

Руководство по эксплуатации

multi N/C 3100 (duo, pharma)

TOC/TN_b-Анализатор



Производитель	Analytik Jena GmbH+Co. KG Konrad-Zuse-Straße 1 07745 Jena / Германия Телефон: +49 3641 77 70 Факс: +49 3641 77 9279 E-Mail: info@analytik-jena.com
---------------	---

Служба технической поддержки	Analytik Jena GmbH+Co. KG Konrad-Zuse-Straße 1 07745 Jena / Германия Телефон: +49 3641 77 7407 Факс: +49 3641 77 9279 E-Mail: service@analytik-jena.com
------------------------------	---



Для надлежащего и безопасного использования следовать этим инструкциям. Хранить для последующего информирования.

Общая информация	http://www.analytik-jena.com
------------------	---

Номер документа	/
-----------------	---

Издание	F (04/2023)
---------	-------------

Техническая документация	Analytik Jena GmbH+Co. KG
--------------------------	---------------------------

© Copyright 2023, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Оглавление

1 Основные данные	7
1.1 О настоящем руководстве по эксплуатации	7
1.2 Области применения анализатора	8
1.3 Использование по назначению	9
2 Техника безопасности	10
2.1 Знаки безопасности на устройстве	10
2.2 Требования к обслуживающему персоналу	11
2.3 Указания по технике безопасности при транспортировке и вводе в эксплуатацию	12
2.4 Указания по технике безопасности при эксплуатации	12
2.4.1 Общие указания по технике безопасности	12
2.4.2 Указания по технике безопасности для взрывозащиты и противопожарной защиты	13
2.4.3 Знак безопасности: электрооборудование	13
2.4.4 Указания по технике безопасности при эксплуатации газовых баллонов со сжатым газом и системы газоснабжения	14
2.4.5 Обращение со вспомогательными и расходными материалами	14
2.4.6 Указания по технике безопасности при техническом обслуживании и ремонте	15
2.5 Поведение в экстренной ситуации	16
3 Принцип работы и конструкция	17
3.1 Конструкция	17
3.1.1 Система ввода проб	18
3.1.2 Система гибких трубок	19
3.1.3 Система для сжигания	21
3.1.4 Модуль осушения и очистки анализируемого газа	22
3.1.5 Обнаружение	25
3.1.6 Индикаторы и элементы управления, разъемы	26
3.1.7 Принадлежности	27
3.2 Варианты дополнительного оснащения анализатора	28
3.3 Принцип работы и анализа	28
3.4 Метод измерения	30
3.4.1 Определение ТС	30
3.4.2 Определение ТОС	30
3.4.3 Определение ТИС	30
3.4.4 Определение NPOC	31
3.4.5 Определение DOC	31
3.4.6 Определение POC	31
3.4.7 Определение TN _b	32
3.5 Катализаторы	32
3.6 Градуировка	32
3.6.1 Стратегии градуировки	32
3.6.2 Коэффициент поправки раствора в день установки титра	33
3.6.3 Метод градуировки	33
3.6.4 Показатели метода	35
3.6.5 Дополнительные расчеты	35
3.7 Холостые сигналы	36
3.7.1 Холостые сигналы воды	36
3.7.2 Холостой сигнал элюата	37

3.7.3	Фоновое значение лодочки	38
3.8	Проверка пригодности системы	38
4	Установка и ввод в эксплуатацию	39
4.1	Условия установки	39
4.1.1	Условия окружающей среды	39
4.1.2	Схема устройства и необходимая площадь	39
4.1.3	Электроснабжение	41
4.1.4	Газоснабжение	41
4.2	Распаковка и установка устройства	42
4.2.1	Установка анализатора, ввод в эксплуатацию	42
4.3	Подключение дополнительных принадлежностей	45
4.3.1	Автосамплер AS 10e и AS 21hp	45
4.3.2	Автосамплер AS vario	52
4.3.3	EPA Sampler	59
4.3.4	Модуль РОС	65
4.3.5	Хемилюминесцентный детектор (CLD)	71
4.3.6	Внешний модуль анализа твердых проб	73
5	Управление	74
5.1	Общие указания	74
5.2	Включение анализатора	75
5.3	Выключение анализатора	76
5.4	Выполнение градуировки	77
5.4.1	Подготовка и начало градуировки	77
5.4.2	Отображение результатов градуировки	79
5.4.3	Редактирование градуировки	80
5.4.4	Привязка калибровки к методу	81
5.4.5	Управление данными градуировки	83
5.5	Выполнение измерения	83
5.5.1	Измерение с ручным вводом пробы	83
5.5.2	Измерение с использованием автосамплера	84
5.6	Разбавление	85
5.6.1	Автоматическое разбавление ТС	86
5.6.2	Интеллектуальное разбавление TN	88
6	Техническое обслуживание и уход	91
6.1	Обзор мероприятий по техническому обслуживанию	91
6.2	Юстировка и настройка	92
6.2.1	Общие указания по юстировке автосамплера	92
6.2.2	Юстировка AS vario автосамплера	93
6.2.3	Юстировка автосамплера EPA Sampler	95
6.2.4	Юстировка автосамплера	97
6.2.5	Настройка продувочного потока NPOC	100
6.3	Обслуживание шприцевого насоса	102
6.4	Замена насосной гибкой трубки	103
6.5	Замена соединений трубок	104
6.6	Проверка системы на герметичность	106
6.7	Замена катализатора	106
6.7.1	Демонтаж трубки для сжигания	107
6.7.2	Заполнение трубки для сжигания	108

6.7.3	Монтаж трубки для сжигания	110
6.8	Демонтаж и монтаж печи для сжигания	112
6.8.1	Демонтаж печи для сжигания	112
6.8.2	Монтаж печи для сжигания	113
6.9	Чистка конденсационного сосуда TIC	114
6.10	Обслуживание конденсационного змеевика	115
6.11	Замена влагопоглотителей	117
6.12	Замена поглотителя галогенов	120
6.13	Техническое обслуживание модуля ПОС	122
6.14	Обслуживание хемилюминесцентного детектора (CLD)	123
7	Устранение неисправностей	124
7.1	Сообщения об ошибках программного обеспечения	125
7.2	Ошибки состояния	131
7.3	Ошибка прибора	133
8	Транспортировка и хранение	137
8.1	Транспортировка	137
8.1.1	Подготовка анализатора к транспортировке	137
8.1.2	Подготовка автосамплера AS vario	139
8.1.3	Перемещение прибора в лаборатории	140
8.2	Хранение	140
9	Утилизация	141
10	Характеристики	142
10.1	Технические характеристики	142
10.2	Нормы и директивы	144

1 Основные данные

1.1 О настоящем руководстве по эксплуатации

Содержание

В этом руководстве по эксплуатации описаны следующие модели устройств:

- multi N/C 3100
- multi N/C 3100 duo
- multi N/C 3100 pharma

В дальнейшем тексте руководства эти модели обобщенно обозначаются как multi N/C 3100. Различия разъясняются в соответствующих пунктах.

Устройство предназначено для эксплуатации квалифицированным персоналом при соблюдении указаний настоящего руководства по эксплуатации.

Руководство по эксплуатации содержит информацию о конструкции и принципе работы устройства и предоставляет обслуживающему персоналу необходимые знания для безопасной эксплуатации устройства и его компонентов. В руководстве по эксплуатации также содержится информация о техническом обслуживании устройства и уходе за ним, а также о возможных причинах неисправностей и способах их устранения.

Модульная аналитическая система multi N/C 3100 duo обеспечивает автоматический анализ жидких и твердых проб. Описание конструкции, порядка монтажа и эксплуатации этой модульной аналитической системы приведено в руководстве по эксплуатации модуля анализа твердых проб HT 1300. Соблюдайте, в частности, приведенные в руководстве указания по переключению с режима жидких проб на режим твердых проб и наоборот.

Модель multi N/C 3100 pharma – это специальная модель для фарминдустрии. Для модели pharma не предлагаются модули анализа твердых проб и детектор ChD.

Обозначения

Порядок действий представлен в виде хронологической последовательности с выделением дополнительного порядка в отдельный блок.

Указания с предупреждениями сопровождаются соответствующим символом и сигнальным словом. Приводятся вид и источник опасности, а также возможные последствия и указания по предотвращению опасности.

Элементы аналитического программного обеспечения выделены следующим образом:

- Термины, относящиеся к программе, выделены жирным шрифтом (например, меню **Система**).
- Пункты меню разделены вертикальной чертой (например, **Система | Устройство**).

Используемые символы и сигнальные слова

Для обозначения опасностей или указаний в этом руководстве используются следующие символы и сигнальные слова. Предупреждающие знаки указываются перед каждым действием.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Обозначает возможную опасную ситуацию, следствием которой могут стать летальный исход или серьезные травмы (увечья).



ОСТОРОЖНО

Обозначает возможную опасную ситуацию, возникновение которой может привести к травмам легкой или средней степени тяжести.



ПРИМЕЧАНИЕ

Приводится указание на возможное причинение материального ущерба и нанесение вреда окружающей среде.

1.2 Области применения анализатора

- multi N/C 3100 pharma: Специальная модель для применения в фармацевтическом секторе, медицине, биотехнологии

Эта модель была разработана специально для определения параметров ТОС и TN_b в ультрачистой воде. Например, ее можно использовать для валидации процессов очистки, а также анализа инъекционной воды. Можно анализировать суммарное содержание также и экстрагируемых органических соединений в фармацевтической пластиковой упаковке. Аналитическая программа обеспечивает полноту и целостность данных, а также соответствует требованиям фармацевтических директив 21 CFR Part 11 и EudraLex Volume 4 Annex 11.

- Использование при подготовке воды

Устройство можно использовать для проведения анализа как питьевой воды, так и сточных вод на коммунальных и промышленных водоочистительных установках. Также возможно проведение надежного анализа воды, содержащей комплексные соединения, взвеси и соли.

- Использование для контроля окружающей среды

Поверхностные воды, например, морская вода, зачастую имеют низкое содержание ТОС наряду с высокой концентрацией ТКС и высоким содержанием соли. Исследовать эти сложные пробы можно благодаря специальным аналитическим режимам (NPOC plus).

- Использование на электростанциях и в лабораториях

Благодаря своему динамическому диапазону измерения анализатор обеспечивает определение ТОС на электростанциях и в промышленном производстве пара.

- Анализ отходов и проб грунта

Определение содержания углерода (определение ТС/ТОС) в твердых пробах возможно при дополнительном оснащении модулем анализа твердых проб. Кроме этого, возможно проведение анализа элюатов. В этих и других жидких пробах возможно одновременное определение ТС и TN_b .

- Использование в научных исследованиях и обучении

Множество вариантов конфигурации делает анализатор пригодным для научных исследований и обучения. При использовании с модулем анализа твердых проб можно определять параметры ТС и ТОС в твердых пробах.

1.3 Использование по назначению

Устройство и его компоненты разрешается использовать только для проведения анализов, описанных в этом руководстве пользователя. Только такое применение считается использованием по назначению и гарантирует безопасность пользователя и устройства.

Анализатор разрешается использовать только для определения общего содержания углерода, а также определения содержания в водных пробах органического и неорганического связанного углерода.

В частности, анализатор предназначен для определения названных параметров в питьевой воде, грунтовых водах, поверхностных водах, ультрачистой воде и в воде для фармацевтических целей.

При оснащении детектором азота анализатор позволяет определять содержание азота в водных пробах.

В сочетании с опциональным модулем анализа твердых проб возможно определение общего содержания углерода в твердых пробах.

С помощью анализатора запрещается проводить анализ горючих жидкостей или веществ, которые могут образовывать взрывоопасные смеси. Не анализировать с помощью анализатора концентрированные кислоты!

Для работы устройства разрешается использовать только следующие газы-носители: кислород, синтетический воздух или очищенный сжатый воздух.

2 Техника безопасности

В целях обеспечения личной безопасности, а также бесперебойной и надежной работы прибора внимательно прочитайте данный раздел, прежде чем приступить к вводу прибора в эксплуатацию.

Соблюдайте все указания по технике безопасности, приведенные в настоящем руководстве пользователя, а также обращайте внимание на любые сообщения и указания, отображаемые аналитическим программным обеспечением, и следуйте им.

2.1 Знаки безопасности на устройстве

На приборе размещены предупреждающие и предписывающие знаки, которые необходимо учитывать в обязательном порядке.

