© 2012 ЗАО СКБ «Хроматэк»
424000, г. Йошкар-Ола, ул. Строителей, 94.
Тел. (8362) 68-59-68, 68-59-70, 68-59-42,
факс (8362) 68-59-16
sales@chromatec.ru,
http://www.chromatec.ru

Требования к рабочему месту для хроматографа

Требования к месту установки хроматографа приведены в «Инструкции по установке. Хроматографы газовые лабораторные»

Требования к месту установки хроматографа с МСД приведены в разделе 3 инструкции «Детектор масс-спектрометрический. Инструкция по монтажу, пуску и проверке 214.2.840.068ИМ».

Требования к помещению

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

Помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, средствами пожаротушения, индивидуальными средствами защиты по условиям обеспечения безопасности работ проводимых в лаборатории.

Таблица 1 – Условия окружающей среды

Параметр	Условия	
	требуемые	рекомендуемые
Температура	От 10 до 35 °С	От 20 до 27 °С
Относительная влажность	Не более 80 %	Не более 60 %
Атмосферное давление	От 84 до 107 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.)	

При наличии в составе комплекса масс–спектрометрического детектора (МСД) температура окружающей среды должна быть от 15 до 31 °С.

Содержание примесей в воздухе помещения регламентируется ГОСТ 12.1.005.

Работа хроматографа в рекомендуемых условиях обеспечит его оптимальную работу и увеличит срок эксплуатации.

Требования ГОСТ 12.1.005 распространяется на воздух рабочей зоны предприятий народного хозяйства. Стандарт устанавливает общие санитарно-гигиенические требования к показателям микроклимата и допустимому содержанию вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

В стандарте приведены предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны при воздействии на организм человека, которые распространяются на рабочие места независимо от их расположения (в производственных помещениях, в горных выработках, на открытых площадках, транспортных средствах и т.п.).

Но при работе хроматографа следует иметь в виду, что его чувствительность может оказаться выше указанной предельно допустимой концентрации вещества. Поэтому условия размещения хроматографа, наличие в воздухе лаборатории веществ, мешающих проведению измерений, зависят от методики проведения измерений. В каждом конкретном случае подходы к устранению влияния окружающей среды на реализацию методики выполнения измерений хроматографическим методом могут быть различными, и их следует рассматривать индивидуально.

В ряде случаев при нормальной эксплуатации хроматографа из каналов сброса пробы, выхлопа детекторов могут выходить токсичные или вредные вещества – компоненты анализируемой пробы или продукты, образующиеся в результате ее сгорания.

В таких случаях рекомендуется установка хроматографа под вытяжной зонд или в лабораторный вытяжной шкаф, при условии, что в нем не производятся другие виды работ и не хранятся химически активные вещества и растворители.

При охлаждении термостата колонок через выходные воздуховоды термостата выходят потоки горячего воздуха. Поэтому расстояние между задней стенкой хроматографа и стенкой помещения должно быть не менее 200 мм; при расстоянии менее 500 мм покрытие стены помещения должно быть пожаробезопасным. На пути прямых потоков горячего воздуха не допускается размещать горючие и легкоплавкие предметы (электрические кабели, вспомогательное оборудование и др.).

Требования к размещению хроматографа

Хроматограф размещается на лабораторном столе в порядке удобном для эксплуатации. При выборе лабораторного стола необходимо учитывать вес размещаемого на нем оборудования. Рекомендуемое схематическое расположение газового хроматографа с термодесорбером и ПК на рабочем столе показано на рисунке ниже.

Пространство над хроматографом должно быть свободным, не оборудовано полками или нависающими конструкциями, которые ограничивают доступ к верхней части хроматографа. Некоторые устройства ввода размещаются непосредственно на хроматографе; в этом случае необходимо предусмотреть дополнительное пространство.

