Перед проведением каких-либо работ с прибором его заземляют медными проводами сечением 4...6 мм<sup>2</sup> в точках, обозначенных знаком на бло-

ках. Необходимо иметь в виду, что при плохом заземлении трудно обеспечить стабильную нулевую линию на ленте регистратора.

#### 9.4. Приготовление хроматографических колонок

С прибором ЛХМ-8МД поставляются незаполненные насадочные колонки, а для приборов с ДИП еще и капиллярные колонки. Для приготовления хроматографических колонок необходимо выбрать в соответствии с поставленными задачами сорбент или стационарные фазы для капиллярных колонок. Приготовление колонок заключается в промывке их, подготовке сорбента, заполнении колонок сорбентом и термостабилизации колонок.

##### 9.4.1. Приготовление насадочных колонок.

###### Подготовка колонки

1. Прокалить пустую колонку при температуре 300...400°C.
  2. Промыть щелочным раствором.
  3. Промыть водопроводной водой.
  4. Продуть воздухом или азотом, слегка постукивая по колонке.
  5. Промыть смесью растворителей (спирт+бензин+эфир+ацетон и др. в отношении 1:1:1:1). Желательно смесью растворителей заполнить колонку и оставить ее на 10...12 часов, потом промыть растворителями до тех пор пока они станут светлыми.
  6. Просушить колонку.
  7. Продуть колонку при температуре 200...250°C в течение 1 часа.
- Подготовка сорбента заключается в сушке и прокаливании его при температуре, максимально допустимой для данного сорбента.

###### Заполнение колонок сорбентом

1. Предварительно один конец колонки заглушают пробкой, изготовленной из фильтровой сетки № 120 на глубину 8...12 мм. Пробка предохраняет детектор от попадания в него частичек сорбента. (Допускается применение в качестве заглушки пробки из стеклонити).

Далее необходимо рассчитать объемное количество сорбента по формуле:

$$V = \frac{\pi D^2}{4} \cdot l \cdot I,$$

где:  $D$  — диаметр колонки, см;  
 $\pi$  — 3,14;  
 $l$  — длина колонки, см.

2. Короткие колонки при условии, что требования к плотности набивки колонки невелики, можно заполнить через воронку. Засыпка наполнителя производится мелкими порциями при одновременном постукивании по колонке легкими упругими ударами до полного ее заполнения.

3. Схема заполнения колонки без предварительного выпрямления ее с помощью стеклянной груши-уловителя показана на рис. 11. Грушу-уловитель заполняют рассчитанным количеством сорбента, один конец груши подсоединяют к колонке, другой — к газовому баллону.

Под давлением 1,0...1,3 кгс/см<sup>2</sup> из груши сорбент перемещается в колонку до полного ее заполнения, при этом колонку следует слегка постукивать. Грушу обернуть изоляцией. После прекращения поступления сорбента в колонку необходимо медленно снизить давление газа, поступающего в грушу, и только после установления атмосферного давления в колонке, отсоединить грушу-уловитель. Это предупредит выброс сорбента из колонки. Если позволяет сорбент, то горячую колонку заполнять горячим сорбентом.

4. Заполнить колонку сорбентом можно и при помощи вакуум-насоса, который подсоединяется к заглушенному концу колонки, к свободному кон-

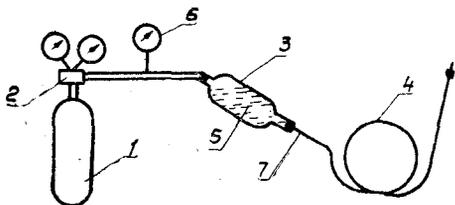


Рис. 11. Схема заполнения колонки с помощью груши-уловителя.

- 1 — баллон с газом-носителем; 2 — редуктор высокого давления; 3 — груша уловитель; 4 — колонка; 5 — сорбент; 6 — манометр; 7 — соединительная трубка.

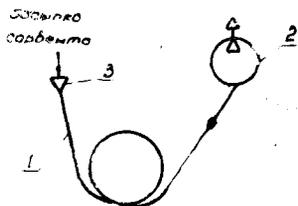


Рис. 12. Схема заполнения колонки сорбентом с помощью вакуум-насоса.

- 1 — колонка; 2 — вакуум насос; 3 — воронка.

цу колонки подсоединяется воронка, в которую по мере необходимости засыпается сорбент.

Разряжение вакуум-насоса 0,6... 0,7 кгс/см<sup>2</sup>. Схема заполнения колонки с помощью вакуум-насоса показана на рис. 12.

5. Сравнить колонки по плотности заполнения сорбентом можно следующим образом:

- а) взвесить колонку с заглушенным концом,
- б) наполнить колонку сорбентом,

в) взвесить наполненную колонку, разность двух взвешиваний является весом сорбента.

Плотность набивки колонки определяется как отношение веса сорбента к объему колонки:

$$d = \frac{P}{V}, \quad \text{где } P \text{ — вес сорбента,} \\ V \text{ — объем колонки.}$$

После набивки колонки свободный конец ее также заглушить пробкой из фильтровой сетки. Заполненные колонки при хранении переключить пластиковой трубкой для предохранения попадания влаги из окружающего воздуха.

6. Заполненные колонки должны быть термически обработаны с целью удаления из них влаги, летучих веществ и стабилизации неподвижной фазы. Термообработка колонки производится нагревом ее в термостате при одновременной продувке через нее газа, например, азота, при расходе от 50 до 100 мл/мин. На выходе из продуваемой колонки целесообразно установить склянку Тищенко с водой, по которой можно судить о прекращении уноса летучих частиц. Продувку производить не менее 8 часов, повышая периодически температуру от комнатной до максимально возможной для данного сорбента.

#### 9.4.2. Приготовление капиллярных колонок,

Перед нанесением жидкой фазы на внутреннюю поверхность капиллярной колонки ее следует подготовить.

Если колонка будет замята, то она необратимо потеряет эффективность. Замятые концы ее следует отрезать на длину около 1 метра. Срез конца не должен иметь заусенцев, направленных во внутрь, замятия и сквозных разрезов на толщину стенки колонки. Дополнительной обработки образовавшихся срезов производить не рекомендуется.

Промывают колонки при помощи приспособления, устанавливаемого на седло редуктора баллона со сжатым азотом (рис. 13).

В стакан приспособления устанавливают пробирку, заполненную требуемым моющим раствором или растворителем. Колонка через гайку и резиновые уплотнения вводится в пробирку, не доходя до дна на 1—2 мм, после чего в приспособление редуктором подается давление от 2 до 10 кгс/см<sup>2</sup> в зависимости от длины, диаметра, материала, степени чистоты колонки и других условий, определяемых примененными колонками и растворителями. На свободном конце колонки следует иметь устройство для контроля за наличием прохода через нее газа и растворов.

Для промывки колонки следует применять чистые, предварительно фильтрованные растворы в следующем порядке:

- а) однопроцентный раствор в дистиллированной воде поверхностно-активных веществ типа ОП-7, ОП-10, ТВИН-60 или ТВИН-80 (промывку повторять 3 раза);
- б) дистиллированная вода (промывку повторять 3 раза);
- в) ацетон или метанол (2 раза);
- г) бензол (2 раза);
- д) эфир черный (2 раза);
- е) растворитель, в котором будет наноситься неподвижная жидкая фаза (3 раза).

Для нанесения неподвижной жидкой фазы готовят ее 5—15% раствор, фильтруют и заливают в пробирку в количестве, равном 20% объема капиллярной колонки. Капилляр вводится до дна пробирки. Большие концентрации раствора следует применять к менее вязким фазам. Наносить фазу следует при таком давлении, которое обеспечит время перекачивания раствора через колонку в пределах от 0,5 до 1 часа. После этого необходимо продуть колонку газом-носителем при комнатной температуре и давлении 0,5—1,0 кгс/см<sup>2</sup> в этом же приспособлении в течение 5—10 час. Дальнейшая стабилизация фазы проводится в термостате при давлении на входе 0,5—1,0 кгс/см<sup>2</sup> и температуре на 30—40°C меньше предельно допустимых значений для конкретной фазы.

## 10. ВКЛЮЧЕНИЕ ПРИБОРА, ПОРЯДОК РАБОТЫ И ОСОБЕННОСТИ ЭКСПЛУАТАЦИИ

10.1. В соответствии с целями и задачами анализа выберите нужную вам детекторную крышку и подготовьте необходимые колонки согласно п. 9.4. Наденьте на концы колонок накидные гайки и конусные муфты (медные муфты для насадочной колонки и фторопластовую для капиллярной колонки), затем вставьте колонку одним концом на выход из испарителя,

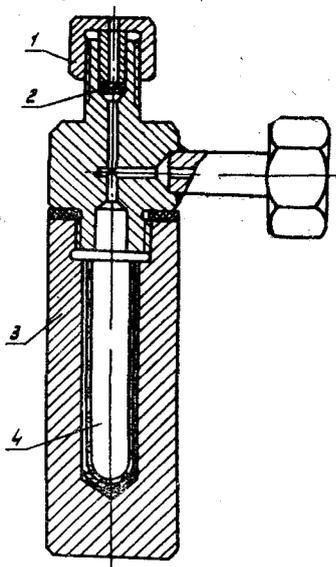


Рис. 13. Приспособления для промывки капиллярных колонок и нанесения жидкой фазы.

- 1 — гайка; 2 — резиновая пластина; 3 — корпус;
- 4 — пробирка.

другим — на вход к детектору, причем концы насадочной колонки, идущие к испарителю, вводите до упора, т. е. на 10—12 см. После этого затяните накидные гайки.

Установите затем крышку на блоке анализатора.

10.2. В соответствии с методикой анализа выберите дозирующую петлю нужного объема. На оба конца дозирующей петли наденьте гайку упорную, шайбу 3 и резиновую прокладку.

Сняв заднюю стенку блока анализатора, установите дозирующую петлю.

10.3. Выполните все межблочные газовые соединения трубопроводами, находящимися в ЗИПе, руководствуясь надписями на задних панелях блоков и газовой схемой данной модели. На концы трубопроводов предварительно наденьте резиновые прокладки Л68.683.124, которые обеспечивают герметичность соединений.

10.4. Подсоедините газовое питание к прибору.

Редуктором высокого давления на баллонах с газами установите давление на входе в прибор 7—8 кгс/см<sup>2</sup>.

10.5. Проверьте герметичность газовых линий прибора, используя для этих целей образцовый манометр на 4 кгс/см<sup>2</sup>, подсоединяя его на выходе приемной газовой линии.