Из-за ошибочных действий ввиду поврежденных или отсутствующих предупреждающих и предписывающих знаков возможно причинение травм или материального ущерба. Нельзя удалять знаки безопасности. Поврежденные предупреждающие и предписывающие знаки подлежат немедленной замене!

На приборе размещены следующие предупреждающие и предписывающие знаки:

Предупреждающий знак	Значение	Примечание
	Осторожно. Горячая поверхность	■ На печи, на верхней панели печи: ■ На левой боковине: Нагретая до высокой температуры печь представляет опасность. Возможно получение ожога
	Предупреждение о едких веществах	■ На передней панели, рядом с емкостью с фосфорной кислотой: Предупреждение о фосфорной кислоте
	Осторожно. Вредные для здоровья или раздражающие вещества	■ На передней панели: Предупреждение о фосфорной кислоте
	Осторожно. Возможно травмирование рук	На автосамплере: В зоне движения автосамплера возможно получение травм

В работе используются опасные вещества:

Пиктограмма опасности СГС (согласованная на глобальном уровне система классификации и маркировки химических веществ)	Значение	Примечание
	Коррозионное вещество	На емкости с фосфорной кислотой: Фосфорная кислота является коррозионным веществом
Предписывающие знаки безопасности/ информационные знаки	Значение	Примечание
	Перед снятием кожуха устройства отключить штепсельную вилку	На боковинах и на задней панели устройства: Перед тем, как открыть крышку устройства, выключить устройство и отключить штепсельную вилку от электросети.
	Соблюдать указания руководства по эксплуатации	На боковинах и на задней панели устройства: Перед началом работ прочесть руководство по эксплуатации.
	Только для Китая	Устройство содержит вещества, обращение с которыми регулируется на законодательном уровне. Компания Analytik Jena GmbH+Co. KG гарантирует, что при использовании устройства по назначению утечка этих веществ в окружающую среду в течение следующих 25 лет не произойдет.

2.2 Требования к обслуживающему персоналу

Работать с прибором разрешается только квалифицированному персоналу, прошедшему инструктаж по эксплуатации прибора. Инструктаж предусматривает ознакомление с содержанием руководства пользователя прибора и руководства пользователя подключенных компонентов системы. Проходить обучение рекомендуется у квалифицированных сотрудников компании Analytik Jena или их представителей.

Кроме указаний по технике безопасности, приведенных в данном руководстве, необходимо соблюдать общие правила техники безопасности, действующие в соответствующей стране. Эксплуатирующая организация обязана установить текущее состояние данного свода правил.

Обслуживающий и сервисный персонал должен всегда иметь доступ к руководству пользователя.

2.3 Указания по технике безопасности при транспортировке и вводе в эксплуатацию

Из-за неправильного монтажа могут возникать опасные ситуации. Следствием неправильного подключения газов могут стать поражение электрическим током и взрыв.

- Выполнять установку и ввод в эксплуатацию прибора и его системных компонентов разрешается исключительно сервисной службе компании Analytik Jena или авторизованным и обученным компанией специалистам.
- Не допускается самостоятельное выполнение монтажа и подключения.

Существует опасность получения травмы из-за неправильной фиксации компонентов.

- При транспортировке компоненты прибора следует фиксировать в соответствии с предписаниями, приведенными в руководстве по эксплуатации.
- Незакрепленные части необходимо извлечь из системных компонентов и упаковать отдельно.

Во избежание причинения вреда здоровью при перемещении (подъеме и переносе) лабораторного оборудования следует учитывать следующее:

- По технике безопасности для перемещения прибора требуется два человека — по одному с каждой стороны прибора.
- Прибор не оснащен ручками для переноса. В связи с этим прибор следует надежно брать обеими руками за нижнюю часть.
- Опасность ущерба здоровью из-за ненадлежащей деkontаминации! Перед возвратом устройства в компанию Analytik Jena выполнить деkontаминацию в установленном порядке и оформить процесс документально. Бланк акта выполненной деkontаминации предоставляется сервисной службой при получении заявления на возврат. Без заполненного бланка акта выполненной деkontаминации устройство не будет принято. Отправитель может быть привлечен к ответственности за причинение ущерба в результате неудовлетворительной деkontаминации прибора.

2.4 Указания по технике безопасности при эксплуатации

2.4.1 Общие указания по технике безопасности

Перед каждым вводом прибора в эксплуатацию пользователь обязан проверять его исправность и исправность предохранительных устройств. Данное правило применяется, в частности, после каждого внесения изменения или дополнения, а также после любого ремонта прибора.

Обратите внимание на следующее:

- Работать с прибором разрешается только при наличии всех защитных устройств (например, крышек, защищающих электронные компоненты), их правильного монтажа и полной исправности.
- Исправность защитных и предохранительных устройств необходимо регулярно проверять. При возникновении неисправностей их следует устранять немедленно.
- Во время эксплуатации ни в коем случае нельзя снимать, изменять или отключать защитные и предохранительные устройства.
- Во время эксплуатации всегда должен быть обеспечен свободный доступ к главному выключателю и устройствам аварийного отключения и блокировки.

- Расположенные на приборе системы вентиляции должны быть исправны. Перекрытие вентиляционной решетки, прорези для вентиляции и т. п. может привести к сбоям в работе или повреждению прибора.
- Внесение изменений или дополнений в конструкцию прибора, а также его переоборудование разрешается выполнять только после консультации с компанией Analytik Jena. Несанкционированные изменения могут снизить безопасность при эксплуатации прибора и привести к ограничению гарантийных обязательств и доступа к сервисной службе.
- Запрещается хранить горючие материалы рядом с устройством.
- Печь работает при температуре в диапазоне 700 ... 950 °C. Не прикасайтесь к горячим частям (печь, конденсационный змеевик) во время или непосредственно после работы.
- При работе со стеклянными предметами требуется соблюдать осторожность. Стекло может разбиться и в результате причинить травму!
- Убедитесь, что внутрь прибора не проникают жидкости, например, на соединениях кабелей. Возможно поражение электрическим током.
- В зоне движения автосамплера возможно получение травм. Например, защемление рук или пальцев. Во время работы держитесь на безопасном расстоянии от автосамплера.
- Опциональный хемилюминесцентный детектор (CLD) содержит озонатор, генерирующий озон (O₃). После использования по назначению расположенный ниже по потоку разрушитель озона уничтожает газ. Различные меры обеспечения безопасности могут вызывать автоматическое отключение озонатора. Тем не менее: Если вы почувствуете резкий запах озона, немедленно выключите устройство и обратитесь в службу поддержки. Чтобы обеспечить безотказную и безопасную работу, компания Analytik Jena рекомендует выполнять ежегодный контроль и обслуживание детектора силами сервисной службы.

2.4.2 Указания по технике безопасности для взрывозащиты и противопожарной защиты

Эксплуатация прибора во взрывоопасной среде запрещена.

В рабочем помещении, где установлен прибор, запрещается курить или работать с открытыми источниками пламени!

2.4.3 Знак безопасности: электрооборудование

В устройстве, в области правой боковой части, проходят опасные для жизни электрические напряжения! В результате контакта с компонентами, находящимися под напряжением, возможны летальный исход, получение серьезных травм или поражение электрическим током с ожогами.

- Сетевую вилку разрешается вставлять только в розетку установленного образца, обеспечивающую степень защиты I (с защитным контактом). Прибор разрешается подключать только к тем источникам электропитания, номинальное напряжение которых соответствует сетевому напряжению, указанному на заводской табличке. Нельзя заменять съемный сетевой кабель прибора не рассчитанным для него сетевым кабелем (без защитного провода). Запрещается использовать удлинители.
- Выполнять любые работы на блоке электроники разрешается только сервисной службе компании Analytik Jena и специально авторизованному квалифицированному персоналу.

- Специалист по электрике должен регулярно проверять электрические компоненты. Все изъяны, например, слабые соединения, неисправные или поврежденные кабели, следует немедленно устранять.
- Прежде чем открывать устройство, его необходимо отключить сетевым выключателем, а сетевую вилку извлечь из розетки!
- Базовый модуль и системные компоненты разрешается подключать к сети только в выключенном состоянии.
- Соединительные электрические кабели разрешается подсоединять к базовому модулю и компонентам системы или отсоединять от них только в том случае, если они выключены.
- При неисправностях на электрических компонентах следует немедленно отключить анализатор главным выключателем на задней панели устройства. Штепсельную вилку следует вынуть из розетки электропитания.

2.4.4 Указания по технике безопасности при эксплуатации газовых баллонов со сжатым газом и системы газоснабжения

- Рабочие газы подаются из баллонов с сжатым газом или местной системы газоснабжения. При этом должна обеспечиваться требуемая чистота газов.
- Выполнять работы на баллонах со сжатым газом и системах сжатого газа разрешается только лицам, обладающим специальными знаниями и опытом работы с такими системами.
- Напорные шланги и редукторы разрешается использовать только для предназначенных газов.
- Трубопроводы, гибкие трубки, штуцеры и редукторы для кислорода следует обезжиривать.
- Все трубопроводы, гибкие трубки и штуцеры необходимо периодически проверять на наличие утечек и видимых внешних повреждений. Немедленно устраняйте утечки и повреждения.
- Перед проведением любых проверок, обслуживания или ремонта газобаллонного оборудования отключите подачу газа к устройству.
- Перед повторным включением устройства после завершения ремонта и технического обслуживания компонентов на баллонах со сжатым газом или системе сжатого газа необходимо проверить работоспособность устройства.
- Не допускается самостоятельное выполнение монтажа и подключения!

2.4.5 Обращение со вспомогательными и расходными материалами

Эксплуатирующая организация несет ответственность за выбор применяемых в процессе веществ, а также за безопасное обращение с ними. К таковым, в частности, относятся инфекционные материалы, радиоактивные, токсичные, едкие, горючие, взрывчатые и другие опасные вещества.

При работе с опасными веществами требуется соблюдать действующие региональные инструкции по технике безопасности, а также предписания, приведенные производителем вспомогательных и расходных материалов в соответствующих паспортах безопасности.

- Особую осторожность следует проявлять при обращении с концентрированными кислотами. Приведенные в паспортах безопасности предписания и инструкции по обращению с ортофосфорной (H_3PO_4) или соляной кислотой (HCl) подлежат неукоснительному соблюдению.
- С поставляемым производителем катализатором следует обращаться осторожно, как и со всеми химическими веществами.

При обращении с кварцевым волокном соблюдать следующие пункты:

- Хранить кварцевое волокно только в закрытых емкостях.
- При работе с кварцевым волокном избегать пылеобразования! При вдыхании пыли возможно раздражение дыхательных путей.
- При замене кварцевого волокна или чистке трубки для сжигания носить средства индивидуальной защиты (лабораторный халат, защитные перчатки, защитные очки, респиратор).
- Сбирать отслужившее кварцевое волокно в подходящие закрытые емкости и утилизировать при соблюдении официальных предписаний. По вопросу утилизации отходов обратиться в ответственное утилизирующее предприятие.

Обратить внимание на следующее:

- Эксплуатирующая организация несет ответственность за проведение необходимой деkontаминации в случае загрязнения прибора внутри и снаружи опасными веществами.
- Брызги, капли или жидкости большего объема подлежат устранению с помощью гигроскопичных материалов (как вата, лабораторные салфетки или целлюлоза).
- В случае загрязнения биоматериалами соответствующие места необходимо протереть с использованием предусмотренных дезинфицирующих средств, например раствора Incidin Plus. По завершении чистки эти места следует вытереть насухо.
- Корпус подходит только для дезинфекции протиранием. При наличии распылительной головки дезинфицирующее средство необходимо нанести на соответствующую салфетку.
При работе с инфекционным материалом следует соблюдать крайнюю осторожность и аккуратность, поскольку деkontаминация устройства как единого целого невозможна.
- Прежде, чем прибегнуть к иному способу чистки или деkontаминации, не предусмотренному производителем, необходимо выяснить у него, не вызовет ли такой способ повреждения прибора. Размещенные на приборе таблички с указаниями по технике безопасности нельзя протирать метанолом.

2.4.6 Указания по технике безопасности при техническом обслуживании и ремонте

Техобслуживание прибора выполняется исключительно сервисной службой компании Analytik Jena или обученным квалифицированным персоналом, авторизованным компанией.

Самовольное проведение работ по техобслуживанию может повредить прибор. В связи с этим пользователю разрешается проводить лишь те работы, которые приведены в разделе «Техобслуживание и уход».