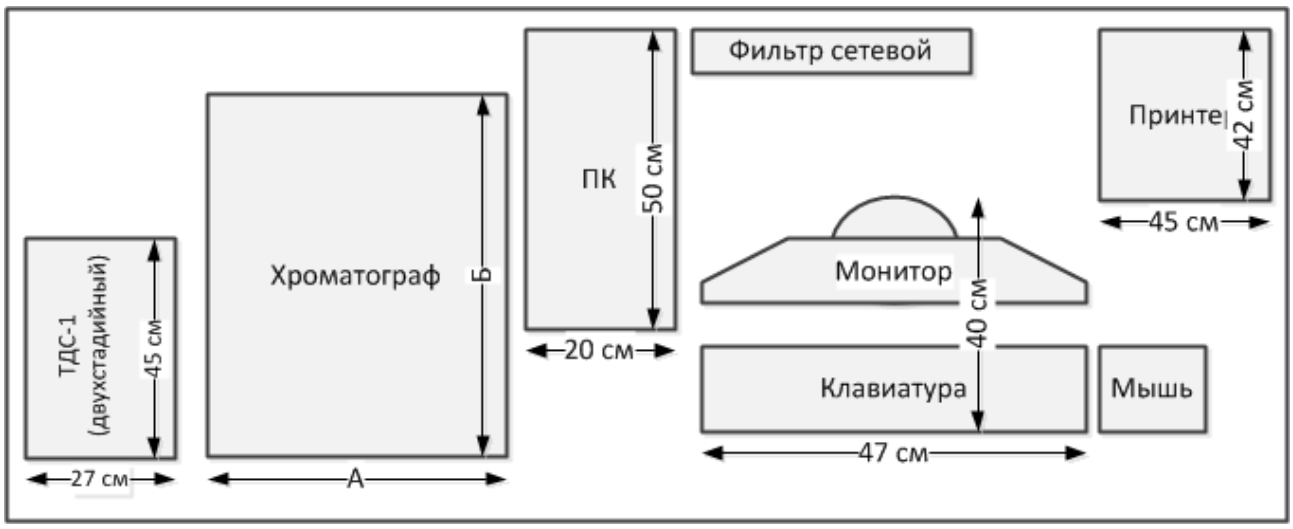
Требования к месту установки хроматографа с МСД приведены в разделе 3 инструкции «Детектор масс–спектрометрический. Инструкция по монтажу, пуску и проверке 214.2.840.068ИМ».

Для размещения одного комплекса рекомендуется глубина рабочего стола не менее 80 см, ширина не менее 180 см.

Расстояние между задней стенкой хроматографа, задней стенкой МСД (при его наличии) и стенкой помещения должно быть не менее 200 мм.

Компрессор, во избежание влияния его вибраций на работу хроматографа, рекомендуется размещать вне рабочего стола.

При использовании монитора с электронно-лучевой трубкой (CRT-монитор) расстояние от корпуса хроматографа, до корпуса монитора должно быть не менее 50 см. Для мониторов с жидкокристаллическим дисплеем ограничений по размещению нет.



Размеры А и Б (ширина и глубина) показаны в таблице габаритных размеров

Рисунок 1 – Размещение хроматографа на рабочем столе

Таблица 2 – Габариты, масса хроматографа и составных частей

Наименование	Ширина, мм	Глубина, мм	Высота, мм	Масса, кг
Хроматограф «Кристалл 2000М»	460 (620)*	490	480	32
Хроматограф «Хроматэк-Кристалл 5000»	460 (620)*	590	480	42 (48)**
Хроматограф газовый «Хроматэк-Кристалл 9000»	460 (620)*	590	480	42 (48)**
Масс-спектрометрический детектор (устанавливается слева от ГХ)	330	680	440	45
Генератор водорода	230	540	440	20
Компрессор	220	560	420	25
Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ–2М***	135	365	420	5,0
Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ–2М (3D) (устанавливается слева от ГХ на монтажном столе)	365 (430)****	435	435	12
Дозатор автоматический газовый	180	250	180	4,0

Наименование	Ширина, мм	Глубина, мм	Высота, мм	Масса, кг
ДАГ–1М***				
ДРП (устанавливается слева от ГХ на монтажном столе)	250 (250)****	320	210	5,4
Вакуумный дегазатор	130	130	260	1,5
Фильтр 10.0	210	150	320	4,0
Устройство для достижения равновесия	120	230	150	2,5
Термодесорбер ТДС-1 двухстадийный (устанавливается слева от ГХ)	270	500	480	20
Термодесорбер: ТДС-1 (одностадийный)***				
– блок питания	150	140	90	0,30
– колонка	35	75	135	0,16
Испаритель пиролитический***:				
– блок питания	113	185	123	1,7
– испаритель 6.13	110	27	87	0.1
Компьютер в составе:				
– системный блок	200	500	420	–
– монитор (22'')	520	200	430	
– принтер (лазерный)	400	400	300	

* Ширина хроматографа с кранами, установленными слева на кронштейне.