Подсоедините к выходным трубкам детекторной крышки при работе с детектором по теплопроводности через тройник образцовый манометр, предварительно надев на выходные трубки гайки Л68.930.064, резиновые прокладки Л68.683.124 и подсоединив штуцера Л68.652.049, перекройте газовый поток этого канала с помощью входного редуктора блока, вывернув его против часовой стрелки. Через 2...3 минуты давление в газовой линии установится и, если схема герметична, стрелка манометра будет оставаться неподвижной.

При работе с детектором ионизации в пламени образцовый манометр подключайте к выходам колонок, отсоединив их от входа в детекторы.

Если падение давления газа в схеме за 30 минут не превышает 0,05 кгс/см<sup>2</sup> от начальной величины, герметичность может считаться удовлетворительной. Находить места утечки газа рекомендуется посредством омыливания мыльной водой мест, подозреваемых в утечке.

После проверки линии газа-носителя проведите аналогичным образом проверку линий вспомогательных газов, подключая образцовый манометр к штуцерам соответствующих линий воздуха и водорода на промежуточно-переходной колодке блока анализатора.

Целесообразно проверить герметичность газовых линий также при максимальной температуре термостата колонок, если прибор будет эксплуатироваться при высоких температурах. Правила проверки такие же.

10.6. После проверки герметичности газовых линий установите необходимые расходы газа-носителя (от 10 до 100 мл/мин.) и воздуха с помощью дросселей плавной регулировки расходов в газовом блоке. Эти ручки выведены на переднюю панель и обозначены «Колонка I и II».

Контроль расхода газа-носителя производится пеним расходомером, подключаемым поочередно к обоим выходным трубкам на детекторной крышке блока анализатора, в случае работы с детектором по теплопроводности, или к выходам колонок для случая применения детектора ионизации в пламени. Для выставления расхода водорода откройте полностью дроссель плавной регулировки расхода воздуха ручкой, расположенной на лицевой панели, затем с помощью отвертки, руководствуясь надписями внутри блока, выставить равные расходы газа в одной и в другой газовых линиях, после этого ручкой на лицевой панели уменьшить расходы до нужной величины. Следует отметить, что из-за медленной реак-

ции регуляторов расходов на изменение положения установочных дросселей, процесс настройки расходов довольно длительный. Поэтому при повторных анализах, выключая прибор, целесообразно не изменять настройку регуляторов расхода. Расходы вспомогательных газов проверяйте, подключая ценный расходомер к соответствующим штуцерам переходной колодки.

10.7. Произведите электрические соединения блоков согласно рис. 14—17. В зависимости от примененной крышки соединение блоков модели 5 производите по чертежам рис. 15 или 16(17). Если модель 5 комплектуется измерителем токов ИМТ-05, то при работе с пламенно-ионизационным детектором электрические соединения выполните согласно рис. 17.

Включите вилки и разъемы электронных блоков и регистратора в розетки блока анализатора, а сетевую вилку блока анализатора в сеть 220 В. Тумблеры «Сеть» и «Ток детекторов» на функциональных блоках должны быть выключены.

10.8. Установите требуемую температуру испарителей с помощью переключателя на блоке анализатора. При установке температуры испарителей более 200°C подключите воздушное или водяное охлаждение резиновой прокладки испарителей, используя штуцера охлаждения.

10.9. Для задания режимов работы термостата колонок и детектора определите температурные режимы анализа.

В случае необходимости обеспечения определенной постоянной температуры разделительных колонок вращением лимба реохорда на блоке программирования температуры установите лимб так, чтобы значение нужной температуры находилось под стрелкой неподвижного упора. При этом тумблер «Программа» должен быть выключен, а переключатель «Скорость программирования» может находиться в любом положении.

Для режима разогрева колонок по линейному закону в процессе анализа установите лимб реохорда в положение, когда значение начальной температуры программирования находится под стрелкой центрального упора. Подвижный упор лимба установите на значение конечной температуры программирования. Переключатель «Скорость программирования» установите на нужную скорость. Тумблер «Программа» находится в выключенном положении.

10.10. На блоке управления лимбом реохорда установите требуемую температуру термостата детектора, причем рекомендуется температуру детектора устанавливать градусов на 50 выше температуры колонок.

Примечание. Указания в п.п. 10.9 и 10.10 даются для случаев работы с моделями 2 и 5 (с детектором по теплопроводности в собственном термостате, управляемом от блока управления). В случаях моделей, когда блок управления используется для управления температурой термостата колонок (режим работы изотермический, модели 1, 3, 7), температурный режим колонок задается лимбом реохорда на блоке управления.

10.11. Включите тумблер «Сеть» на блоке анализатора.

В верхней части передней панели блока анализатора должна загореться сигнальная лампочка и включиться вентилятор циркуляции воздуха, работа которого определяется характерным шумом.

Если крыльчатка вентилятора не вращается по каким-либо причинам, включите тумблер «Сеть» во избежание перегорания спирали нагревателя. Работа прибора с неработающим вентилятором недопустима.

10.12. Включите тумблер «Сеть» на регистраторе КСП-4 и на всех электронных блоках прибора, а также тумблер «Диаграмма» регистратора.

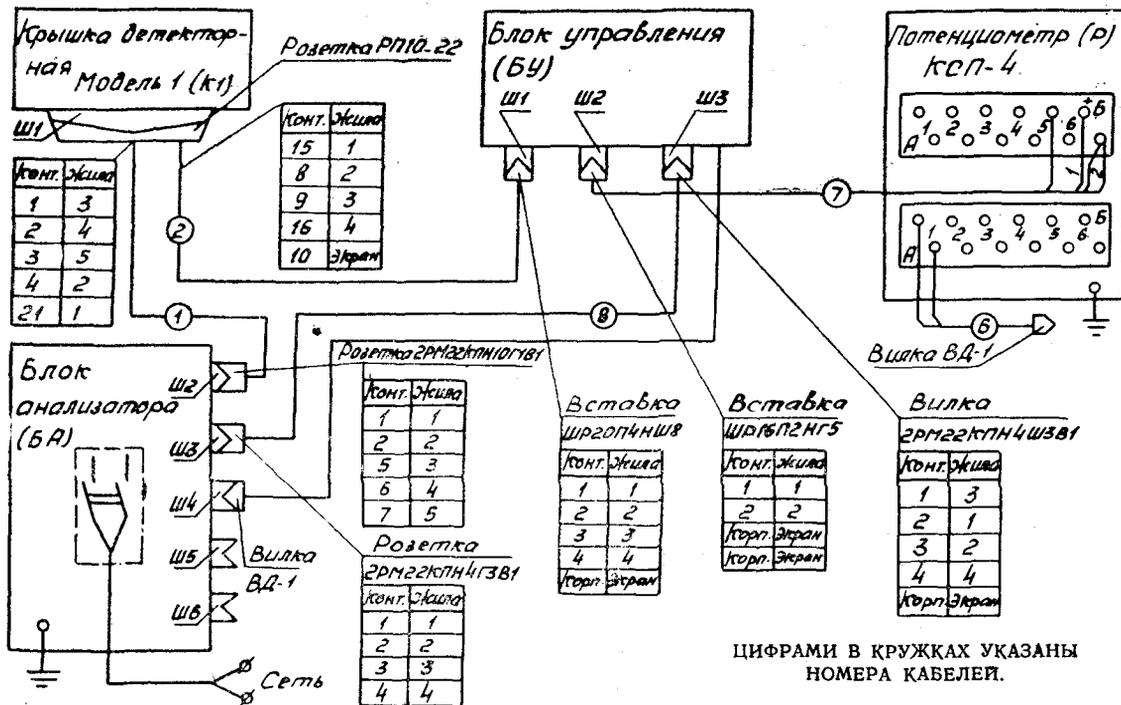
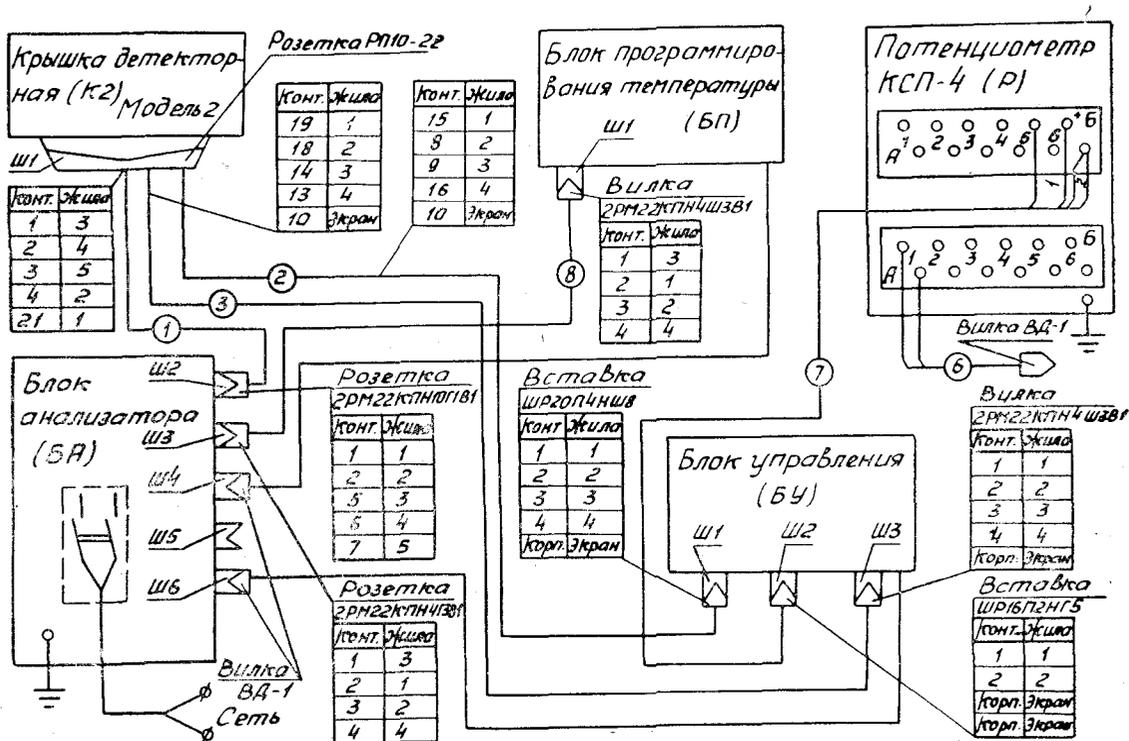
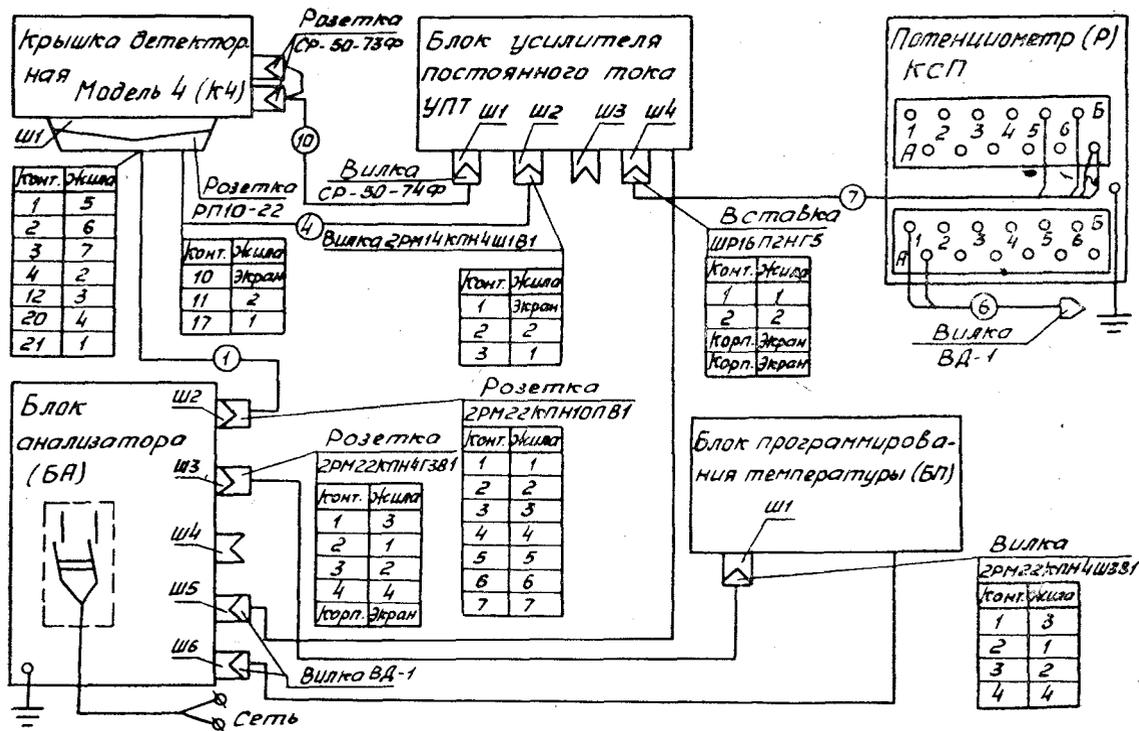