- Чистить прибор снаружи следует только слегка смоченной, но не переувлажненной салфеткой. Используйте для чистки только воду и при необходимости стандартные средства с ПАВ.
- Работы по техобслуживанию и ремонту разрешается выполнять только на выключенном приборе (при отсутствии иных указаний).
- Прежде чем приступить к работам по техобслуживанию и ремонту, необходимо перекрыть систему подачи газа (при отсутствии иных указаний).
- Перед проведением работ по техническому обслуживанию и замене компонентов системы дать устройству достаточно остыть.
- Используйте только оригинальные запчасти, быстроизнашивающиеся детали и расходные материалы. Они прошли проверку и обеспечивают надежную и безопасную работу. Гарантия на стеклянные предметы и быстроизнашивающиеся детали не распространяется.

- После завершения работ по техобслуживанию и ремонту необходимо соответствующим образом установить все защитные устройства и проверить их работоспособность.

См. также

📄 Техническое обслуживание и уход [► 91]

2.5 Поведение в экстренной ситуации

- В случае возникновения опасной ситуации или аварии при отсутствии непосредственной опасности получения травмы прибор и подключенные компоненты системы необходимо по возможности немедленно выключить сетевым выключателем и/или извлечь сетевую вилку из розетки.
- После выключения устройства как можно быстрее перекройте систему подачи газа.

3 Принцип работы и конструкция

3.1 Конструкция

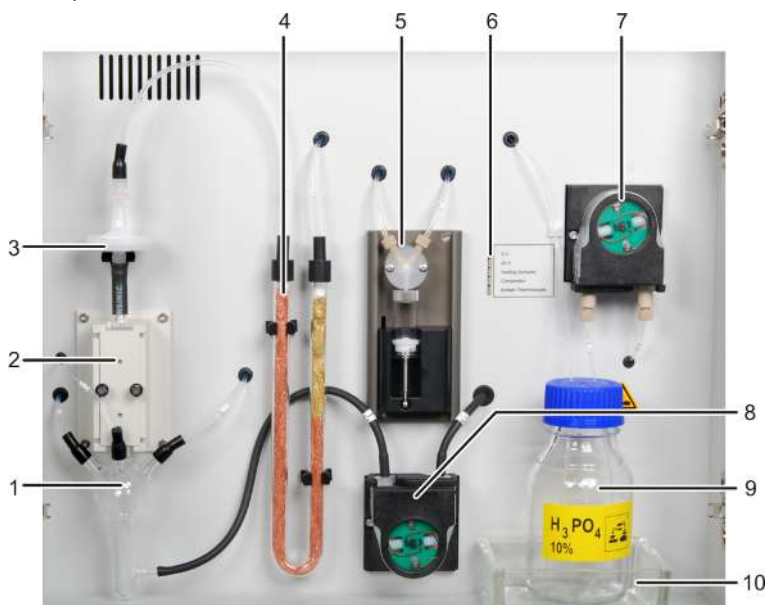
Анализатор представляет собой компактный настольный прибор со всеми жестко закрепленными основными компонентами. К аналитической системе относятся также все принадлежности и реагенты.

Управление анализатором и анализ данных выполняются с помощью программы multiWin.

Доступ к любым компонентам анализатора, подлежащим управлению или техобслуживанию пользователем, обеспечивается через две дверцы на передней панели, левую съемную боковину или верхнюю панель.

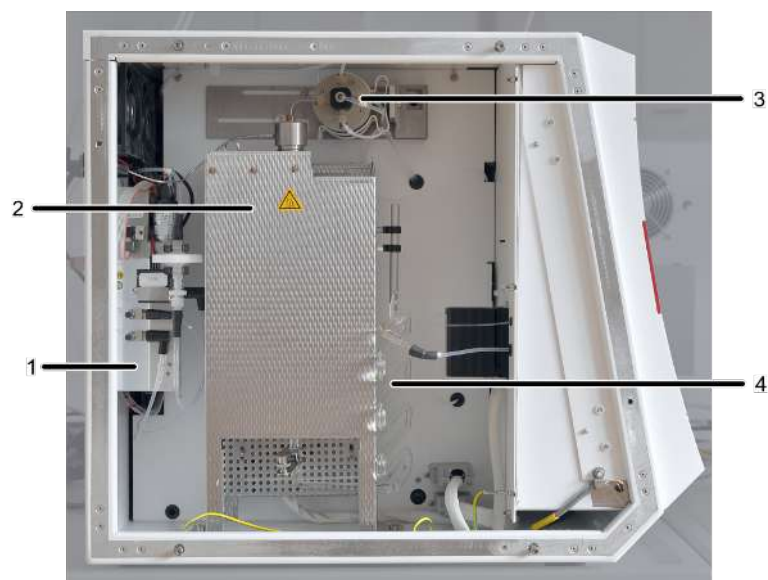
Анализатор состоит из следующих основных компонентов:

- Система ввода проб
- Газовый бокс и система гибких трубок
- Система для сжигания
- Модуль осушения и очистки анализируемого газа
- Детектор
- Индикаторы и элементы управления, разъемы
- Электроника
- Принадлежности



Изобр. 1 Анализатор, передние дверцы открыты

- | | |
|--|---------------------------|
| 1 Конденсационный сосуд ТИС | 2 Блок охлаждения |
| 3 Влагопоглотители | 4 Поглотитель галогенов |
| 5 Шприцевой насос с двухпортовым клапаном | 6 Светодиодные индикаторы |
| 7 Насос фосфорной кислоты | 8 Конденсатный насос |
| 9 Реактивная склянка для фосфорной кислоты | 10 Поддон |

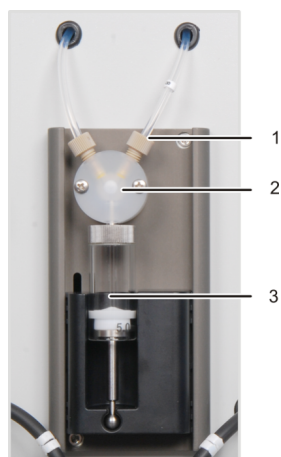


Изобр. 2 Анализатор, открыта левая боковина

- | | |
|--------------------|---------------------------|
| 1 Газовый бокс | 2 Система для сжигания |
| 3 5-ходовой клапан | 4 Конденсационный змеевик |

3.1.1 Система ввода проб

Ввод пробы осуществляется путем проточной инъекции с помощью шприцевого насоса с двухпортовым клапаном. Объем вводимой пробы составляет 100 ... 1000 μ l. Гибкие трубки соединяются с двухпортовым клапаном при помощи соединительных узлов Fingertight. Корпус шприца изготовлен из стекла и может заменяться.



Изобр. 3 Шприцевой насос

- | | |
|-----------------------------------|-----------------------|
| 1 Соединительный узел Fingertight | 2 Двухпортовый клапан |
| 3 Дозирующий шприц | |

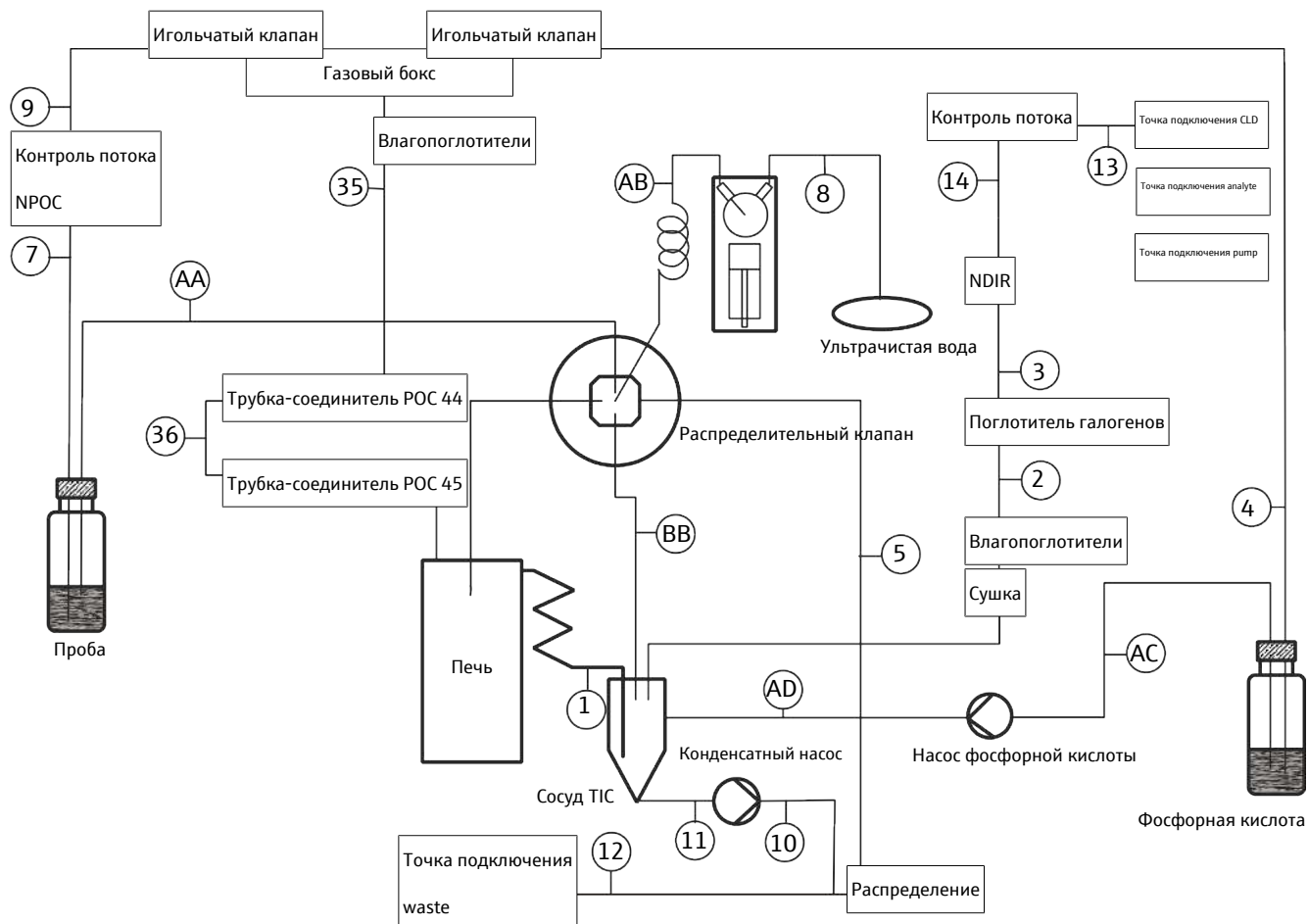
Гибкие трубки двухпортового клапана соединяются со следующими компонентами:

- Гибкая трубка 8 с емкостью ультрачистой воды
- Гибкая трубка АВ с переключающим клапаном

3.1.2 Система гибких трубок

Схема соединений трубок

Соединение отдельных компонентов друг с другом выполняется с помощью гибких трубок с нанесенной маркировкой. Числа и буквы внутри круга на схеме соединений соответствуют маркировкам на гибких трубках на анализаторе.

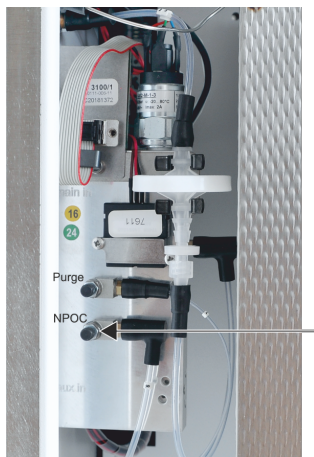


Изобр. 4 Схема соединений трубок

Компоненты для регулировки потока

Анализатор автоматически настраивает поток газа-носителя и регулирует поток на входе с помощью регулятора массового расхода MFC (mass flow controller). На выходе устройства поток газа-носителя измеряется объемным расходомером MFM (mass flow meter). Тем самым осуществляется автоматический контроль герметичности. Результат отображается в программе multiWin в окне **System state**. Влагопоглотитель защищает газовый бокс от обратного выброса влажных газообразных продуктов сгорания.

Продувочный поток NPOC можно настроить игольчатым клапаном на газовом боксе. Доступ к игольчатому клапану обеспечивается только после снятия левой боковины. Продувочный поток NPOC измеряется объемным расходомером MFM и отображается в окне **System state**.