** Значения веса исполнений хроматографа с разделительным трансформатором

*** Устройство устанавливается на хроматограф.

**** Размер монтажного стола

Габаритные размеры компьютера зависят от выбранной модели.

Требования к питающей электрической сети

Общие требования

К месту размещения хроматографа и составных частей должны быть подведены:

- однофазная сеть переменного тока напряжением 220 В, частотой 50 Гц, мощностью не менее 3,5 кВт (с МСД – не менее 6 кВт);
- линия (контур) внешнего заземления;
- установлены в соответствии с правилами электробезопасности электрические розетки типа «Евростандарт» с заземляющим контактом (обычно достаточно 6-ти штук).

Шнуры силового электропитания хроматографа и составных частей имеют длину около 2 м, поэтому электрические розетки должны находятся в пределах около 1,5 м от хроматографа и составных частей.

Например, используйте одну розетку для хроматографа, остальные – для компьютерной системы и любых других приборов. С целью исключения случайного выключения МСД он подключается к отдельной специальной розетке, так как случайное выключение МСД может привести к повреждению МСД и его турбомолекулярного насоса

Убедитесь в том, что суммарная потребляемая мощность хроматографа и составных частей не превышает 3,5кВт (6кВт с МСД). Таблица 3 содержит информацию об энергопотреблении хроматографа, МСД и компьютера с принтером. Потребляемая мощность составных частей указана в соответствующих руководствах по эксплуатации.

Качество электропитания очень важно. Электропитание должно быть стабильным и соответствовать требованиям, приведенным в данном разделе. Проверьте качество электропитания в помещении для того, чтобы избежать проблем в будущем.

Улучшение качества электропитания – это комплексная задача, к решению которой лучше всего привлечь фирму или консультанта, специализирующихся в этой области. Плохое качество электропитания снижает характеристики хроматографа и МСД, его надежность.

При подключении ИБП следует пользоваться инструкцией «Рекомендации по подключению источников ИБП».

Таблица 3 – Потребляемая мощность

Наименование составных частей	Потребляемая мощность, Вт
Хроматограф «Кристалл 2000М»	2500(1200)* (700)**
Хроматограф «Хроматэк-Кристалл 5000»	2500* (700)**
Хроматограф газовый в составе «Хроматэк-Кристалл 9000»	2500* (700)**
МСД (с форвакуумным насосом)***	1440
Компьютер типа IBM PC (с принтером)	400
Генератор водорода 6.140, 6.400, 10.140, 10.400	140
Генератор водорода 16.600, 25.600	300
Генератор водорода 10.400 осч, 16.600 осч, 25.600 осч	400
Компрессор	140
Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ-2М	50
Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ–2М (3D)	100
Дозатор автоматический газовый ДАГ-1М	100
Термодесорбер ТДС-1	90
Термодесорбер ТДС-1 (двухстадийный)	700
Вакуумный дегазатор	15
Испаритель пиролитический	250
Фильтр 10	100
Устройство достижения равновесия	12

* Максимальная потребляемая мощность (режим нагрева до Ти1= Ти2=Тд1=Тд2=Тк=300 С). Для Кристалл 2000М в скобках приведено значение для термостата ограниченной мощности.

** Средняя потребляемая мощность (режим поддержания Ти1= Ти2=Тд1=Тд2=Тк=300 С).

*** Максимальная потребляемая мощность (со всеми дополнительными опциями– два турбомолекулярных насоса, химическая ионизация, устройство прямого ввода пробы) – 1,8 кВт. Максимальная потребляемая мощность (один

турбомолекулярный насос, ионизация только электронным ударом, без устройства прямого ввода пробы) – 1,0 кВт.