Рис. 14. Схема электрических соединений хроматографа модели 1.



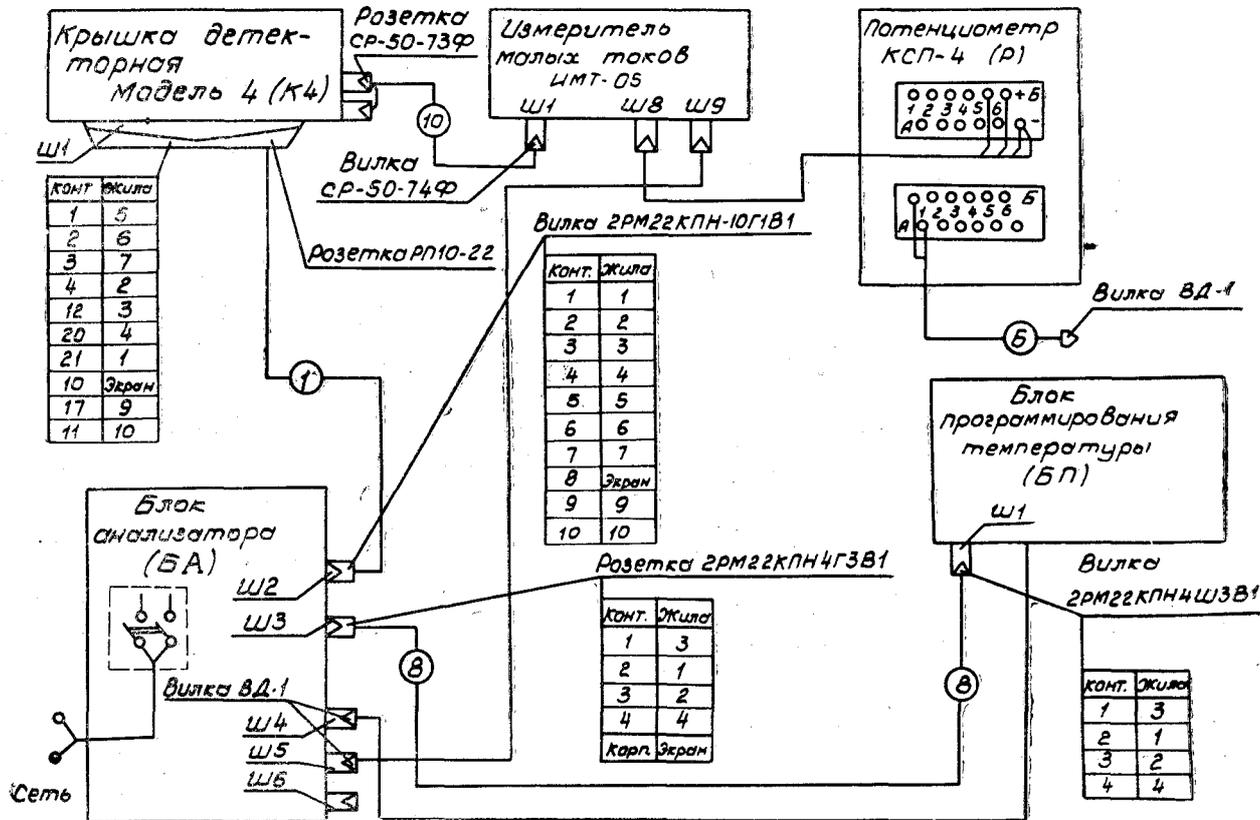
ЦИФРАМИ В КРУЖКАХ УКАЗАНЫ НОМЕРА КАБЕЛЕЙ

Рис. 15. Схема электрических соединений хроматографа модели 2, 5.



ЦИФРАМИ В КРУЖКАХ УКАЗАНЫ  
НОМЕРА КАБЕЛЕЙ.

Рис. 16. Схема электрических соединений модели 4, 5 с УПТ.



ЦИФРАМИ В КРУЖКАХ УКАЗАНЫ НОМЕРА КАБЕЛЕЙ.

Рис. 17. Схема электрических соединений модели 4, 5 с ИМТ 0,5.

Предварительно на регистраторе должна быть установлена скорость протяжки диаграммной ленты в соответствии с указаниями инструкции на регистратор.

### **10.13. Работа с детектором по теплопроводности.**

10.13.1. Вывернув ручку «Ток детектора» до отказа против часовой стрелки, включите тумблер «Ток детектора», а затем установите необходимый ток детектора, учитывая род газа-носителя и температуру в термостате детектора (по таблице 3).

## **ВКЛЮЧАТЬ ТУМБЛЕР «ТОК ДЕТЕКТОРА» БЕЗ ПОДАЧИ ГАЗА-НОСИТЕЛЯ В ДЕТЕКТОР НЕЛЬЗЯ ВО ИЗБЕЖАНИЕ ВЫХОДА ИЗ СТРОЯ ДЕТЕКТОРА**

Ручку переключателя «Множитель» установите в положение 300.

Ручками «Установка нуля» — «Плавно» и «Грубо» выведите перо регистратора на середину шкалы.

При разогреве детектора по теплопроводности до тех пор, пока его температура не стабилизируется, возможен большой дрейф нулевой линии регистратора. В этот период разогрева (около 1,5 часа) масштаб регистрации следует оставлять равным 300.

По мере разогрева прибора переключатель «Множитель» постепенно переводится в положение минимального значения, а ручками «Установка нуля» перо регистратора постепенно выводится на нулевую отметку.

10.13.2. Прибор можно считать вышедшим на режим, если дрейф и флуктуации нулевой линии на самом чувствительном масштабе будут соответствовать данным, указанным в п.п. 3.7 и 3.8 настоящей инструкции. После выхода прибора на режим можно приступить к проведению анализа.

10.13.3. Для работы в режиме программирования температуры ввод пробы можно осуществлять либо до включения тумблера «Программа» (т. е. до начала программирования), либо после включения программы в зависимости от методики анализа.

10.13.4. По завершении цикла анализа в программированном режиме выключите тумблер «Программа», лимб реохорда установите на значение  $35^{\circ}\text{C}$  и откройте дверцу термостата на  $45^{\circ}$ . После 25...30 минут остывания термостата и загорания лампочки индикации на панели термостата закройте дверцу и установите лимб реохорда на начальную температуру термостатирования. После стабилизации нулевой линии в пределах 2% цикл анализа можно повторить.

10.13.5. В хроматограф можно вводить газообразные и жидкие пробы с помощью соответствующего шприца через испаритель, а также газообразные пробы — с помощью крана-дозатора, расположенного с правой стороны блока анализатора.

10.13.6. Для анализа жидкой пробы шприцем, промытым несколько раз анализируемой смесью, отбирается необходимое количество этой смеси, а затем игла шприца через резиновую прокладку испарителя вводится в испаритель на максимально возможную глубину, и проба выдавливается.

Следует помнить, что после 10...15 проколов прокладка испарителя может потерять герметичность. Последнее может привести к потерям анализируемого вещества и соответствующему уменьшению величины пиков на хроматограмме, а также к увеличению дрейфа нулевой линии прибора. Поэтому следует периодически менять резиновую прокладку испарителя.

Аналогичным образом вводится с помощью шприца и газовая проба.

10.13.7. При дозировании газовой пробы с помощью приборного газового крана-дозатора необходимо объем с анализируемой смесью подключить к штуцеру «Вход» — «Дозатор» на задней панели блока анализатора. Если проводится анализ технических или агрессивных смесей, то на штуцер «Выход» необходимо надеть полиэтиленовый шланг и вывести его за пределы производственного помещения.

Выдвините шток дозатора. При этом анализируемая смесь заполнит калиброванный объем петли, установленной на кране-дозаторе, отключите подачу анализируемого газа и через 3...5 секунд переведите шток в исходное положение.