Изобр. 5 Настройка продувочного потока NPOC

Конденсатный насос

С помощью конденсатного насоса автоматически после каждого измерения откачиваются конденсат или жидкие отходы, образующиеся при определении TIC. Конденсатный насос располагается за передней дверцей рядом с поглотителем галогенов.



Изобр. 6 Конденсатный насос

Насос фосфорной кислоты

Насос фосфорной кислоты подает фосфорную кислоту (10 %) к конденсационному сосуду TIC.

Причем фосфорная кислота непрерывно барботируется.



Изобр. 7 Насос фосфорной кислоты

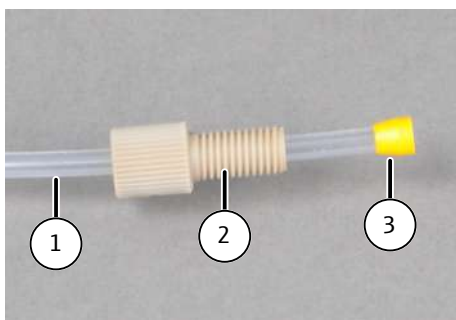
Технология соединения

Внутри устройства для большинства точек подключения газа используются быстроразъемные соединительные элементы. Эти соединительные элементы обеспечивают герметичное соединение гибкой трубки с выводами разных диаметров. Мягкие наконечники по сравнению с жесткими штуцерами снижают риск повреждения стекла. Соединительные элементы бывают разных видов.



Изобр. 8 Быстроразъемный соединительный элемент

Кроме них, используются так называемые соединительные узлы Fingertight. Такие фитинги без фланца состоят из уплотнительного конуса и пластмассового полого винта. Такие соединения гибких трубок уплотняются лишь путем затягивания полого винта усилием руки.



Изобр. 9 Соединительный узел Fingertight

- | | |
|-------------------------|--------------|
| 1 Гибкая трубка | 2 Полый винт |
| 3 Коническое уплотнение | |

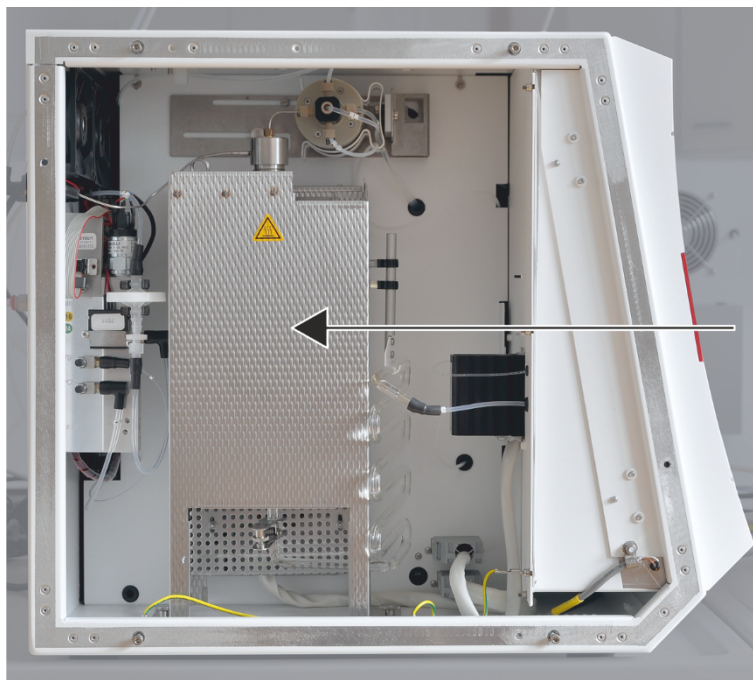
3.1.3 Система для сжигания

Система для сжигания расположена за левой боковиной анализатора.

Печь для сжигания представляет собой вертикальную печь с резистивным нагревом для разложения при температурах до 950 °C.

Трубка для сжигания (реактор) изготовлена из кварцевого стекла. Она заполняется катализатором и добавками. При снижении активности катализатора трубку для сжигания требуется заполнить новым катализатором.

На верхнее отверстие трубки для сжигания устанавливается головка печи. Нижний конец трубки для сжигания соединен с конденсационным змеевиком вильчатым зажимом.



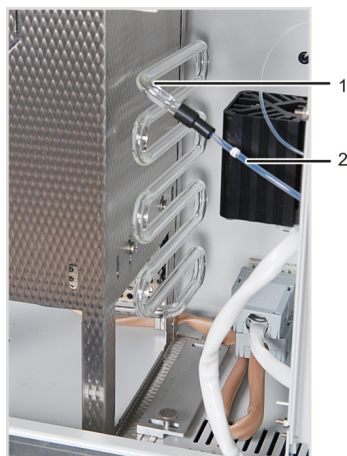
Изобр. 10 Печь для сжигания

3.1.4 Модуль осушения и очистки анализируемого газа

Конденсационный змеевик

Конденсационный змеевик, изготовленный из стекла, располагается справа от печи и крепится на выходе трубки для сжигания.

Конденсационный змеевик быстро охлаждает анализируемый газ. Водяной пар, содержащийся в анализируемом газе, конденсируется. Смесь анализируемого газа и воды направляется в конденсационный сосуд ТИС по гибкой трубке.



Изобр. 11 Конденсационный змеевик

1 Конденсационный змеевик

2 Гибкая трубка 1 к конденсационному сосуду ТИС

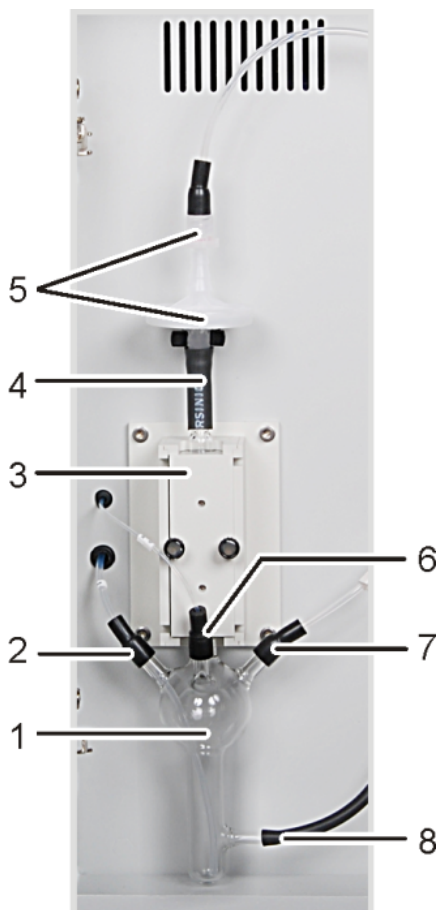
Конденсационный модуль ТИС

В состав конденсационного модуля ТИС входят конденсационный сосуд ТИС и блок охлаждения. В конденсационном сосуде ТИС объединены ТИС-реактор и газожидкостный сепаратор. Одновременно блок охлаждения осушает анализируемый газ. Конденсационный модуль ТИС расположен спереди слева. Ввод смеси анализируемого газа и воды осуществляется через верхний левый вывод по гибкой трубке 1.

Верхний средний вывод на стеклянном сосуде соединен с насосом фосфорной кислоты. Насос фосфорной кислоты подает фосфорную кислоту (10 %) в ТИС-реактор при каждом определении ТИС.

Блок охлаждения осушает анализируемый газ путем вымораживания водяного пара. Осушенный анализируемый газ из конденсационного сосуда ТИС направляется через верхний вывод. Система осушения анализируемого газа не требует техобслуживания.

Конденсатный насос откачивает конденсат или жидкие отходы, образующиеся при определении ТИС, после каждого измерения через нижний боковой отвод на стеклянном сосуде.



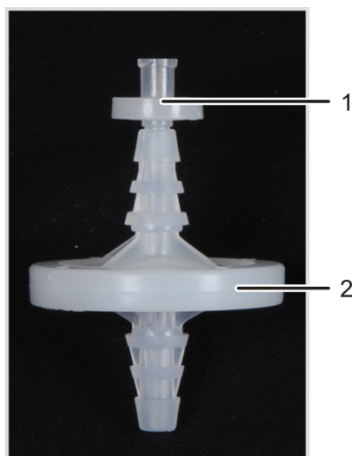
Изобр. 12 Конденсационный модуль ТИС

- | | |
|--|--|
| 1 Конденсационный сосуд ТИС | 2 Точка подключения трубки 1/ подача анализируемого газа с конденсационного змеевика |
| 3 Блок охлаждения | 4 Соединение с влагопоглотителями |
| 5 Влагопоглотители | 6 Точка подключения трубки AD/ подача фосфорной кислоты |
| 7 Точка подключения трубки ВВ/ прямой ввод пробы при определении ТИС | 8 Точка подключения конденсатного насоса (гибкая трубка для отходов ¹¹) |

Влагопоглотители

Влагопоглотители поглощают мешающие компоненты из анализируемого газа и обеспечивают защиту детектора и газового бокса. Они интегрированы на линии газа после блока охлаждения или после газового бокса. Влагопоглотители состоят из влагопоглотителя большего и меньшего размера. Во время работы влагопоглотители

тель большего размера (фильтр грубой очистки ТС) задерживает аэрозоли. Влагопоглотитель меньшего размера (сменный обратный фильтр) задерживает поднимающуюся воду.



Изобр. 13 **Влагопоглотители**

1 Сменный обратный фильтр

2 Фильтр грубой очистки ТС

Поглотитель галогенов

Поглотитель галогенов поглощает компоненты (галогены, соединения галогеноводорода) из анализируемого газа. Тем самым он обеспечивает защиту детекторов и расходомера. Поглотитель галогенов смонтирован на линии газа после конденсационного сосуда ТКС и влагопоглотителей.

Поглотитель галогенов состоит из U-образной трубки. Она заполнена специальным медным и латунным волокном. Наполнитель поглотителя галогенов подлежит немедленной замене, как только половина объема медного волокна станет черного цвета, или латунное волокно изменит цвет.



Изобр. 14 **Поглотитель галогенов**

3.1.5 Обнаружение

Детектор NDIR	Детектор NDIR (детектор бездисперсионной инфракрасной абсорбции) располагается за правой боковиной анализатора. Газы с молекулами, состоящими из разных атомов, в инфракрасном диапазоне длин волн обладают избирательной полосой поглощения. При пропускании луча света через систему кювет, содержащих газы в активном ИК-диапазоне, компоненты этих газов начинают поглощать на характерных для них длинах волн часть общей световой энергии, которая пропорциональна их концентрации в газовой смеси. Приемник излучения, используемый в детекторе NDIR, обладает избирательностью для определения CO₂.
Обработка результатов измерений по технологии VITA	Молекулы CO₂ регистрируются измерительной техникой до тех пор, пока присутствуют в кювете детектора NDIR. В ходе определения CO₂ поток анализируемого газа может колебаться, так как, например, жидкие пробы при дозировании выпариваются или конденсируются. Поэтому молекулы CO₂ время от времени регистрируется спектрометром продолжительное время (при пониженном потоке газа) или кратковременно (при повышенном потоке газа). Метод VITA – это связанное со временем воздействия интегрирование для анализа TOC. С помощью метода VITA, кроме сигнала NDIR, одновременно регистрируется и расход анализируемого газа. Сигнал NDIR унифицируется под управлением компьютера. Тем самым возникающие флуктуации потока компенсируются до постоянного потока газа. И лишь после этого выполняется интегрирование. Высокоточный цифровой расходомер регистрирует расход анализируемого газа в непосредственной близости от детектора NDIR.
Электрохимический детектор NO (ChD, по заказу)	Для определения TN_b можно использовать электрохимический детектор NO. Детектор NO располагается за правой боковиной анализатора. Он анализирует содержание оксида азота (NO) в анализируемом газе. После термического окисления пробы газ для анализа поступает в детектор. Там содержащиеся в нем оксиды азота диффундируют через высокоизбирательную мембрану в электрохимическую измерительную ячейку. На аноде оксиды азота окисляются. В результате прохождения тока между электродами меняется пропорционально концентрации оксида азота. Изменение прохождения тока учитывается как сигнал, обеспечивающий определение содержания азота в анализируемой пробе. Электролит измерительной ячейки служит лишь в качестве катализатора и не расходуется. Для работы электрохимического детектора NO (ChD) требуется питающее напряжение. Даже если анализатор выключен, поддерживающее напряжение должно поддерживать электрохимическое равновесие в ChD. Для этого с правой стороны анализатора встроена батарея (U9VL). Опциональный ChD не предлагается для модели multi N/C 3100 pharma.
Хемилюминесцентный детектор CLD (опция)	Дополнительное оснащение анализатора хемилюминесцентным детектором позволяет проводить определение TN_b. CLD следует располагать как внешнее устройство рядом с анализатором. Образующийся в результате термического окисления пробы газ для анализа осушается, после чего поступает в реакционную камеру хемилюминесцентного детектора. Содержащийся в анализируемом газе моноксид азота окисляется с помощью озона до диоксида азота в возбужденном состоянии. В результате эмиссии фотонов (све-

чение) молекулы диоксида азота вновь переходят в исходное состояние. Свечение регистрируется. Сигнал пропорционален концентрации монооксида азота. Таким образом можно определить общее содержание азота в пробе.