Ниже приведены некоторые примеры плохого качества электропитания:

- гармонические искажения вызывают шумы в линиях электропитания, что ведет к ухудшению характеристик прибора. Гармонические искажения – то высокочастотные помехи, которые могут воздействовать на комплекс. Эти помехи проявляются как искажения базовой синусоиды. Общие гармонические искажения не должны превышать 6 %;
- провал электропитания – это постоянно заниженное от номинала напряжение, что приводит к неправильной работе системы или к ее выключению;
- медленные изменения – постепенное, долговременное изменение среднеквадратичного уровня напряжения с длительностью более 2 секунд;
- перенапряжение – это постоянно повышенное напряжение, которое вызывает перегрев и отказ компонентов. Перенапряжение и провал – это медленные изменения среднеквадратичных уровней напряжения с длительностью от 50 мс до 2 с;
- кратковременные помехи, длящиеся даже всего несколько микросекунд, вызывают поломки электрических приборов и значительно укорачивают их время жизни. Кратковременные помехи (или импульсы) – это очень короткие броски напряжения до нескольких тысяч вольт с длительностью меньше 50 мс.

Для увеличения срока службы хроматографа и МСД, и сокращения затрат на их ремонт и техническое обслуживание используйте источники бесперебойного питания (ИБП или UPS), особенно, если линия электропитания в помещении не соответствует требованиям комплекса, если возможны кратковременные или длительные пропадания напряжения в сети электропитания.

В случае кратковременного пропадания напряжения в сети электропитания комплекса без источника бесперебойного питания необходимо перевести МСД, хроматограф и ПК в выключенное состояние. Повторное включение МСД, хроматографа и ПК производить не ранее чем через 10 минут.

Существует несколько классов ИБП, различающихся принципом действия: On-Line, Off-Line и Line-Interactive. Наиболее полно удовлетворяют требованиям по электропитанию источники класса On–Line с двойным преобразованием напряжения. Это означает, что ИБП преобразует все 100% поступающего к нему на вход переменного напряжения в постоянное напряжение, а затем выполняет обратное преобразование. При первом преобразовании стабильное постоянное напряжение можно получить из очень плохого внешнего переменного напряжения (плохой формы, повышенного, пониженного и т.д.), но на выходе ИБП класса On-Line всегда синусоидальное напряжение заданного качества, поскольку формирует его он сам.

Для питания хроматографа с МСД требуется ИБП мощностью 5000 ВА.

Заземление

Без заземления не включать!

Хроматограф и другие составные части комплекса, имеющие силовые цепи, должны быть заземлены. Заземление осуществляется с помощью сетевых вилок и дополнительного заземления. Контакты «⊥« сетевых розеток для подключения составных частей комплекса должны быть заземлены (соединены с контуром внешнего заземления) с помощью медных проводов сечением не менее 1,5 мм^2 .

Дополнительное заземление составных частей, включая системный блок компьютера (монитор и принтер компьютера допускается дополнительно не заземлять), осуществляется соединением клемм дополнительного заземления этих частей с контуром заземления (с помощью кабелей заземления из комплектов ЗИП).

Требования к газам

Тип газа

Необходимый для использования газ–носитель зависит типа детектора и конкретной методики анализа. В качестве газа–носителя наиболее часто используются газы: гелий, азот, аргон, водород. Рекомендации по использованию газа носителя и поддува, в зависимости от типа детектора и некоторых условий анализа, приведены в таблице ниже.

Для горения пламени пламенных детекторов (ПИД, ТИД, ПФД) используются водород и воздух.