#### 10.14. Работа с детектором ионизации в пламени.

10.14.1. Нажав кнопку «Поджиг» в течение 2—3 секунд, услышите негромкий хлопок в детекторах, свидетельствующий о загорании в них водородного пламени. Горение пламени в детекторе подтверждается запотеванием поверхности зеркала, поднесенного к выходному рожку детектора.

Если загорания пламени не произошло, нажмите кнопку «Поджиг» еще раз. Поджиг водорода можно облегчить, перекрыв на время поток газа-носителя с помощью редуктора блока подготовки газа.

10.14.2. Если хроматограф комплектуется блоком УПТ, выведите перо регистратора на начало шкалы ручкой «Установка нуля» на лицевой панели, отсоединив предварительно входной кабель от УПТ. Если это не удается, откройте крышку УПТ и выставите «О» потенциометра с помощью переменного резистора, расположенного в правом углу возле лицевой панели, затем закройте крышку.

После выставления нуля при отключенном входе не трогайте ручку «Установка нуля».

Подсоедините входной кабель (10) согласно схеме электрических соединений данной модели.

В момент подключения кабеля стрелка потенциометра может резко отклониться или зашкалить, если переключатель «Множитель» на блоке усилителя постоянного тока не установлен на грубом значении шкалы прибора. Ручками «Компенсация», «Грубо» и «Точно» выведите перо регистратора в начало шкалы и по мере уменьшения дрейфа нулевой линии постепенно переведите прибор на наиболее чувствительную шкалу, переключая ручку «Множитель».

Тумблер «ДТП» — «ДИП» на блоке УПТ должен находиться в положении «ДИП».

Если хроматограф комплектуется измерителем малых токов ИМТ-05, то включайте прибор согласно инструкции по его эксплуатации.

10.14.3. После стабилизации нулевой линии и выхода прибора на режим работа с прибором должна производиться в соответствии с правилами, указанными в пп. 10.13.2 — 10.13.7 настоящей инструкции.

10.14.4. При работе с УПТ, если при подаче анализируемой пробы в прибор происходит движение пера регистратора в левую сторону — отрицательные пики, переключите ручку переключателя полярности с I ДИП на II ДИП или наоборот, в зависимости от того, в каком положении она находилась ранее, сохранив тот же знак компенсирующего напряжения «+» или «—».

## 11. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПОВЕРКЕ ОСНОВНЫХ ПАРАМЕТРОВ ХРОМАТОГРАФА ЛХМ-8МД В УСЛОВИЯХ ЭКСПЛУАТАЦИИ

11.1. Настоящие методические указания по поверке основных параметров прибора ЛХМ-8МД устанавливают методы и средства поверки хроматографа, находящегося в эксплуатации или прошедшего ремонт.

При проведении проверок хроматографа рекомендуется применять калиброванные смеси, приготовленные согласно методике, указанной в приложении 1.

Объем необходимых поверок хроматографа ЛХМ-8МД приводится в таблице 5.

Т а б л и ц а 5

Операции, производимые при поверке	Номера пунктов настоящих методических указаний.
1. Проверка герметичности газовой системы	11.5.1
2. Проверка времени выхода прибора на режим	11.5.2
3. Проверка величины дрейфа нулевой линии и уровня флуктуационных шумов	11.5.3
4. Проверка точности установления и поддержания температуры в термостатах	11.5.4
5. Проверка значений масштабных коэффициентов	11.5.5
6. Проверка порога чувствительности и чувствительности	11.5.6
7. Проверка сходимости абсолютных значений высот пиков	11.5.7
8. Проверка сопротивления изоляции	11.5.8

### 11.2. Условия поверки.

11.2.1. Поверка хроматографа должна производиться в помещении с температурой окружающего воздуха от  $+10^{\circ}\text{C}$  до  $+35^{\circ}\text{C}$ , относительной влажностью не более 80%.

11.2.2. Хроматограф рекомендуется располагать вдали от возможного источника нагрева, охлаждения и вибрации (отопительные приборы, вентиляция).

11.2.3. Хроматограф должен быть защищен от воздействия мощных переменных электромагнитных полей (электродвигателей, трансформаторов и т. п.).

11.2.4. Питающее напряжение 220 В, частотой 50 Гц должно быть подведено кабелем сечением не менее 2,5 ... 2,8 мм<sup>2</sup>.

11.2.5. Хроматограф должен быть заземлен.

11.3. Аппаратура, оборудование, материалы и реактивы, необходимые для проведения поверки хроматографа.

Для лабораторных испытаний и поверки хроматографа необходимо иметь следующие приборы и оборудование:

1. Секундомер СДС-ПР-1-2.
2. Манометр образцовый класса 0,4 со шкалой 10 кг/см<sup>2</sup>.
3. Потенциометр ПП-63.
4. Самопишущий мост типа КСМ-4, класс 0,25.

5. Линейка.
6. Ампервольтметр Ц4311 класса точности 1,0.
7. Мегаомметр М4100/3, класс 1.
8. Мост МО-62.
9. Алюмогель фракции от 0,25 до 0,5 мм.
10. Хроматон фракции от 0,2 до 0,25, обработанный 15% анизоном.
11. Баллон с пропаном, жидкие углеводороды от C<sub>1</sub> до C<sub>12</sub>.
12. Баллоны с газом-носителем и вспомогательными газами — водородом и воздухом, снабженные редукторами, манометрами высокого и низкого давлений.

#### 11.4. Подготовка прибора к проверке.

Подготовку хроматографа к работе произвести согласно разделу 9 настоящей инструкции по эксплуатации.

#### 11.5. Методы поверки.

11.5.1. Проверка герметичности газовых линий прибора описана в п. 10.5.

11.5.2. Время выхода прибора на режим определяется как промежуток времени от момента включения прибора в сеть питания до момента, когда дрейф нулевой линии и уровень флуктуационных шумов на наиболее чувствительном пределе измерения соответствуют значениям, указанным в настоящем техническом описании.

11.5.3. Величины дрейфа нулевой линии и уровня флуктуационных шумов определяются по записи нулевой линии после выхода прибора на режим.

Запись дрейфа нулевой линии производится в течение двух часов, при этом дрейф нулевой линии измеряется как наибольшее смещение нулевой линии в течение любого часа из указанного промежутка времени.

Уровень флуктуационных помех определяется как размах повторяющихся короткопериодных колебаний нулевой линии.

При измерении в режиме программирования температуры ход нулевой линии за время от начала охлаждения до момента начала следующего цикла программирования не учитывается.

а) Проверка дрейфа нулевой линии и уровня флуктуационных шумов при работе с детектором по теплопроводности производится при следующих условиях:

температура термостата колонок и детектора, °С	290 ± 5
температура испарителя, °С	350 ± 5
колонки насадочные, длина, м	2
наполнитель — алюмогель А1 фракции от 0,25 до 0,5 мм 1	
газ-носитель — гелий;	
расход газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин	25
ток моста детектора, мА	95

Запись дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевой линии в изотермическом режиме работы колонок производится при коэффициенте ослабления выходного сигнала «1».

В режиме линейного программирования скорость подъема температуры в термостате колонок устанавливается 25°С/мин в интервале от 50 до 300°С.

При программировании температуры запись нулевой линии проводится при коэффициенте ослабления выходного сигнала «3». Остальные условия те же. Дрейф и флуктуации должны соответствовать значениям, указанным в п.п. 3.6; 3.7; 3.8 настоящего технического описания.

б) Проверка времени выхода на режим, дрейфа и уровня флуктуационных шумов нулевой линии для случаев работы с детектором ионизации в пламени производится при следующих условиях:

колонки насадочные, длина, м  
 наполнитель — алюмогель А1 фракции от 0,25 до 0,5 мм  
 газ-носитель

2.

расход газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин	азот
расход водорода, см <sup>3</sup> /мин	25 ± 10
расход воздуха, см <sup>3</sup> /мин	30 ± 10
	300 ± 50

Производится измерение при трех значениях температуры в термостате колонок: +50°C, +150°C, +300°C, причем измерения дрейфа и флуктуации нулевой линии производятся на следующих масштабах:

при температуре 50°C	— на масштабе 1
при температуре 150°C	— на масштабе 3
при температуре 300°C	— на масштабе 10,

а значения дрейфа и флуктуаций должны соответствовать значениям, указанным в пп. 3.6; 3.7; 3.8 настоящего технического описания.

11.5.4. Проверка точности установления и поддержания температуры в термостате детекторов и колонок проверяется при значениях температур 50°C, 150°C, 300°C. При этом испаритель должен быть включен на температуру, не менее чем на 50°C превышающую температуру в термостате колонок.

Схема проверки погрешности установления и поддержания заданной температуры в термостате детекторов и колонок приводится на рис. 18.

В качестве датчиков температуры используются вторые плечи рабочих датчиков ЭСП-01 гр. 21, установленных в термостатируемых объемах.

В каждом испытательном режиме производится нагрев и термостатирование в течение 90 мин, после чего выполняются измерения сопротивлений датчиков мостом постоянного тока класса точности не хуже 0,1, например, мостом МО-62. Полученные значения сопротивлений переводят на температуру по таблице ГОСТ 6651-59.

Измерения для каждого режима выполняют одновременно или последовательно во всех термостатируемых частях.

Погрешность установления температуры определяется по формуле:

$$\Delta T = T_z - T_d,$$

где:  $T_z$  — заданное значение температуры;

$T_d$  — действительное значение температуры.

Погрешность поддержания температуры определяется, как максимальный размах линии записи на ленте потенциометра КСП-4 в течение 30 мин. после выхода хроматографа на режим (рис. 18). Скорость протяжки ленты потенциометра КСП-4 240 или 600 мм/час.

Размах колебаний ( $\Delta R$ ) определяется по формуле:

$$\Delta R = K \cdot \Pi \text{ (Ом)},$$

где:  $K$  — максимальное смещение линии записи на ленте потенциометра

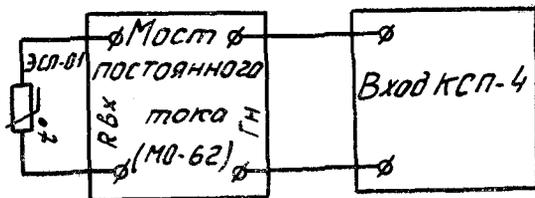


Рис. 18. Принципиальная схема измерения и регистрации погрешности поддержания температуры.