При разложении пробы в целях определения TN_b нельзя ожидать 100%-го выхода NO . В процессе охлаждения и конденсации газообразных продуктов сгорания также образуются оксиды азота с большой степенью окисления.

3.1.6 Индикаторы и элементы управления, разъемы

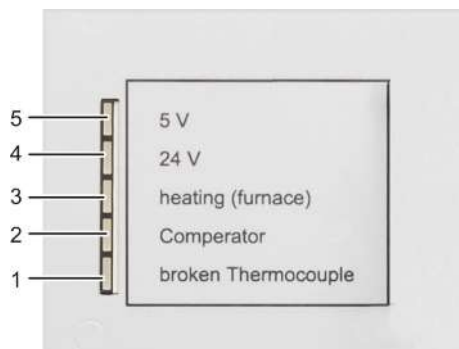
Светодиодный индикатор

На левой дверце анализатора интегрирован светодиодный индикатор зеленого цвета. Он загорается при включении анализатора и отображает готовность устройства к работе.



Изобр. 15 Светодиод состояния

С помощью блока светодиодных индикаторов за правой дверцей отображаются разные рабочие состояния анализатора.



Изобр. 16 Блок светодиодных индикаторов (правая дверца открыта)

- | | |
|--|--|
| 1 Поврежденный термоэлемент (светится при повреждении термоэлемента) | 2 Комператор печи (светится при слишком высокой температуре) |
| 3 Включение/отключение нагрева печи | 4 Напряжение устройства |
| 5 Напряжение внутреннего контроллера микропрограммного обеспечения | |

Главный выключатель и разъемы

На задней панели анализатора расположены главный выключатель и следующие разъемы:

- Гнездо подключения к сети с предохранителем
- Точки подключения газов и отходов
- Интерфейсы для подключения ПК и принадлежностей

Назначение точек подключения приведено на схеме, расположенной по центру панели.



Изобр. 17 Задняя панель устройства

- | | |
|---|---|
| 1 Главный выключатель power switch | 2 Отсек для сетевого предохранителя FUSE |
| 3 Гнездо электропитания main plug | 4 Точка подключения газа "analyte" |
| 5 Точка подключения газа "pump" | 6 Точка подключения газа "CLD" |
| 7 Трубка-мостик для подключения газа к модулю РОС | 8 Точка подключения газа-носителя "O ₂ /Air" |
| 9 Точка подключения модуля РОС (по заказу) | 10 Точка подключения нулевого провода автосамплера |
| 11 Отходы "waste" | 12 RS 232 Интерфейс для автосамплера "sampler" |
| 13 RS 232 Интерфейс для CLD и модулей анализа твердых проб "CLD/HT" | 14 USB 2.0 Интерфейс "PC" |

Заводская табличка

Заводская табличка расположена на задней стороне устройства.

На заводской табличке указаны следующие данные:

- Адрес производителя, товарный знак
- Наименование устройства, серийный номер
- Параметры электрического соединения
- Маркировка соответствия
- Маркировка WEEE (утилизация электрического и электронного оборудования)

3.1.7 Принадлежности

Для проведения измерений с помощью анализатора требуются следующие дополнительные принадлежности:

- соединительные кабели, соединительные гибкие трубки;
- соответствующая емкость для отходов или слив;
- Реактивная склянка с поддоном для фосфорной кислоты (250 ml)
- Склянка для ультрачистой воды (2,5 l)

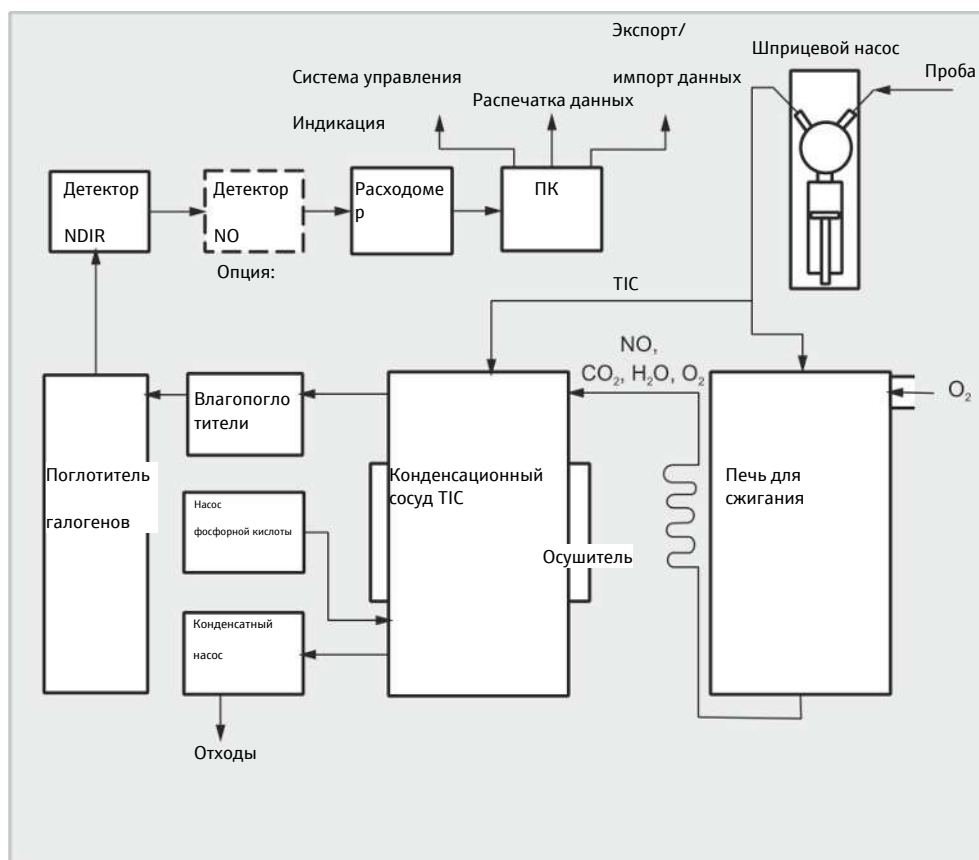
Реактивную склянку следует располагать на поддоне за правой дверцей. На реактивную склянку необходимо нанести маркировку безопасности и наименование содержимого; заполняется пользователем фосфорной кислотой (10 %).

3.2 Варианты дополнительного оснащения анализатора

Автосамплер	Для анализатора доступны следующие автосамплеры: ■ AS vario с разными размерами планшетов ■ AS vario ER с разными размерами планшетов и с системой промывки иглы ■ AS 10e на 10 проб ■ AS 21hp на 21 проб ■ POC Sampler для измерений POC ■ EPA Sampler с функцией прокола
Модуль POC	Дополнительное оснащение анализатора модулем POC позволяет проводить непосредственное определение POC в водных пробах.
Внешний модуль анализа твердых проб	Дополнительное оснащение анализатора внешним модулем анализа твердых проб HT 1300 позволяет проводить разложение твердых проб при температурах до 1300 °C в керамической трубке для сжигания без применения катализатора. Керамические лодочки позволяют корректировать навеску проб больших объемов (до 3000 mg). Тем самым можно корректировать коэффициент неомогенности проб.
Ручной модуль анализа твердых проб TIC	Определение TIC в твердых пробах возможно при дополнительном оснащении анализатора модулем анализа твердых проб TIC. Большие объемы проб можно отве- шивать в колбе Эрленмейера. При размешивании магнитной мешалкой на электри- ческой плитке проба смешивается с кислотой для разложения карбонатов и гидро- карбонатов до CO₂. Для модели multi N/C 3100 pharma модули анализа твердых проб не предлагаются.

3.3 Принцип работы и анализа

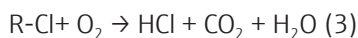
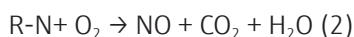
Анализатор представляет собой компактный и высокоэффективный прибор для определения в пробах воды содержания углерода, входящего в состав органиче- ских соединений, и/или содержания общего азота.



Изобр. 18 Принцип работы

При высоких температурах пробы разлагаются в присутствии специальных катализаторов. В результате возможно количественное разложение даже очень устойчивых комплексных соединений углерода и азота.

Аликвотная проба дозируется непосредственно в нагретую до высокой температуры зону заполненного реактора (трубка для сжигания). В реакторе происходит пиролиз в присутствии катализатора и окисление пробы в потоке газа-носителя. Газ-носитель выполняет одновременно роль окислителя.



R – углеродсодержащее вещество

Анализируемый газ охлаждается в конденсационном змеевике, а конденсационная влага отделяется от анализируемого газа в следующем конденсационном сосуде TIC. После дополнительного осушения и устранения газов, вызывающих коррозию, анализируемый газ CO₂ подается на детектор NDIR, а NO – на детектор NO.

Содержание неорганического углерода определяется путем инъекции аликвотной части пробы в TIC-реактор с кислой средой и вытеснения образующегося CO₂ через детектор NDIR.

Концентрация CO₂ или NO регистрируется несколько раз в секунду. По этой последовательности сигналов выводится интеграл по времени. Интеграл пропорционален концентрации углерода или азота в анализируемом растворе. Затем по ранее установленной градуировочной характеристике выполняется расчет содержания углерода или азота в пробе.

3.4 Метод измерения

В аналитической программе multiWin можно объединять определение нескольких параметров.

3.4.1 Определение ТС

ТС: Total Carbon (содержание общего углерода)

При определении ТС учитывается содержание общего углерода в пробе, то есть содержание углерода, входящего в состав органических и неорганических соединений, а также элементарного углерода.

Проба вводится в трубку для сжигания автоматически, разлагается, и определяется образующийся диоксид углерода.

Одновременно с определением ТС возможно определение TN_b .

3.4.2 Определение ТОС

ТОС: Total Organic Carbon (содержание общего органического углерода)

При определении ТОС учитывается содержание общего органического связанного углерода в пробе.

Определение ТОС выполняется в анализаторе разностным методом, который можно выразить следующим уравнением.

$$ТОС = ТС - ТИС$$

ТОС - содержание общего органического углерода

ТС - содержание общего углерода

ТИС - содержание общего неорганического углерода

ТИС и ТС определяются по одной и той же пробе последовательно двумя анализами. Вычисленная по ним разность и будет ТОС. С помощью разностного метода учитываются как летучие, так и не летучие органические соединения углерода.

Определение ТОС можно применять в том случае, если проба содержит легко вытесняемые органические вещества, такие как бензол, циклогексан, хлороформ и т. п. Если содержание ТИС в пробе явно выше содержания ТОС, то применять определение ТОС не следует.

Одновременно с определением ТОС возможно определение TN_b .

3.4.3 Определение ТИС

ТИС: Total Inorganic Carbon (содержание общего неорганического углерода)

При определении ТИС учитывается содержание общего неорганического углерода, входящего в состав карбонатов и гидрокарбонатов, а также растворенный CO_2 .

Цианиды, цианаты, изоцианаты и частицы углерода не учитываются.

Для определения неорганического углерода (ТИС) в ТИС-реактор вводится аликвотная часть пробы, которая затем разлагается фосфорной кислотой. CO_2 вытесняется, и определяется его содержание.

3.4.4 Определение NPOC

NPOC: Non-purgeable Organic Carbon (содержание общего неочищаемого органического углерода)

При анализе методом NPOC учитывается содержание общего органического углерода в пробе, не вытесняемого продуванием.

Проба подкисляется вне анализатора кислотой (HCl (2 mol/l)) до pH <2. Образующийся CO₂ отдувается снаружи, например, в автосамплере. Затем анализатор определяет количество оставшегося в пробе углерода.

C CO₂ вытесняются также и легколетучие органические соединения. Поэтому не следует применять анализ методом NPOC, если проба содержит легко вытесняемые органические вещества.