Таблица 4 – Использование газов в зависимости от типа детектора

Детектор	Газ-носитель	Поддув*	Примечание
ДТП**	Гелий	Гелий	Наиболее часто используемый газ
	Водород	Водород	Максимальная чувствительность
	Аргон	Аргон	Эти газы используются для анализа водорода и гелия. При этом наблюдается очень низкая чувствительность при анализе других компонентов
	Азот	Азот	
ДТХ	Гелий	Воздух	Для анализа водорода в гелии
	Аргон	Водород	Для анализа кислорода в аргоне
ФИД	Гелий	Гелий или азот	Гелий является предпочтительным газом при использовании ФИД
	Азот		
	Водород***		
ЭЗД	Азот	Азот	В качестве поддува может быть использован азот или аргон с добавкой 5 об. % метана
	Гелий***		
	Водород***		
ПИД****	Водород***	Азот или гелий	Азот более предпочтителен в качестве поддува
	Гелий		

Детектор	Газ-носитель	Поддув*	Примечание
	Азот		
ТИД	Азот	Азот	При работе с капиллярной колонкой поддув обязателен
	Гелий***		
ПФД	Гелий	–	При работе ПФД с капиллярной колонкой в однопламенном режиме использование поддува не рекомендуется. При использовании гелия в качестве газа-носителя достигается более высокая чувствительность
	Азот		
	Водород		
	Аргон		
МСД	Гелий	–	От степени чистоты гелия (количества содержащихся углеводородов, кислорода, воды) напрямую зависит продолжительность нормальной работы и чувствительность МСД. Наиболее предпочтительным является применение марки «Гелий 60»

* Поддув используется при работе с капиллярными колонками.

** Для поддува и создания потока в ячейку сравнения ДТП должен использоваться газ, аналогичный газу-носителю.

*** Может использоваться как газ-носитель только при работе с капиллярными колонками.

**** Конструкция детектора ПИД позволяет работать без поддува при работе с капиллярной колонкой, при этом чувствительность детектора несколько ниже (на 15-20 %).

Чистота газов

Рекомендуемая квалификация чистоты используемых газов.

Газ–носитель:

- азот особой чистоты по ГОСТ 9293 (объемная доля азота не менее 99,996 %; объемная доля кислорода не более 0,001 %; концентрация водяных паров не более 0,005 г/м^3; содержание оксида и диоксида углерода не нормируется);
- аргон высшего сорта по ГОСТ 10157–79 (объемная доля аргона не менее 99,993 %, объемная доля азота не более 0,005 %, объемная доля кислорода не более 0,0007 %, объемная доля углеводородов не более 0,0005 %, объемная доля водяных паров не более 0,0009 %, содержание оксида и диоксида углерода не нормируется);
- гелий газообразный марки А по ТУ 51–940 (объемная доля гелия не менее 99,995 %, объемная доля азота не более 0,005 %, объемная доля кислорода не более 0,0001 %, объемная доля двуокиси углерода не более 0,0002 %, объемная доля углеводородов не более 0,0001 %, объемная доля водяных паров не более 0,0005 %).
- гелий газообразный марки «60» по ТУ 2114–001– 45905715–02 или по ТУ 0271–001–45905715–02 (объемная доля гелия не менее 99,9999 %, объемная доля азота не более 0,000045 %, объемная доля кислорода и аргона в сумме не более 0,000015 %, объемная доля окиси и двуокиси углерода не более 0,0001 %, объемная доля метана не более 0,00001 %, объемная доля водяных паров не более 0,0002 %) – для работы с МСД.

Применение гелия марок «А», «50», «55» приведет к более быстрому выходу из строя фильтра–картриджа по газу носителю, сокращению времени работы узла нити накала ионного источника и к загрязнению масс-спектрометрического детектора. Характеристики масс-спектрометрического детектора при этом не гарантируются.

Питание пламенных детекторов:

- водород марки А по ГОСТ 3022 (объемная доля водорода не менее 99,99 %, объемная доля кислорода не более 0,01 %, концентрация водяных паров не более 0,5 г/м^3 , оксид и диоксид углерода отсутствуют), или от генератора водорода 214.4.464.014;

- воздух по ГОСТ 17433, класс загрязненности 1 или от компрессора 214.2.993.002-01.

При работе с детектором ЭЗД газ-носитель должен иметь низкие концентрации примесей кислорода и воды. При использовании хроматографических колонок с неподвижными фазами на основе полиэтиленгликоля (Карбовакс, Wax, FFAP) важно использование газа-носителя с низким содержанием кислорода во избежание разрушения неподвижной фазы.