КСП-4, мм;

Ц — цена деления шкалы потенциометра КСП-4, Ом/мм.

$$Ц = \frac{R}{l} \text{ Ом/мм,}$$

где: R — разбаланс моста, Ом;

l — смещение пера на ленте потенциометра КСП-4 при разбалансе

R, мм ( $l \geq 100$  мм).

Полученное значение ( $\Delta R$ ) по таблице ГОСТ 6651-59 переводят в температуру.

Погрешность поддержания температуры не должна превышать нормируемой.

11.5.5. Погрешность коэффициентов ослабления выходного сигнала определяется как максимальная разность между коэффициентом ослабления, указанным в технических данных, и его действительным значением, отнесенная к действительному значению.

Проверка погрешности коэффициентов деления выходного сигнала при переключении диапазонов измерения производится относительно диапазона измерений, на котором обеспечивается наибольшая чувствительность.

а) Схема для определения погрешности коэффициента деления сигнала детектора по теплопроводности изображена на рис. 19.

Вместо детектора к блоку управления на вход делителя (клеммы 3, 4 разъема Ш1) подключается источник калибровочного напряжения. Источник подключается через регулятор напряжения и на вольтметре устанавливается напряжение 100 мВ. Выход с блока управления подключается к потенциометру ПП-63.

Производится измерение выходных напряжений блока управления поочередно на каждом из масштабов регистрации. Для каждого положения вычисляется действительное значение коэффициентов ослабления.

$$M_{gi} = \frac{U_i}{U_j},$$

где:  $U_j$  — значение выходного напряжения блока управления на наиболее чувствительном масштабе, измеренное потенциометром ПП-63;

$U_i$  — значение выходного напряжения на проверяемом диапазоне.

Погрешность коэффициента ослабления  $\gamma_i$ ; выходного сигнала детектора по теплопроводности для каждого измерения вычисляется по формуле:

$$\gamma_i = \frac{M_{ni} - M_{gi}}{M_{ni}} \cdot 100\%,$$

где:  $M_{ni}$  — номинальное значение коэффициента ослабления.

б) Определение погрешности коэффициента ослабления выходного сигнала блока усилителя постоянного тока УПТ.

К выходу УПТ подсоедините регистратор — КСП-4.



Рис. 19. Схема определения погрешности коэффициентов ослабления выходного сигнала блока управления.

1 — источник калибровочного напряжения типа ИРН-64; 2 — ампервольтметр Ц4311; 3 — блок управления; 4 — потенциометр типа ПП-63.

Установив ручку «Множитель» переключения масштабов на блоке УПТ в положение 1, ручками компенсации «Плавно» — «Грубо» сместите перо регистратора вправо, не доводя его на 5... 10 мм до конца шкалы, и замерьте расстояние от нуля регистратора до пера. Затем ручку «Множитель» переведите на следующую цифровую отметку шкалы 3 и замерьте отклонение пера регистратора от нуля. Отношение значения отклонения пера в положении ручки 1 к отклонению пера на положении 3 является действительным значением коэффициента ослабления выходного сигнала.

Для определения второго действительного значения коэффициента ослабления выходного сигнала на шкале 3 ручками «Компенсация» так же, как и при предыдущем замере, выведите перо регистратора в правое положение и измерьте его расстояние от нулевого значения шкалы. Переключив ручку на масштаб 10, измерьте вновь положение пера от нулевого значения шкалы регистратора.

Погрешность соседних коэффициентов ослабления выходного сигнала определяется по формуле:

$$\gamma_i = \frac{M_{ni} - M_{gi}}{M_{ni}} \cdot 100[\%]$$

где:  $M_{ni}$  — номинальное значение коэффициента ослабления

$M_{gi}$  — действительное значение соседнего коэффициента ослабления.

11.5.6. Порог чувствительности хроматографа определяется как минимальная концентрация примеси стандартного вещества (пропана) в газеносителе, при которой величина пика на хроматограмме превышает двойной уровень флуктуационных шумов. Чувствительность хроматографа определяется как реакция хроматографа (т. е. величина выходного сигнала хроматографа в милливольтках) на входной сигнал. Порог чувствительности и чувствительности для детектора по теплопроводности определяется при следующих условиях:

температура колонок, °С:	для моделей 1 и 3	150 ± 5
	для моделей 2 и 5	80 ± 5
температура детектора		150 ± 5
газ-носитель — гелий		
ток детектора, мА		130
колонки насадочные, длина, м		2,0
наполнитель — алюмогель А1 фракции от 0,25 до 0,5 мм;		
расход газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин		25 ± 5
скорость движения диаграммной ленты регистратора, мм/час		2400
объем дозы, см <sup>3</sup>		0,125 или 0,5
концентрация пропана, % объемных		от 0,6 до 1

Производится пять последовательных анализов.

Чувствительность детектора по теплопроводности вычисляется по формуле:

$$S = \frac{M \cdot X \cdot Y \cdot Q}{V \cdot C_0 \cdot \rho \cdot C_g} \cdot 100\% \left[ \frac{\text{см}}{\text{мг/см}^3} \right],$$

где:  $M$  — масштаб регистрации;

$X$  — среднее значение высоты пика, см;

$Q$  — расход газа-носителя, см<sup>3</sup>/с;

$Y$  — среднее значение ширины пика анализируемого вещества на середине высоты, см;

$v$  — скорость диаграммной ленты, см/с;  
 $C_0$  — объемная концентрация анализируемого вещества в контрольной смеси, %;  
 $\rho$  — плотность анализируемого вещества, мг/см<sup>3</sup>;  
 $C_g$  — объем дозы, см<sup>3</sup>.

Значение порога чувствительности определяется по следующей формуле:

$$Stip = \frac{200\Delta X}{S \cdot \rho} [\% \text{ объемные}],$$

где:  $\Delta X$  — уровень флуктуационных шумов, см.

Порог чувствительности и чувствительность прибора с детектором ионизации в пламени определяются при следующих условиях:

температура колонок, °С:	для варианта с УПТ	80 ± 5
	для варианта с ИМТ	150 ± 5
колонки насадочные, длина, м		2,0
наполнитель — алюмогель А1 фракции от 0,25 до 0,5 мм		
газ-носитель		азот
расход газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин		25 ± 5
расход водорода, см <sup>3</sup> /мин		30 ± 10
расход воздуха, см <sup>3</sup> /мин		300 ± 10
скорость движения диаграммной ленты, мм/час		2400
объем дозы, см <sup>3</sup>		0,125
концентрация пропана в азоте, % об		0,01—0,02

Производится пять последовательных анализов.

Чувствительность прибора и порог чувствительности вычисляются по формулам:

$$S = \frac{M \cdot X \cdot Y}{v \cdot C_0 \cdot \rho \cdot C_g} \cdot 100\% \left[ \frac{\text{см}}{\text{мг/с}} \right] \text{ для УПТ}$$

$$S = \frac{A \cdot X \cdot Y}{0,5 \cdot v \cdot C_0 \cdot C_g} \left[ \frac{\text{Кл}}{\text{мг}} \right] \text{ для ИМТ,}$$

где:  $A$  — шкала ИМТ-05, А

$$Stip = \frac{2\Delta X}{S} \left[ \frac{\text{мг/с}}{\text{мг/с}} \right] \text{ для УПТ.} \quad Stip = \frac{2\Delta X_1}{S} \left[ \frac{\text{мг/с}}{\text{мг/с}} \right] \text{ для ИМТ,}$$

где  $\Delta X_1$  — уровень флуктуационных шумов, А.

11.5.7. Проверка сходимости результатов измерений производится после выхода прибора на режим.

Показатели сходимости определяются отдельно на газовых и жидких пробах: на газовых пробах при температуре колонок и детектора 150 ± 5 °С для детектора по теплопроводности и 80 ± 5 °С для детектора ионизации в пламени, а на жидких пробах 220 ± 5 °С при температуре испарителя на 50 °С выше температуры колонок.

Проверка сходимости измерений производится как в изотермическом режиме, так и в режиме линейного программирования температуры термостата колонок: от 100 до 250 °С при скорости подъема температуры 12 °С/мин.

Для изотермического режима в качестве газовых проб применяется смесь пропана в азоте или гелии, в качестве жидких проб — смесь додекана и тридекана ( $C_{12}H_{26}$  и  $C_{13}H_{28}$ ) в гексане; для режима линейного программирования применяется смесь октана, декана и додекана ( $C_8H_{18}$ ,  $C_{10}H_{22}$ ,  $C_{12}H_{26}$ ) в гексане.

Применяемая колонка должна обеспечить полное и четкое разделение компонентов контрольных смесей. Общее время удерживания должно быть не менее 2 сек.

Режим испытаний (объем дозы, концентрация компонентов в смеси) должны быть выбраны такими, чтобы высоты пиков были не менее 0,5 шкалы регистратора.

Измерения должны проводиться при следующих условиях:

для газовых проб при температуре колонок  $150 \pm 5^\circ\text{C}$  и масштабе 1 : 1 или 1 : 10;

для жидких проб при температуре термостата колонок  $220 \pm 5^\circ\text{C}$  и масштабе регистрации 1 : 1 или 1 : 10;

колонки насадочные длиной 2 м;

наполнитель — хроматон фракции от 0,2 до 0,25, обработанный 15% Аризон, или любой другой сорбент.

Для определения показателей сходимости производится не менее 10 измерений с каждой системой детектирования.

Обсчет сходимости абсолютных значений высот пиков и времен удерживания ведется по следующей формуле:

$$\delta = \frac{100}{X_{\text{ср}}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta X_i)^2}{n-1}} \quad [\%],$$

где:  $n$  — число измерений;

$X_i$  — индивидуальное значение контролируемого параметра;

$X_{\text{ср}}$  — среднее значение контролируемого параметра;

$\Delta X_i$  — разность индивидуального значения контролируемого параметра и среднего значения ( $\Delta X_i = X_i - X_{\text{ср}}$ )

Время удерживания измеряется с помощью секундомера от момента ввода пробы до момента выхода вершины пика.

Сходимость относительных значений высот пиков определяется по формуле:

$$\delta_{\text{п}} = \frac{100 \cdot n}{\sum_{i=1}^n C_i} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\Delta C_i)^2}{n-1}} \quad [\%],$$

где:  $n$  — число измерений;

$m$  — количество компонентов в анализируемой смеси;

$\sum_{i=1}^n (\Delta C_i)^2$  — сумма квадратов отклонений индивидуальных значений относительных величин пиков от среднего значения;

$$C_i = \frac{X_i}{\sum_{i=1}^m X_i} \quad \text{— относительное значение высоты пика;}$$

$X_i$  — индивидуальное значение высоты пика  $i$  — компонента, мм;

$\sum_{i=1}^m X_i$  — сумма всех высот пиков компонентов в одном цикле анализа на хроматограмме, мм.