Определение NPOC методом NPOC plus

Данный метод был разработан специально для определения низкого содержания ТОС в пробах с высоким содержанием ТИС или высокой долей растворенного CO₂. Вообще для анализа таких проб рекомендуется определение NPOC. В случае высокого содержания и, прежде всего, неизвестного содержания ТИС иной раз для полного вытеснения CO₂ продуванием все же требуется много времени (t > 10 мин). Поэтому неорганический связанный углерод при этом методе отдувается снаружи.

По последовательности операций метод NPOC plus представляет собой комбинацию метода NPOC и разностного метода.

При определении NPOC проба подкисляется вне анализатора (pH <2). Непосредственно перед началом анализа пробы большая часть образовавшегося диоксида углерода отдувается снаружи. В завершение по подготовленной таким способом пробе определяется органический углерод (ТОС) с использованием разностного метода.

Определенное таким методом значение ТИС является лишь расчетным, не представляющим аналитической значимости.

Легколетучие органические вещества при подготовке пробы также вытесняются и поэтому не учитываются.

Одновременно с определением NPOC и NPOC plus возможно определение TN_b.

3.4.5 Определение DOC

DOC: Dissolved Organic Carbon (растворенный органический углерод)

При анализе DOC определяется содержание органического углерода, который остается в фильтрате после фильтрации пробы. Стандартный фильтр имеет размер пор 0,45 µm.

Проба фильтруется вне анализатора, после чего анализируется как ТОС-проба.

3.4.6 Определение POC

POC: Purgeable Organic Carbon (отдуваемый органический углерод)

При определении POC учитывается содержание общего органического углерода, вытесняемого продуванием. При низких значениях pH в CO₂ преобразуются также составляющие неорганического углерода (карбонаты, бикарбонаты). CO₂ отдувается из пробы наряду с летучими органическими составляющими.

Для определения отдуваемого органического углерода аликвотная часть пробы вводится в опциональный модуль ПОС. В модуле ПОС газ-носитель отдувает летучие составляющие из пробы.

Компоненты, вытесненные отдуванием, отводятся по трубке с адсорбером. Трубка с адсорбером образует CO_2 в газовой смеси и отделяет содержащийся неорганический углерод. Летучие органические соединения проходят по трубке. Они отводятся в анализатор и окисляются там. В завершение определяется содержание образовавшегося CO_2 .

3.4.7 Определение TN_b

TN_b : Total Nitrogen bound (общее содержание связанного азота)

В анализаторе возможно определение содержания соединений азота в пробах воды. При этом в пробах из окружающей среды это могут быть аммониевые соли, нитриты и нитраты, в фармацевтических пробах – аминокислоты и протеины.

При термokatалитическом окислении образуются оксиды азота, содержание которых можно определить при помощи хемилюминесцентного детектора (CLD) или электрохимического детектора (ChD).

3.5 Катализаторы

Катализатор в качестве переноска кислорода поддерживает сжигание проб. Катализатором могут выступать твердые вещества, каталитически активные в температурном диапазоне 700 ... 950 °C.

Платиновый катализатор, используемый по всему рабочему диапазону для определения как содержания углерода, так и азота, является универсальным. Он оптимально работает при температуре реакции 800 °C. Благодаря крайне низкому холостому сигналу он обеспечивает возможность уверенного и высокоточного анализа при низком содержании углерода и азота. Катализатор работает эффективно даже при анализе сильно загрязненных вод.

Для минимизации износа при высокой матрице соли (например, в морской воде) рекомендуется снизить температуру в печи до температур ниже точки плавления солей.

В качестве альтернативы катализатор CeO_2 можно использовать при температуре реакции 850 °C.

3.6 Градуировка

3.6.1 Стратегии градуировки

Многоточечная градуировка с постоянным объемом пробы

Во многих случаях применения подходит многоточечная градуировка с постоянным объемом ввода и несколькими стандартами разной концентрации.

Диапазон градуировки может охватывать большой диапазон концентраций и задается в соответствии с предполагаемыми концентрациями пробы. При помощи выбранного метода измеряется несколько стандартов.

Многоточечная градуировка с постоянной концентрацией

Кроме этого, возможно проведение многоточечной градуировки с разными объемами проб и постоянной концентрацией. Эта стратегия градуировки особенно интересна для измерений при очень низких концентрациях (<1 mg/l), например, как в фармацевтической промышленности.

Подготовьте только один стандартный раствор для диапазона градуировки. Далее анализатор перемешивает разные объемы этого стандарта. При этом не превышайте минимальное значение стандартного объема 2 ml.

Чтобы исключить ошибки при изготовлении стандартного раствора, проверьте градуировку вторым независимо приготовленным стандартом.

Для измерений в диапазоне низких концентраций (<10 mg/l) учитывайте холостой сигнал воды, используемой для приготовления растворов.

Одноточечная градуировка

Для низких концентраций ТОС, как например в фармацевтической промышленности, одноточечная градуировка предлагает очень хорошее решение. Большим преимуществом является низкий холостой сигнал устройства и линейное измерение детектором NDIR по широкому диапазону концентраций.

Чтобы минимизировать ошибки при ручном приготовлении стандарта:

- Приготовьте 3 стандартных раствора одинаковой концентрации.
- Измерьте эти стандартные растворы.
- По среднему значению результатов определите градуировочную характеристику.

При одноточечной градуировке учитывайте холостой сигнал воды, используемой для приготовления растворов.

3.6.2 Коэффициент поправки раствора в день установки титра

С помощью коэффициента поправки раствора в день установки титра можно проверить градуировку с использованием стандартного раствора и скорректировать ее. Программа умножит все последующие результаты измерений на данный коэффициент.

Коэффициент поправки раствора в день установки титра F рассчитывается по следующей формуле:

$$F = c_{\text{задан.}} / c_{\text{факт.}}$$

3.6.3 Метод градуировки

В программе multiWin Вы можете выполнить градуировку любого параметра (ТС, ТОС, ТІС, и т. д.) метода. Не обязательно градуировать все параметры.

Для каждого параметра в методе можно сохранять до трех градуировочных характеристик для разных диапазонов концентраций. Программа автоматически соотнесет результаты измерений с правильным диапазоном градуировки.

Программа определяет градуировочную характеристику с учетом массы m на каждую введенную пробу. Она устанавливает линейные или квадратичные градуировочные зависимости по следующим формулам с помощью регрессивного анализа:

Линейная градуировочная характеристика: $c = (k_1 \times I_{\text{Netto}} + k_0) / V$

Квадратичная градуировочная характеристика: $c = (k_2 \times I_{\text{Netto}}^2 + k_1 \times I_{\text{Netto}} + k_0) / V$

c: заданная концентрация стандартного раствора

	V: объем пробы I_{Netto}: Чистый интеграл k_0, k_1, k_2: градуировочные коэффициенты Чистый интеграл представляет собой промежуточный интеграл с поправкой на холостой сигнал воды, используемой для приготовления раствора. Вы можете задать вид регрессии (линейная или квадратичная). Можно выбирать отдельные точки измерений или значения измерений для расчета фактической градуировки (ручной выбор промахов). При необходимости Вы можете повторно измерить отдельные стандартные растворы или даже добавить дополнительные точки измерений градуировки. Можно использовать до 20 точек градуировки, не более десяти измерений на одну точку. Градуировочная характеристика может устанавливаться по средним значениям повторных измерений или по всем отдельным измерениям.
ТС/NPOC	Градуируется канал ТС, для параметра ТС – непосредственно, для параметра NPOC – после продувания пробы. Принцип: концентрация $c_{\text{ТС}}$ пропорциональна интегралу $I_{\text{ТС}}$: $c_{\text{ТС}} = f(I_{\text{ТС}})$.
ТИС	Градуируется канал ТИС. Принцип: $c_{\text{ТИС}} = f(I_{\text{ТИС}})$ рассчитанные параметры отображаются в методе в аналитическом канале ТИС. Результаты анализа рассчитываются по установленной градуировочной характеристике.
ТОС	Параметр ТОС определяется по разностному методу (ТОС разност.). Как правило, для каналов ТС и ТИС определяются отдельные градуировочные характеристики. Результаты анализа рассчитываются по установленным градуировочным характеристикам для ТС и ТИС. Содержание ТОС определяется по следующей формуле: $c_{\text{ТОС}} = c_{\text{ТС}} - c_{\text{ТИС}}$ Параметры отображаются в методе в аналитических каналах ТИС и ТС. Параметры ТС и ТИС можно градуировать одновременно. Для этого рекомендуется использовать составной стандартный раствор, как например карбонат/ гидрокарбонат и гидрокарбонат монокалиевая соль фталевой кислоты или сахараза. Каналы ТИС и ТС можно градуировать также поочередно с использованием разных стандартных растворов. Такой прием целесообразен, если для ТС и ТИС требуется градуировать совершенно разные диапазоны концентраций.
NPOC plus	Метод NPOC plus градуируется в таком же порядке, что и метод ТОС (разностн.) До начала анализа ТИС следует провести такое продувание, при котором имеет смысл применять разностный метод. Процедура: ■ Раздельная градуировка каналов ТИС и ТС ■ Измерение проб и расчет результатов измерения программой – Продувание подкисленной пробы (3 ... 5 min) – Определение остаточного содержания ТИС по градуировочной характеристике – Определение содержания ТИС по градуировочной характеристике – Определение содержания ТОС по разности ТС и ТИС

Градуировка в зависимости от матричной основы наиболее подходит для реальных проб. Поэтому в стандартные растворы добавляется столько карбоната, чтобы получить в них такое же содержание ТИС, как в пробах.

TNb

Градуируется канал TN. Для установленной калибровочной характеристики действует принцип: $c_{TN} = f(I_{TN})$.

Рассчитанные параметры отображаются в методе в аналитическом канале TN.

3.6.4 Показатели метода

Остаточное стандартное отклонение	Остаточное стандартное отклонение (остаточная дисперсия) выражает разброс интегральных параметров на функцию регрессии (точность регрессии).
Стандартное отклонение метода	Стандартное отклонение метода описывает в однозначной и общепринятой форме качество градуировки. Для однозначной оценки качества градуировки необходимо использовать стандартное отклонение метода.
Коэффициент вариации	Коэффициент вариации (относительное стандартное отклонение) используется для сравнения разных градуировок с разными диапазонами градуировок.
Коэффициент корреляции	Коэффициент корреляции сравнивает разброс точек градуировки функции регрессии с общим разбросом градуировки. Если все точки градуировки находятся на установленном регрессией графике, коэффициент корреляции равен +1 или -1. При положительном коэффициенте корреляции график регрессии восходящий, при отрицательном — ниспадающий.
Коэффициент определения	Квадрат коэффициента корреляции называется коэффициентом определения.
Предел детектирования	Обнаруживаемый минимум отображает наименьшую концентрацию, которую можно качественно отличить от нуля с заданной степенью достоверности. Обнаруживаемый минимум в любом случае должен быть меньше точки градуировки, расположенной максимально внизу.
Предел чувствительности	Предел чувствительности отображает минимальную концентрацию, которую можно обнаружить с заданной степенью достоверности.
Предел количественного определения	Предел количественного определения отображает наименьшую концентрацию, которую можно качественно отличить от нуля с заданной степенью достоверности.

3.6.5 Дополнительные расчеты

Для любых измерений, при которых выполняются многократные инъекции, рассчитываются и отображаются среднее значение (СЗ), стандартное отклонение (СО) и коэффициент вариации (КВ). Для каждой пробы можно проводить не более десяти измерений.

Выбор промахов

Аналитическое программное обеспечение может автоматически выбирать промахи. Для этого пользователь может указать в методе верхний предел для коэффициента вариации или даже для стандартного отклонения.

Анализатор проводит установленное в методе минимальное количество измерений. Если по завершении измерений разброс измеренных значений выше установленного максимально значения (СО или КВ), дополнительные инъекции из той же пробы проводятся до тех пор, пока не будет достигнуто заданное максимальное количество измерений.

После каждого измерения программа определяет для всех комбинаций измерений коэффициенты вариации или стандартное отклонение. Если коэффициент вариации или стандартное отклонение как минимум одной комбинации меньше заданного максимального значения, следующее измерение не производится.

Программа определяет результат анализа по комбинации значений измерения с наименьшим коэффициентом вариации или наименьшим стандартным отклонением. Не использованные измерения рассматриваются как промахи и вычеркиваются.