Воздух по ГОСТ 17433 не регламентирует содержание летучих органических примесей. Этот показатель важен при использовании воздуха в качестве газа–носителя и для питания пламенных детекторов, поэтому может быть необходима дополнительная очистка газа.

Дополнительная очистка газов

Дополнительная очистка воздуха от летучих органических веществ производится с помощью фильтра 214.5.884.005–01 очистки от органических примесей (фильтры исполнений 10.0–01 или 10.0–03).

Дополнительная очистка газа носителя от кислорода производится с помощью фильтра 214.5.884.005–01 очистки газа–носителя от кислорода (фильтры исполнений 10.0–02 или 10.0–03).

Очистка газов от влаги, диоксида углерода достигается с помощью фильтров, наполненных молекулярными ситами.

Требования к газовым линиям

Общие требования

При монтаже, установке, проверке и обслуживании баллонов со сжатыми газами должны соблюдаться действующие «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

Сжатые газы в баллонах крепятся к стене помещения с помощью хомута из комплекта газовой арматуры.

Баллоны с газом, устанавливаемые в помещениях, должны находиться на расстоянии не менее 1 м от радиаторов отопления и других отопительных приборов и печей; не менее 5 м от источников тепла с открытым огнем.

Для исключения бросков давления в газовых линиях, при обеспечении питания газом из баллонов со сжатым газом, следует использовать двухступенчатое регулирование давления.

При поставке с хроматографом комплекта газовой арматуры в комплекте присутствует двухступенчатый регулятор давления баллонный, который может использоваться для питания нескольких хроматографов при суммарном расходе газа–носителя до 5000 мл/мин.

Второй вариант применения дополнительной ступени редуцирования – использование блока фильтров.

Для устойчивой работы газовых регуляторов хроматографа рекомендуется, чтобы перепад давления между входом и выходом регуляторов был не менее 50 кПа.

Рекомендуемые давления газов на входе в хроматограф:

- газ–носитель – от 0,36 до 1,25 МПа;
- водород – от 0,14 до 0,64 МПа;
- воздух – от 0,17 до 0,64 МПа.

В качестве источника водорода допускается использовать генератор водорода. Рекомендуется использование генератора водорода 214.4.464.014 производства СКБ «Хроматэк».

В качестве источника воздуха может быть использован любой безмаслянный компрессор, обеспечивающий стабильное давление (без скачков) на выходе в указанном диапазоне и имеющий при этом производительность, необходимую для работы хроматографа. Рекомендуется использование компрессора 214.2.933.002–01 производства СКБ «Хроматэк».

Подготовка трубопроводов для монтажа газовых линий

Для монтажа газовых линий необходимо использовать только тщательно промытые и просушенные в потоке чистого газа трубопроводы.

Загрязнения присутствуют во всех трубках общего назначения в результате процесса их производства. Загрязнений можно избежать, если Вы применяете очищенные для хроматографии трубки.
Перед монтажом газовых линий трубки общего назначения должны быть очищены растворителем.
Для промывки трубок рекомендуется неполярный растворитель, типа н-гексана. В трубку заливается растворитель и выдерживается приблизительно 30 минут. Трубку необходимо промывать до тех пор, пока слив растворителя, контролируемый на белой бумаге или ткани, не будет чистым.
Далее необходимо скрутить в трубки в бобину. Используя чистый азот (сжатый воздух из системы предприятия может содержать следы масла), необходимо продуть трубки от остатков растворителя.
Трубки, свитые в бобину поместить в термостат и нагреть до 110 °С и выдержать не менее 2 часов.
После охлаждения концы трубок должны быть загерметизированы (или закрыты), особенно, если трубки предполагается транспортировать или хранить до последующего монтажа. Концы трубок необходимо либо перегнуть, либо закрыть колпачками, которые должны предотвратить повторное загрязнение трубки.
При работе с детектором ЭЗД не рекомендуется использовать при промывке трубопроводов галогенсодержащие растворители. Они вызывают повышение шумов и дрейф базовой линии нулевого сигнала детектора.