Вычисленные отклонения сходимостей не должны превышать значений, указанных в настоящем техническом описании.

11.5.8. Определение сопротивления изоляции электрических цепей хроматографа относительно корпуса (за исключением цепей питания ионизационных детекторов) проводится мегаомметром типа М1101М с испытательным напряжением 500 В при закороченных электродах тиристора.

### ВНИМАНИЮ ПОТРЕБИТЕЛЯ!

1. В результате возможных загрязнений и попадания влаги в газовые каналы прибора во время хранения и транспортирования хроматограф, подготовленный к работе согласно разделов 9 и 10 инструкции, продуть газом-носителем в течение 30 часов в условиях проверки по п. 11.5.3.

2. Случайные, резкие выбросы при записи на диаграммной ленте не учитываются — они вызваны случайными помехами при работе прибора.

3. При работе на масштабах с минимальными ослаблениями выходного сигнала в процессе проведения анализа или проверки прибора не допустимы колебания и изменения напряжения питания.

### 12. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Признаки	Возможные причины	Проверка и возможности устранения неисправностей
1	2	3
1. Нет хроматографических пиков	а) нет напряжения питания на мостовой схеме детектора по теплопроводности или оно мало б) нет напряжения питания на электродах детектора ионизации в пламени в) не обеспечены необходимые расходы газов в приборе	Подайте питание на детектор.  Подайте напряжение питания  Отрегулируйте соответствующие расходы. Если питание газом-носителем нарушено, устраните нарушение. Замените баллон с газом-носителем, если давление в нем менее 5 кгс/см <sup>2</sup> . Аналогичные меры примите к выставлению потоков вспомогательных газов.
	г) неисправен регистратор или произведено неправильное его включение	Подключите регистратор так, как указано в инструкции прибора. Заземлите прибор правильно. Устраните неисправность регистратора, пользуясь рекомендациями инструкции по эксплуатации на него
	д) температура блока испарителя очень низка.	Поднимите температуру блока испарителя.
	Проба не испаряется	Проверьте работу испарителя с помощью таких смесей, как ацетон.

1	2	3
	е) шприц для ввода пробы не герметичен	Замените шприц
	ж) блок испарителя имеет утечку	Замените резиновую прокладку испарителя
	з) не горит пламя	Проверьте горение, зажгите пламя и проверьте расходы газа-носителя, водорода и воздуха
	и) засорена дозирующая петля в газовом дозаторе	Прочистите дозирующую петлю
2. Низкая чувствительность с нормальным временем удерживания	а) температура колонок низкая	Увеличьте температуру колонок
	б) коэффициент ослабления выходного сигнала велик	Перейдите на меньший коэффициент ослабления
	в) недостаточный объем пробы	Увеличьте объем пробы
	г) шприц-уплотнитель имеет утечку	Замените шприц или уплотнитель узла ввода пробы
	д) чувствительность ДИП низкая	Увеличьте расходы водорода, воздуха, газа-носителя, прочистите детектор
	е) чувствительность ДТП низкая	Увеличьте, но не выше табличного, ток питания моста детектора, уменьшите температуру детектора, измените расход газа-носителя
3. Низкая чувствительность при увеличении времени удерживания	а) скорость газа-носителя низкая	Установите требуемый расход газа-носителя
	б) утечки в линии газа-носителя	Обнаружьте утечки и устраните их
	в) постоянные утечки в уплотнителе узла ввода пробы	Замените резиновую прокладку
4. Отрицательные пики	а) регистратор неправильно соединен	Соедините входы регистратора с выходом хроматографа, как описано в инструкции регистратора
	б) переключатель полярности включен неправильно	Переключите полярность
5. Увеличенный дрейф нулевой линии	а) прибор установлен в месте больших сквозняков, резких перепадов температур	Установите прибор в другом месте, где он не подвергается резким изменениям окружающей температуры и вибрации
	б) прибор плохо заземлен	Обеспечьте хорошее заземление прибора и регистратора. Использование «нулевой ши-

1	2	3
	<p>в) утечка в газовых линиях</p> <p>г) загрязнение газовых линий детектора</p> <p>д) неисправен усилитель постоянного тока</p> <p>е) неисправен регистратор</p>	<p>ны» в качестве заземления не допускается</p> <p>Обнаружьте утечку и устраните ее</p> <p>Проведите регенерацию фильтров газового блока</p> <p>Неисправен электрометрический усилитель. Устраните неисправность</p> <p>Устраните неисправность согласно инструкции по эксплуатации.</p>
6. Синусоидальный вид нулевой линии	<p>а) высокая чувствительность терморегулятора колонок или детектора</p> <p>б) редуктор давления газа-носителя неисправен</p> <p>в) давление газа в баллоне слишком низкое, чтобы обеспечить нужное регулирование</p>	<p>Отрегулируйте чувствительность резистором R2, рис. 24 или рис. 25</p> <p>Замените неисправный редуктор давления. Иногда установление более высокого давления обеспечивает более лучшее регулирование</p> <p>Замените баллон с газом</p>
7. Перо регистратора не устанавливается на нуль	<p>а) нуль потенциометра отрегулирован неправильно</p> <p>б) нарушено питание детектора</p>	<p>Отрегулируйте нуль регистратора согласно инструкции на него</p> <p>Устраните неисправности в блоке управления или в детекторе по теплопроводности</p>

### 13. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ ПРИБОРА

#### 13.1. Общая часть

При повседневной работе с прибором необходимо осуществлять различные работы по обслуживанию и поддержанию всех его систем в исправном состоянии и чистоте.

Без необходимости не следует разбирать и регулировать узлы и элементы прибора.

Зоны контакта прибора с анализируемыми веществами выполнены из нержавеющей стали марки X18H10T, чувствительные элементы детектора по теплопроводности — из сплава вольфрам-рений, выводы чувствительных элементов — из ковара.

Проведение анализов веществ, агрессивных по отношению к применяемым в хроматографе материалам зон контактов, не допускается.

#### 13.2. Очистка газов от примесей и влаги.

Применяемые газы для хроматографа должны быть свободны от различных примесей.

Газ-носитель не должен содержать следующих примесей:

а) кислорода — более 0,1%;

б) органических веществ — более 0,001 %;

в) влаги — более 0,01 %.

г) прочих примесей — более 0,01 %.

Газы для детектора ионизации в пламени (воздух и водород) не должны содержать следов органических веществ.

Если нет требуемой степени чистоты, то между источниками питания газам и прибором должны быть установлены соответствующие очистители для доведения газов до требуемых кондиций.

### 13.3. Промывка испарителей, коммуникаций и детекторов.

В результате многократного введения в испарители различных соединений при высоких температурах их стенки могут загрязняться, что может приводить к сорбции и разложению исследуемых веществ в испарителях и, следовательно, искажать данные анализа.

Эти же явления могут происходить в каналах и на нитях детектора по теплопроводности, снижая его чувствительность.

При сгорании веществ в детекторе ионизации в пламени на его стенках и электродах постоянно образуется налет, значительно снижающий чувствительность прибора. Для удаления загрязнений необходимо промыть испаритель и детекторы. Испаритель и детектор по теплопроводности промывают каждый в отдельности без демонтажа из прибора растворителями, вводимыми в коммуникации, подходящие к ним.

Во избежание повреждения нитей детектора по теплопроводности растворитель следует пропускать через его каналы со скоростью не больше 10 мл/мин. Растворители выбирают в зависимости от природы анализируемых ранее веществ, но не агрессивных к материалам, из которых изготовлены промываемые изделия.

Детектор ионизации в пламени для промывки демонтируют из термостата и разбирают. Детали его тщательно промывают в различных растворителях — бензоле, ацетоне, этиленовом спирте и других — до полного удаления налета с поверхностей. Если обработка растворителями не приводит к ожидаемым результатам, то налет может быть удален кипячением в 1-процентном растворе соляной кислоты с последующим отмыванием ее дистиллированной водой и обработкой в растворителе. После промывки все детали просушить при температуре 150°C в течение 1 часа.

При сборке детекторов необходимо соблюсти его первоначальные размеры, особенно относящиеся к взаимному расположению горелки и электродов.

## 14. РАСШИФРОВКА ХРОМАТОГРАММ И РАСЧЕТ СОДЕРЖАНИЯ АНАЛИЗИРУЕМЫХ КОМПОНЕНТОВ

14.1. Первоначальным результатом анализа является хроматографическая кривая в виде пиков, площадь каждого пика пропорциональна процентному содержанию компонентов смеси.

Расчет содержания отдельных компонентов по хроматограмме производят различными методами, из которых наиболее простым является измерение площадей пиков. Сумму всех площадей пиков принимают за 100 % и рассчитывают содержание отдельных компонентов по отношению к 100 % по формуле:

$$C = \frac{П}{\Sigma П} \cdot 100\%$$

где: П — площадь одного компонента;  
ΣП — сумма площадей всех компонентов.

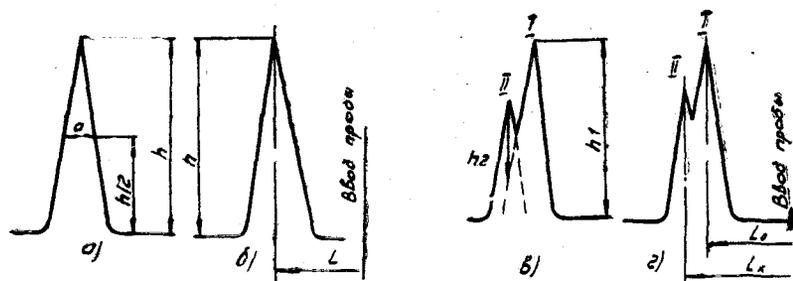


Рис. 20. Графики измерения площадей пиков.

14.2. Измерение площади пиков (рис. 20) производят следующим образом: замеряют высоту пиков  $h$  от базовой (нулевой) линии до вершины. Делят высоту пиков пополам и на расстоянии, равном половине высоты, измеряют отрезок  $a$ . Измеряя отрезок  $a$ , необходимо учитывать толщину линии, оставляемой пером. Площадь, занятая пиком, вычисляется как произведение  $a$  на  $h$ :  $(a \times h)$ .