При одновременном определении содержания углерода и азота промахи для каждого параметра выбираются по отдельности.

Среднее значение

Среднее значение конечного результата рассчитывается по концентрациям, вычисленным для единичных определений, после исключения промахов.

3.7 Холостые сигналы

3.7.1 Холостые сигналы воды

Холостой сигнал воды, используемой для приготовления растворов

Учитывать содержание ТОС в воде для приготовления стандартных растворов следует, в частности, для измерений при низких концентрациях ТОС (в диапазоне мкг/л). Зачастую концентрация стандартного раствора и холодной сигнал ТОС воды для приготовления растворов одного и того же порядка. Холодовой сигнал можно учитывать при градуировке.

Содержание ТОС в воде для приготовления растворов измеряется отдельно перед градуировкой. Затем программа вычитает определенный для воды для приготовления растворов средний интеграл для каждой точки измерения при градуировке, из рассчитанного промежуточного интеграла.

$$I_{\text{Netto}} = I_{\text{Brutto}} - I_{\text{вода для приготовления растворов}}$$

Программа определяет градуировочную характеристику по чистым интегралам. Математически это соответствует параллельному сдвигу градуировочной характеристики.

Программа учитывает холодной сигнал воды для приготовления растворов также и при определении коэффициента поправки раствора в день установки титра.

Фоновое значение разбавителя

Если требуется разбавление пробы, то интерес представляет холодной сигнал воды для разбавления. Данное значение можно определить отдельно или ввести в программу вручную. Программа учитывает фоновое значение разбавителя при расчете концентрации разбавленных проб.

Со временем фоновое значение разбавителя может изменяться, и поэтому его следует определять заново до начала серии измерений. В противном случае программа будет использовать последнее значение.

Для фонового значения разбавителя в программе всегда указывается относительное значение 1 ml.

Применение фонового значения разбавителя

Для каждого измерения по фоновому значению разбавителя, используемому объему пробы и степени разбавления программа рассчитывает фактический интеграл воды для разбавления (I_{VdBW}). Потом программа вычитает интеграл воды для разбавления (I_{VdBW}) из промежуточного интеграла, полученного экспериментальным путем (I_{Roh}).

$$I_{\text{VdBW}} = V_{\text{dBW}} \times (V_{\text{Probe}} - N_{\text{p}}/N_{\text{v}} \times V_{\text{Probe}})$$

$$I_{\text{eff}} = I_{\text{Roh}} - I_{\text{vdBW}}$$

V_{dBW} : Фоновое значение разбавителя

V_{Probe} : Объем пробы

I_{eff} : Эффективный интеграл

N_p : Количество единиц первичной пробы

N_v : Количество единиц разбавления

I_{Roh} : Промежуточный интеграл

I_{vdBW} : Интеграл воды для разбавления

Указание степени разбавления

Части первичной пробы: на общую часть (например, 10 частей на 100 частей).

Это означает, что 10 мл первичной пробы разбавляются водой до общего объема 100 мл.

Для разбавления в отношении 1:1 получается $I_{\text{vdBW}} = 0$

Расчет концентрации пробы

В расчет концентрации пробы с включается используемый объем пробы и степень разбавления:

$$c = m/V_{\text{Probe}} \times N_v/N_p$$

Для линейной градуировочной характеристики получается следующая формула:

$$c = (k_1 \times I_{\text{eff}} + k_0)/V_{\text{Probe}} \times N_v/N_p$$

Когда пользователь разбавляет пробу и вносит степень разбавления в программу, программа автоматически рассчитывает концентрацию неразбавленной первичной пробы и выдает ее в аналитическом отчете.

3.7.2 Холостой сигнал элюата

Холостой сигнал элюата представляет собой специальный холостой сигнал для проб из валидации процессов очистки или производства элюатов. Он соответствует содержанию ТОС в ультрачистой воде, использованной, например, для экстрагирования/элюирования тампонов.

Холостой сигнал элюата является неизменяемым параметром метода. Пользователь может активировать или деактивировать холостой сигнал элюата в методе. Опционально он может определить холостой сигнал элюата отдельно и вручную внести его в программу.

Со временем холостой сигнал может изменяться, и поэтому его следует определять заново до начала серии измерений. В противном случае программа будет использовать последнее значение.

Для холостого сигнала элюата всегда указывается относительное значение 1 ml.

При проведении градуировки холостой сигнал элюата не учитывается. Градуировка выполняется с использованием обычных стандартных растворов, для которых учитывается лишь холостой сигнал воды для приготовления растворов.

При измерении пробы с использованием так называемого элюационного метода программа автоматически вычитает интеграл холостого сигнала из интеграла измерения пробы.

$$I_{\text{eff}} = I_{\text{Roh}} - I_{\text{Eluatblindwert}}$$

I_{eff} : Эффективный интеграл

I_{Roh} : Промежуточный интеграл

$I_{\text{Eluatblindwert}}$: Холостой сигнал элюата

3.7.3 Фоновое значение лодочки

Для методов твердых проб пользователь может определить фоновое значение лодочки. Для этого он помещает порожнюю лодочку или лодочку с добавками для пробы в печь для сжигания и анализирует ее.

Опционально пользователь может определить фоновое значение лодочки отдельно и ввести результат в аналитическое программное обеспечение.

Со временем фоновое значение лодочки может изменяться, и поэтому его следует определять заново до начала серии измерений. В противном случае программа будет использовать последнее значение.

3.8 Проверка пригодности системы

В фармацевтической промышленности тесты на пригодность системы предназначены для валидации аналитических методов и устройств с целью документирования пригодности выбранного метода.

Для анализа ТОС в области ультрачистой воды для фармацевтических целей, как например, вода для инъекций (WFI, Wasser für Injektionen), определяется скорость возврата концентрации трудно окисляемого соединения по сравнению с легко окисляемым соединением.

Стандартные растворы и их концентрации задаются в фармакопеях, например, в Европейской фармакопее или Фармакопее США (USP). Сахароза задается как легко окисляемое, а п-бензохинон – как трудно окисляемое соединение. Соотношение скорости возврата концентрации п-бензохинона к скорости возврата концентрации сахарозы должно составлять 85 ... 115 %. Только тогда выбранный метод пригоден к применению.

Процедура:

- ▶ Приготовить эталонный раствор из сахарозы и воды ТОС в концентрации 500 µg/l. Это соответствует концентрации сахарозы 1,19 mg/l.
- ▶ Для анализа пригодности системы приготовить раствор из п-бензохинона и воды ТОС, который тоже имеет концентрацию 500 µg/l. Это соответствует концентрации п-бензохинона 0,75 mg/l.
- ▶ Определить концентрацию ТОС в эталонном растворе, растворе для анализа пригодности системы и в воде ТОС в выбранном режиме (прямой или разностный метод).

Эффективность системы в процентах рассчитывается по следующей формуле:

$$E = (r_{ss} - r_w) / (r_s - r_w) \times 100$$

E: Эффективность системы в %

r_s : ТОС эталонного раствора (сахароза)

r_{ss} : ТОС раствора для анализа пригодности системы (п-бензохинон)

r_w : ТОС используемой воды ТОС (холостой сигнал воды для приготовления растворов)

4 Установка и ввод в эксплуатацию

4.1 Условия установки

4.1.1 Условия окружающей среды

- Этот лабораторный прибор предназначен для использования внутри помещений.
- Не допускайте попадания на устройство прямых солнечных лучей и тепла, излучаемого радиаторами отопления. При необходимости обеспечьте кондиционирование воздуха в помещении.
- На месте установки не должно быть пыли, сквозняков и едких паров.
- В воздухе помещения по возможности не должно быть ТОС и NO_x.
- Не допускайте толчков и возникновения вибраций.
- Не размещайте устройство вблизи от источников электромагнитных помех.
- Устанавливайте прибор на поверхность, устойчивую к высоким температурам и действию кислот.
- Устройство устанавливается таким образом, чтобы обеспечить хороший доступ к нему со всех сторон.
- Держите прорези для вентиляции свободными и не закрывайте их другими устройствами.

К климатическим условиям рабочего помещения предъявляются следующие требования:

Рабочая температура	+10 ... 35 °C (рекомендуется кондиционирование воздуха)
Максимальная влажность воздуха	90 % при 30 °C
Атмосферное давление	0,7 ... 1,06 bar
Температура хранения	5 ... 55 °C
Влажность воздуха при хранении	10 ... 30 % (используйте средство для осушения)
Высота эксплуатации (максимальная)	2000 m

4.1.2 Схема устройства и необходимая площадь

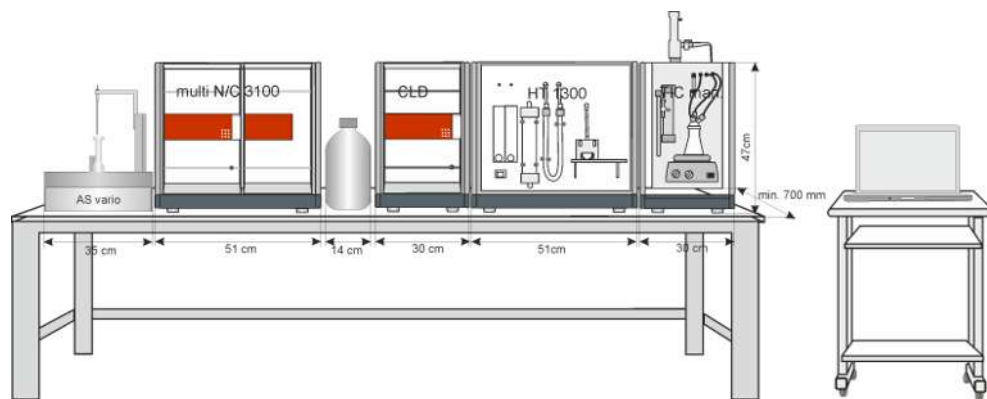
Базовое устройство и его модули выполнены в виде настольных приборов. Требуемая площадь рассчитывается с учетом всех компонентов, используемых на месте измерения.

Другие компоненты места измерения:

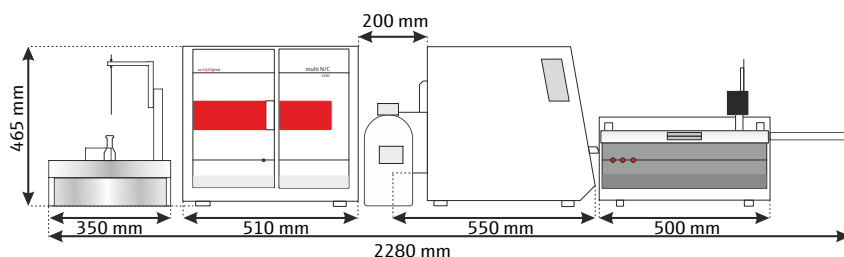
- ПК, монитор и принтер можно разместить на приставном столике.
- Устойчивый к кислотам контейнер для отходов размещается на столе или под столом.
- Автосамплеры AS 10e и AS 21hr крепятся на правой боковой стенке базового устройства. В качестве альтернативы автосамплеры можно размещать рядом с устройством.
- Автосамплеры AS vario, AS vario ER и EPA Sampler следует устанавливать с левой стороны устройства.
В модели multi N/C pharma HT эти автосамплеры должны располагаться справа от устройства.

- Детектор азота CLD устанавливается с правой стороны базового устройства. В модели multi N/C pharma HT детектор азота должен располагаться слева от устройства.
- Детектор азота ChD (ок. 0,5 kg) установлен в базовое устройство.
- Встроенный модуль твердых проб (Swab-Test Module) крепится на левой боковой стенке базового устройства.
- HT 1300 и ручной модуль твердых проб TIC размещаются с правой стороны базового устройства. Модуль твердых проб HT 1300 можно установить передней стороной или левой стороной вперед.
- Автосамплер твердых проб FPG 48 размещается перед модулем твердых проб HT 1300.