14.3. Расчет содержания углеводородных компонентов можно производить другим способом. Замеряют высоту  $h$  отдельных пиков и расстояние на хроматограмме  $L$  от начала ввода до середины пика (рис. 20). Умножают высоту  $h$  каждого пика в миллиметрах на расстояние  $L$  в миллиметрах. Сумму всех произведений принимают за 100% и рассчитывают содержание каждого компонента (пика) как отношение произведения данного компонента к сумме всех произведений. Иногда при подсчете по двум методам, которые характеризуются величинами  $a \times h$  и  $L \times h$ , наблюдается слишком большое расхождение между содержанием отдельных компонентов. Это бывает в том случае, когда абсолютное количество одного из компонентов слишком велико для данной колонки, в связи с чем его пик непропорционально расширен по сравнению с другими. Это вызывает нарушение пропорциональной зависимости между высотой пика и концентрацией. Более точным подсчетом в этом случае будет подсчет по величине  $a \times h$ .

14.4. В случае неполного разделения пиков площадь каждого вычисляют, учитывая наложение одного пика на другой. Экстраполируют (пунктиром) очертания пиков, которые были бы в случае отсутствия наложения их друг на друга. На рис. 20 в видно, что пик 1 оказал влияние на пик 2, поэтому истинную высоту пика 2 следует замерять так, как показано на этом рисунке.

14.5. При наложении пиков иногда бывает трудно замерить отрезок для какого-либо пика (рис. 20 г). В таком случае величину  $a$  для этого пика вычисляют по формуле:

$$a_x = \frac{L_x}{L_a} \cdot a_0,$$

где:  $L_x, L_a$  — расстояние пиков от начала опыта;  
 $a_x, a_0$  — ширина пиков.

## 15. ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ

Хроматограф должен храниться в сухом отапливаемом помещении при температуре от +10 до +35°C и относительной влажности воздуха от 30 до 80%.

В помещениях для хранения хроматографа не должно быть пыли, а также газов и паров, вызывающих коррозию.

## 16. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

Транспортирование хроматографа производится в упакованном состоянии любым видом транспорта, кроме самолета, при соблюдении следующих условий:

а) транспортная тряска с ускорением не более 30 м/сек<sup>2</sup> при амплитуде колебаний 10—12 мм;

б) окружающая температура от минус 50 до плюс 50° С;

в) относительная влажность до 95% при температуре 20° С.

Расположение ящиков должно соответствовать предупредительной надписи «Верх».

Использование для транспортирования открытых вагонов, палубы судов и открытых машин не допускается.

При погрузке и выгрузке запрещается кантовать и бросать ящики.

После транспортирования перед распаковкой и включением прибора необходимо его выдержать в отапливаемом помещении в течение одних суток.

Приложение I

## МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ СМЕСЕЙ

### 1. Методика приготовления жидких смесей объемным способом.

Смесь контрольных компонентов додекана и тридекана готовится объемным способом.

Соотношение компонентов должно быть 1 : 1,3 соответственно, т. е. для приготовления смеси на каждый миллилитр додекана надо взять 1,3 мл тридекана.

Рассчитанное количество додекана и тридекана отмеряется с помощью градуированной пипетки 2-го класса с точностью до 0,02 мл, переносится в колбу с притертой пробкой и тщательно перемешивается.

Полученный раствор додекана с тридеканом объемом 0,5...1,0 мл разбавляется гексаном до получения на хроматограмме при масштабе закругления сигнала детектора 1 : 1 пиков контрольных компонентов высотой не менее 0,5 шкалы регистратора.

Перед анализом раствор тщательно перемешивается. Анализируемую смесь берут шприцем, прокалывая пробку. Раствор контрольных компонентов в гексане готовится по необходимости и хранению не подлежит.

### 2. Методика приготовления газовых смесей объемным способом.

Этот способ наиболее распространен в практике газоаналитических лабораторий благодаря простоте и доступности его осуществления. Он дает удовлетворительные результаты при обычных анализах газовых смесей, за исключением определения водорода и углекислого газа.

Сущность этого метода состоит в следующем:

Вначале бюретку заполняют полностью солевым раствором (рис. 21), при этом кран 3 открыт, а кран 4 сообщен с атмосферой. Затем закрывают кран 3, а кран 4 и шланг из емкости с газом продувают. После этого кран 4

поворачивают так, чтобы бюретку соединить с газовой емкостью. Открывая понемногу нижний кран бюретки, набирают в нее газ заранее установленного объема. Одновременно, поднимая тубусную склянку на определенную высоту, совмещают уровни жидкости в бюретке и тубусной склянке.

Этим гарантируется атмосферное давление в бюретке. Таким же образом в бюретку добавляют газ-разбавитель (заданного объема), которым и разбавляют введенный компонент.

Этим способом можно составить и многокомпонентную смесь.

Предположим, надо составить 500 мл смеси, состоящей из 5% компонента «А», 5% компонента «Б» и 10% компонента «В» и гелия. Определим объемы этих газов, которые должны быть введены в бюретку с гелием, по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 500}{100}$$

где: С — концентрация компонента в смеси;

X — объем компонента в смеси.

Соответствующие объемы, введенные в бюретку, будут: 25 мл для компонентов «А» и «Б» и 50 мл для компонента «В».

При составлении калибровочных смесей добиваться ввода этим методом строго рассчитанных объемов газа практически довольно трудно, да обычно и незачем.

При дальнейшем использовании калибровочных смесей безразлично, будет ли составлена смесь с концентрациями, точно равными заданным, или они будут несколько отличными от них. Важно лишь как можно точнее измерить (и записать) объемы газа.

Предположим, что вместо 25 мл компонента «А» было введено в бюретку 27,5 мл и при вводе гелия общий объем смеси получился 510 мл, а не 500 мл. Расчет концентрации производится по следующей формуле:

$$C = \frac{V_k}{V_{см}} \cdot 100$$

где: С — концентрация определяемого компонента в % об;

$V_k$  — объем компонента в мл;

$V_{см}$  — общий объем смеси в мл.

В данном примере:

$$C = \frac{27,5}{510} \cdot 100 = 5,39\% \text{ об.}$$

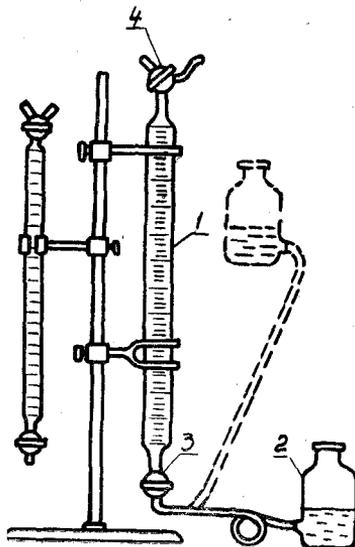


Рис. 21. Устройство для приготовления газовых смесей объемным способом. 1—градированная бюретка; 2—склянка с нижним тубусом; 3—кран одноходовой; 4—кран трехходовой.

## ОБОМОТОЧНЫЕ ДАННЫЕ ТРАНСФОРМАТОРОВ

Номера обмоток	Номера выводов	Число витков обмотки	Промежуточные отводы витков	Диаметр провода	Напряжение, В
----------------	----------------	----------------------	-----------------------------	-----------------	---------------

## ТРАНСФОРМАТОРЫ СИЛОВЫЕ (провод марки ПЭВ-1)

## Блока управления и блока программирования температуры

I	1—2	1500	—	0,2	220
Экран	8			Незамкнутый виток ленты	
II	3—4	170	—	0,2	25
III	5—6	177	177	0,5	26
	6—7	177			26

## Блока анализатора

I	1—2—3	1500	100	0,2	220
II	4—5	190	—	0,18	28
III	6—7	21	—	0,18	3
IV	8—9	21	—	1,0	3
V	10—11	48	—	0,5	7
VI	12—13	2040	—	0,11	300

## Блока усилителя постоянного тока

I	1—2	2000	—	0,31	220
II	3—4	120	—	0,18	13,2
III	5—6	2600	—	0,15	284
IV	9—10	600	—	0,31	66
V	7—8	1200	—	0,15	132
VI	11—12	500	—	0,18	55

## ТРАНСФОРМАТОР ИМПУЛЬСНЫЙ (провод марки ПЭВ-2)

## Блока управления, блока программирования температуры

I	1—2	300	0,13
II	3—4	200	0,13

## Блока анализатора

I	1—4	250	0,25
II	2—5	250	0,25

ПЕРЕЧЕНЬ ЭЛЕМЕНТОВ ХРОМАТОГРАФА ЛХМ-8МД

Приложение 83

Позиционное обозначение	Наименование и тип	Номинал	Позиционное обозначение	Наименование и тип	Номинал
1	2	3	1	2	3
<b>Блок управления</b>			R31	Резистор ИСП-1	680 Ом
R1, R2	Реостат	25 Ом	R32	» C2-13-0,25	16 Ом
R3	Резистор специальный	12,5 Ом	R33	» C2-13-0,5	1 кОм
R4	»	72 Ом	R34	» C2-13-0,25	5,62 Ом
R5	Реохорд	100 Ом	R35	» C2-13-0,25	2,4 Ом
R6, R7	Резистор специальный	72 Ом	C1	Конденсатор КЛС1	0,01 мкФ
R8	Резистор МЛТ-0,5	200 Ом	C2	» К40У-9	0,15 мкФ
R9, R11	» C2-13	1 кОм	C3	» К50-6	50 В, 50 мкФ
R10	» СПЗ-16	10 кОм	C4	» МБМ	160 В, 1 мкФ
R12	» МЛТ-0,5	200 Ом	C5	» МБГО-2	400 В, 1 мкФ
R13	»	1,5 кОм	C6	» К50-12	50 В, 200 мкФ
R14	»	5,1 кОм	C7	» КЛС-1	0,01 мкФ
R15	» МЛТ-1	300 Ом	C8	» К50-12	25 В, 200 мкФ
R16	» МЛТ-0,5	390 Ом	C9	» К50-12	6,3 В, 100 мкФ
R17	» » 3,9 кОм; 1,5 кОм; 2,7 кОм		D1	Диод полупроводниковый КС133А	
R18	» МЛТ-1	2 кОм	D2	» Д814Г	
R19	» МЛТ-0,5	560 Ом	D3, Д4	» Д223А	
R20	»	1 кОм	D5	Тиристор Т10-25-4-У2	
R21	»	1,2 кОм	D6	Диод полупроводниковый КЦ405Е	
R22	»	30 Ом	D7	» Д814Г	
R23	»	750 Ом	D8	» Д818Г	
R24	» МЛТ-1	2 кОм	T1	Транзистор КТ203А	
R25	»	1,8 кОм	T2	» КТ117А	
R26	» ППБ-25	470 Ом	T3	» П2145	
R27	» C2-13-0,5	1 кОм	T4	» КТ315В	
R28	» C2-13-0,25	160 Ом	У1, У2	Микросхема К140 УД1	
R29	» ИСП-1	6,8 кОм	ИП	Миллиамперметр М-42100	
R30	» C2-13-0,25	56,2 Ом	Л1, Л2	Лампа КМ24-90	

1	2	3	1	2	3
ПР	Предохранитель ПМ-0,5		R47	Резистор МЛТ-1	100 Ом
Тр1	Трансформатор импульсный		С1—С5	См. «Блок управления»	
Тр2	Трансформатор силовой		С6	Конденсатор БМ-2	0,01 мкФ, 200 В
Ш1	Вилка ВД-1-1		С7, С8	» МБГО-2	30 мкФ, 160 В
Ш2	Колодка ШР16 П2ЭГ5		С9	» К50-6	10 мкФ, 50 В
Ш3	Розетка 2РМ22 Б4ГЗВ1		С10	» К50-6	20 мкФ, 100 В
Ш4	Колодка ШР20 П4ЭШ8		Д1—Д5	См. «Блок управления»	
<b>Блок программирования температуры</b>			Д6	Диод полупроводниковый Д816 В	
R1—R17	См. «Блок управления»		Д7—Д10	»	Д206
R18	Резистор СП-04	10 КОМ	У	Микросхема К140УД1	
R19—R21	»	15 КОМ	Т1—Т2	См. «Блок управления»	
R22, R24	»	47 КОМ	Т3	Транзистор МП111	
R25—R26	»	100 КОМ	Т4—Т5	Транзистор КТ203А	
R27	»	220 КОМ	М	Двигатель ДСДР60-П1-220	
R28	»	400 КОМ	Л1—Л2	Лампа КМ24-90	
R29	Резистор МЛТ-05	30 КОМ... 39 КОМ	Пр	Предохранитель ПМ-05	
R30	»	39 КОМ... 47 КОМ	Р	Реле РЭС-10	
R31	»	56 КОМ... 68 КОМ	Тр1	Трансформатор импульсный	
R32	»	75 КОМ... 91 КОМ	Тр2	Трансформатор силовой	
R33	»	120 КОМ... 150 КОМ	Ш1	Вилка ВД1-1	
R34	»	150 КОМ... 200 КОМ	Ш2	Розетка 2РМ22БЧГЗВ1	
R35	»	270 КОМ... 330 КОМ	<b>Блок анализатора</b>		
R36	»	330 КОМ... 390 КОМ	R1, R2	Резистор УЛИ-0,25	90,9 Ом
R37	»	510 КОМ... 620 КОМ	R3	» МЛТ-0,5	150 КОМ
R38	»	680 КОМ... 820 КОМ	R4	»	10 КОМ
R39	»	820 КОМ... 1 МОМ	R5	»	2,2 КОМ
R40	»	18 КОМ	R6	»	10 КОМ
R41	»	4,3 КОМ	R7	»	3,9 КОМ
R42	»	5,1 КОМ	R8	» МЛТ-1	1,5 КОМ
R43	»	510 Ом	R9	» МЛТ-0,5	33 Ом
R44	»	750 Ом	R10	» ППЗ-41	15 Ом
R45—R46	Резистор МЛТ-2	2 КОМ	R11	» УЛИ-0,25	47 Ом

1	2	3	1	2	3
R12, R13	Резистор УЛИ-0,25	4,53 Ом	Ш3	Вилка 2РМ 22Б4Ш3В1	
R14—R17	»	4,42 Ом	Ш4...Ш7	Розетка РД1	
R18—R24	»	4,32 Ом	У	Термопредохранитель	
R25	Элемент сопротивления ЭСП-01	гр. 21		<b>Блок усилителя постоянного тока</b>	
R26	Резистор МЛТ-1	100 кОм			
R27	» МЛТ-2	13 кОм	R1	Резистор КВМ	15 ГОм
C1, C2	Конденсатор К50-12	20 мкФ; 12 В	R2	»	15 МОм
C3	» МБМ	0,5 мкФ; 160 В	R3	Резистор МЛТ-1	10 МОм
C4	» К50-12	50 мкФ; 25 В	R4	Резистор МЛТ-0,5	4,7 кОм
C5	» МБГЧ	1 мкФ; 400 В	R5	»	1,1 кОм
C6	» МБГО-2	1 мкФ; 400 В	R6	»	4,7 кОм
C7	» К50-12	20 мкФ; 450 В	R7	Резистор МЛТ-0,5	43 кОм
B1	Переключатель 15П2Н1		R8	»	120 Ом
B2	Тумблер ТВ1-4		R9	»	4,7 кОм
D1, D2	Диод полупроводниковый КД521Д		R10*	»	33 кОм
D3	Стабилитрон Д814Д		R11	»	120 Ом
D4...D8	Диод полупроводниковый КД 521Д		R12	»	43 кОм
D9	Тиристор Т6-10-4-У2		R13	»	120 Ом
D10, D11	Диод полупроводниковый КД 205Е		R14	Резистор специальный	9 Ом
Kn	Кнопка 5-к		R15	» С2-14-0,5	200 кОм
L1, L2	Лампа КМ24-90		R16	» С2-14-0,5	75 кОм
L3, L4	Стабилитрон СГ5Б		R17	» МЛТ-0,5	1 МОм
M	Электродвигатель СД-10		R18	» С2-14-0,5	20 кОм
H	Элемент нагревательный		R19	» С2-14-0,5	7,5 кОм
П1	Плата ПС-10а-10		R20	» МЛТ-0,5	100 кОм
Пр1	Предохранитель ПМ2		R21	» С2-14-1	2 кОм
Пр2	» ПВ-20а		R22	Реостат	1 кОм
T1, T2	Транзистор МП41		R23, R24	Резистор МЛТ-0,5	47 кОм
T3	Транзистор КТ203В		R25	» ППЗ-40	10 кОм
T4	» КТ315А		R26	» ППЗ-40	2,2 кОм
Tr1	Трансформатор импульсный		R27	» МЛТ-0,5	100 Ом
Tr2	Трансформатор силовой		R28, R29	» МЛТ-1	1,5 кОм
Ш2	Вилка 2РМ 22Б 10 Ш1В1		R30, R31	» МЛТ-1	100 кОм

1	2	3	1	2	3
R32	Резистор	МЛТ-2	13 кОм	B4, B5	Тумблер ТП1-2
R33	»	ПЭВ-10	300 Ом	Д1	Стабилитрон КС-211Д
R34	»	ППЗ-47	150 Ом	Д2...Д4	» Д818Е
R35	»	МЛТ-2	150 Ом	Д5...Д8	Диод полупроводниковый КД 205Е
R36	»	МЛТ-2	2,7 кОм	Д9	Стабилитрон Д817А
R37, R38	»	ППЗ-40	220 Ом	Д10...Д17	Диод полупроводниковый Д206
R39	»	МЛТ-2	2,2 кОм	Д18, Д19	Стабилитрон Д814Д
R40	»	МЛТ-2	1,6 кОм	Д20...Д23	Диод полупроводниковый Д206
R41	»	МЛТ-1	2,7 кОм	Д24	Стабилитрон Д814В
R42	»	МЛТ-1	7,5 кОм	Д25, Д26	» Д814Д
R43	»	МЛТ-1	12 кОм	Д27, Д28	» Д814А
R44, R45	Резистор	МЛТ-0,5	6,8 кОм	Л1	Пентод электрометрический ЭМ-10
R46	»	МЛТ-2	16 кОм	Л2	Пентод 1Ж24Б
R47	Реостат		2,7 кОм	Л3, Л4	Стабилитрон СГ56
R48	»	МЛТ-1	350 Ом	Л5	Лампа коммутаторная КМ25-90
C1	Конденсатор	К10	3,9 кОм	П1	Плата соединительная ПС2-2
C2	»	К10С-Га-Н90	10 пФ	Pr1	Предохранитель ПМ 0,5
C3	»	К50-6	3300 пФ	Р1	Реле РС-6
C4	»	К50-12	50 В; 50 мкФ	Tr1	Трансформатор
C5	»	К50-3Б	450 В; 20 мкФ	T1*	Транзистор МП114
C6	»	К50-12	100 В; 200 мкФ	T2, T3	» П214Б
C7	»	К50-3	160 В; 100 мкФ	T4, T5	» МП25А
C8	»	К50-6	50 В; 200 мкФ	T6	» МП26Б
C9	»	МБМ	100 В; 20 мкФ	Ш1	Розетка СР-50-12Ф
C10	»	К50-6	160 В; 0,1 мкФ	Ш2	» 2РМ 14Б4 Г1В1
C11	»	К50-6	100 В; 10 мкФ	Ш3	Колодка ШР16 П2ЭШ5
B1	Тумблер	ТП1-2	25 В; 100 мкФ	Ш4	» ШР16 П2ЭГ5
B2	Переключатель	5П4Н-К8		Ш5	Вилка двухполюсная ВД-2
B3	Переключатель	1П1Н-КШ		Ш6-1	Вилка МРН22-2
				Ш6-2	Розетка МРН22-2

## СО Д Е Р Ж А Н И Е

	Страница
1. Введение . . . . .	1
2. Назначение . . . . .	1
3. Технические данные . . . . .	2
4. Состав прибора . . . . .	4
5. Общий принцип работы хроматографа . . . . .	5
6. Газовая схема прибора . . . . .	6
7. Устройство и работа составных частей хроматографа . . . . .	9
8. Указания мер безопасности . . . . .	19
9. Подготовка прибора к работе . . . . .	20
10. Включение прибора, порядок работы и особенности эксплуатации . . . . .	23
11. Методические указания по проверке основных параметров хроматографа ЛХМ-8МД в условиях эксплуатации . . . . .	32
12. Возможные неисправности и методы их устранения . . . . .	39
13. Техническое обслуживание прибора . . . . .	41
14. Расшифровка хроматограмм и расчет содержания анализируемых компонентов . . . . .	42
15. Правила хранения . . . . .	44
16. Транспортирование . . . . .	44
Приложение 1. Методика приготовления контрольных смесей . . . . .	44
Приложение 2. Обмоточные данные трансформаторов . . . . .	46
Приложение 3. Перечень элементов хроматографа ЛХМ-8МД . . . . .	47
Приложение 4. Градуировочная таблица платиновых термометров сопротивления . . . . .	