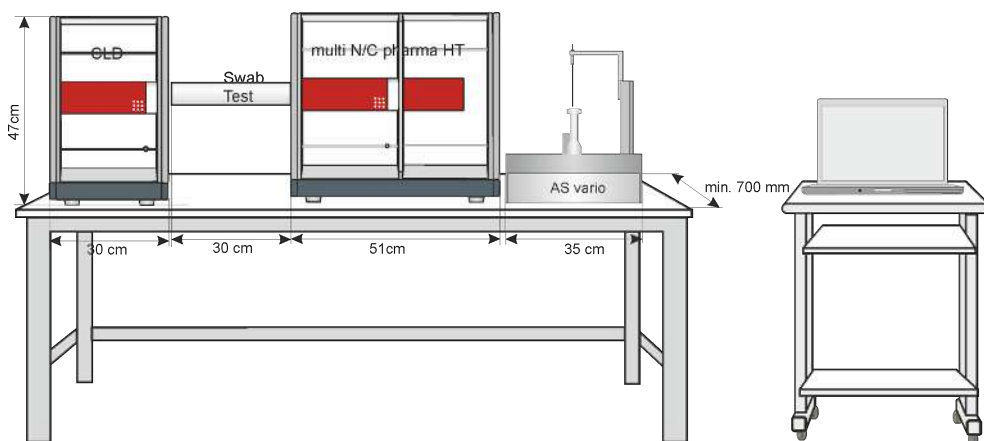
Компонент	Размеры (ширина x высота x глубина)	Вес
Базовое устройство	513 x 464 x 550 mm	30 kg
Модульная аналитическая система multi N/C 3100 duo (базовое устройство + автосамплер AS vario ER + модуль твердых проб HT 1300 автосамплер FPG 48)	2215 x 550 x 650 mm (как минимум)	85 kg
Автосамплер AS 10e	260 x 390 x 320 mm	4,5 kg
Автосамплер AS 21hp	260 x 390 x 320 mm	4,5 kg
Автосамплеры AS vario, AS vario ER	350 x 470 x 400 mm	15 kg
EPA Sampler	500 x 560 x 400 mm	15 kg
Детектор азота CLD	300 x 470 x 550 mm	12,5 kg
Swab-Test Module	300 x 80 x 80 mm	3 kg
Модуль твердых проб HT 1300	510 x 470 x 550 mm	22 kg
Автосамплер FPG 48	500 x 460 x 650 mm	20 kg
Ручной модуль твердых проб TIC	300 x 470 x 550 mm	10 kg



Изобр. 19 Занимаемая площадь multi N/C 3100 с модулями



Изобр. 20 Требуемая площадь для модульной аналитической системы multi N/C 3100 duo



Изобр. 21 Занимаемая площадь multi N/C pharma HT с модулями

4.1.3 Электроснабжение



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Опасность поражения электрическим током

- Прибор разрешается подключать только к заземленной соответствующим образом розетке с напряжением, соответствующим указанному на заводской табличке.
- Запрещается использовать переходники на сетевой подводке.

Прибор питается от однофазной сети переменного тока.

Монтаж лабораторного электрооборудования должен выполняться в соответствии со стандартом DIN VDE 0100. Подаваемый в точке подключения электрический ток должен соответствовать стандарту IEC 60038.

4.1.4 Газоснабжение

Пользователь несет ответственность за подачу газа с использованием соединений и редукторов давления.

Соединительная гибкая трубка входит в объем поставки:

- Наружный диаметр 6 mm
- Внутренний диаметр 4 mm

4.2 Распаковка и установка устройства

Устройство доставляется перевозчиком непосредственно до окончательного местоположения устройства. При доставке этой компанией необходимо обеспечить присутствие лица, ответственного за настройку устройства.

Обязательно необходимо, чтобы все лица, которые, как предполагается, будут осуществлять эксплуатацию устройства, присутствовали на инструктаже, проводимом сервис-техником.

Выполнять установку, монтаж и устройства разрешается только сервисной службе компании Analytik Jena или обученному квалифицированному персоналу, авторизованному компанией Analytik Jena.

При установке и вводе в эксплуатацию устройства соблюдайте указания раздела «Указания по технике безопасности». Соблюдение этих указаний по технике безопасности — гарантия бесперебойной установки и эксплуатации вашего рабочего места. Соблюдайте все предупреждения и инструкции, прилагаемые к самому устройству или отображаемые аналитическим программным обеспечением.

Для обеспечения бесперебойной работы убедитесь, что соблюдаются условия установки.

4.2.1 Установка анализатора, ввод в эксплуатацию

После первого запуска может случиться, что Вы снова захотите перевезти устройство или поставить его на хранение. Повторный запуск анализатора производится следующим образом. Analytik Jena всегда рекомендует поручать установку сервисной службе.

- ▶ Осторожно извлечь базовое устройство, принадлежности и дополнительные приставки из транспортной упаковки. Сохранить транспортную упаковку для последующей транспортировки.
- ▶ Поставить анализатор на предусмотренное для него место.
- ▶ Убрать скотч с дверец и боковин.
- ▶ Убрать скотч с верхней панели. Снять верхнюю панель.
- ▶ Открыть левую боковину:
 - Выкрутить четыре крепежных винта. Винты не выпадают и остаются в панели.
 - Отсоединить заземляющий провод. Отложить боковину в надежное место.
- ▶ Удалить весь оставшийся скотч и защитные пакеты.
- ▶ Установить печь для сжигания.
- ▶ Смонтировать конденсационный змеевик внутри устройства.
- ▶ Заполнить трубку для сжигания. Установить трубку для сжигания в печь для сжигания.
- ▶ Снова закрыть левую боковину анализатора:
 - Подсоединить заземляющий провод к контакту на боковине.
 - Вкрутить винты сначала в нижней, а затем в верхней части. Поочередно затянуть винты.
- ▶ Открыть переднюю дверцу.
- ▶ Установить поглотитель галогенов и влагопоглотители.
- ▶ Смонтировать конденсационный сосуд TIS на передней панели.

- ▶ Подсоединить иглы к гибким трубкам АА и 7. Затянуть соединения Fingertight усилием руки.
- ▶ Снова установить верхнюю панель печи.
- ▶ Установить реактивную склянку поддоном в анализатор.
- ▶ Закрыть дверцы анализатора.
- ✓ Устройство установлено.

См. также

📄 Техническое обслуживание и уход [▶ 91]

4.2.1.1 Подключение анализатора

Гнездо электропитания и точки подключения рабочих сред расположены на задней панели анализатора.

Назначение точек подключения приведено на схеме, расположенной по центру панели.



Изобр. 22 Задняя панель устройства

- | | |
|---|---|
| 1 Главный выключатель power switch | 2 Отсек для сетевого предохранителя FUSE |
| 3 Гнездо электропитания main plug | 4 Точка подключения газа "analyte" |
| 5 Точка подключения газа "pump" | 6 Точка подключения газа "CLD" |
| 7 Трубка-мостик для подключения газа к модулю POC | 8 Точка подключения газа-носителя "O ₂ /Air" |
| 9 Точка подключения модуля POC (по заказу) | 10 Точка подключения нулевого провода автосамплера |
| 11 Отходы "waste" | 12 RS 232 Интерфейс для автосамплера "sampler" |
| 13 RS 232 Интерфейс для CLD и модулей анализа твердых проб "CLD/HT" | 14 USB 2.0 Интерфейс "PC" |

Подключение к сети



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения чувствительной электроники

- Подключать устройство и другие компоненты к сети только в выключенном состоянии.
- Подсоединять и отсоединять электрические кабели к компонентам системы только в выключенном состоянии.



ПРИМЕЧАНИЕ

Повреждения электроники в результате попадания конденсата

Большая разница температур может привести к образованию конденсата, в результате возможно повреждение электроники устройства.

- После хранения или транспортировки устройства в более холодную среду следует дать ему акклиматизироваться при комнатной температуре в течение не менее одного часа перед включением.
- ▶ Вставить сетевой кабель в гнездо электропитания на задней панели анализатора.
 - ▶ Вставить штепсельную вилку в розетку с защитным контактом.
 - ▶ Пока не включать устройство.

Подключение газов

За обеспечение точки подключения газа в лаборатории отвечает эксплуатационник. Удостоверьтесь, что установленное редуктором давление на входе установлено на значение 400 ... 600 kPa.

- ▶ Подключить газ-носитель. Для этого подсоединить соединительную трубку из объема поставки к редуктору системы подачи газа.
- ▶ Подсоединить трубку газа-носителя к точке подключения газа "O₂/Air" на задней панели устройства.
 - Для этого подсоединить трубку к быстросъемному соединителю.
 - Чтобы позже снова отсоединить трубку, отжать красное кольцо назад и извлечь гибкую трубку из соединения.

Соединение дополнительных принадлежностей



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Опасность химического ожога концентрированными кислотами

Концентрированные кислоты очень агрессивные и отчасти являются сильными окислителями.

- При обращении с концентрированными кислотами носить защитные очки и защитную спецодежду. Работать под вытяжным устройством.
- Выполнять все указания и предписания, приведенные в паспортах безопасности.

Порядок соединения реактивной склянки и дополнительных принадлежностей

- ▶ Подсоединить гибкую трубку для отходов к точке подключения "waste" на задней стенке анализатора. Вставить свободный конец трубки в соответствующую емкость для отходов.
- ▶ Открыть переднюю дверцу на анализаторе.
- ▶ Заполнить реактивную склянку фосфорной кислотой (10 %). Установить склянку поддоном в анализатор.
- ▶ Подсоединить трубки 4 и АС к реактивной склянке с фосфорной кислотой.
 - ✓ Пуско-наладка анализатора завершена.

4.3 Подключение дополнительных принадлежностей



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения чувствительной электроники

- Подключать устройство и другие компоненты к сети только в выключенном состоянии.
- Подсоединять и отсоединять электрические кабели к компонентам системы только в выключенном состоянии.

4.3.1 Автосамплер AS 10e и AS 21hp

Автосамплер AS 10e

Автосамплер оснащен вращающимся лотком для проб, вмещающим 10 сосудов для проб объемом 50 ml. Можно также использовать сосуды для проб объемом 40 ml.



Изобр. 23 Автосамплер AS 10e

В автосамплер можно установить две иглы. Это позволяет автосамплеру автоматически выполнять продувку проб для анализа NPOC.

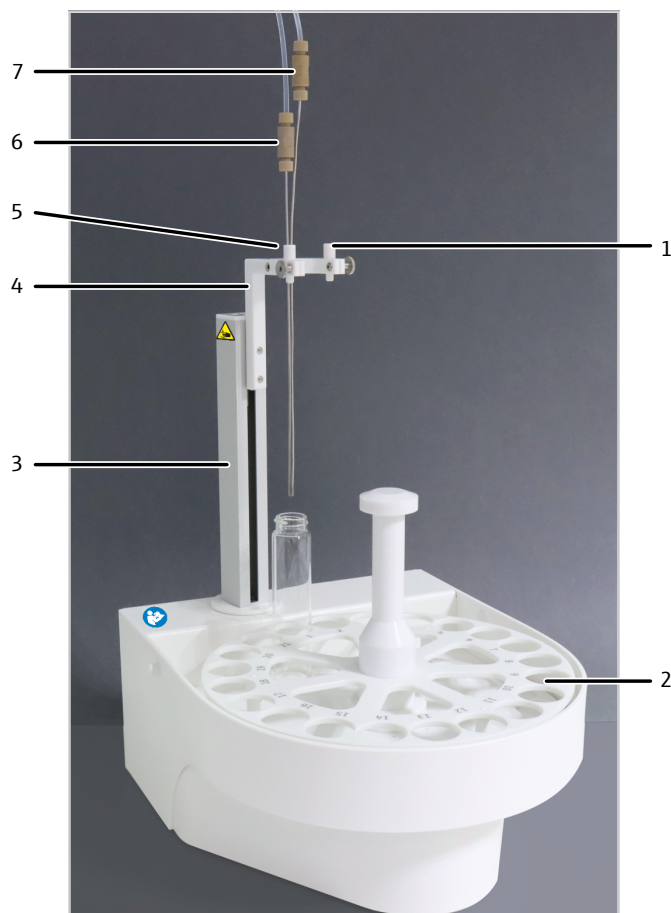
При **анализе NPOC** проба подкисляется разбавленной кислотой вне анализатора до значения pH <2. Путем продувки газом-носителем автосамплер удаляет из пробы легколетучие органические соединения, а также CO₂. Затем анализатор определяет количество оставшегося органического углерода.

При анализе NPOC автосамплер работает **последовательно**:

- Сначала с помощью продувки автосамплер удаляет из пробы легколетучие органические соединения и CO₂.
- На втором этапе автосамплер осуществляет забор подготовленной пробы и передает ее через всасывающую трубку в анализатор.

Автосамплер AS 21hr

Автосамплер оснащен вращающимся лотком для проб, вмещающим 21 сосудов для проб объемом 50 ml. Можно также использовать сосуды для проб объемом 40 ml.

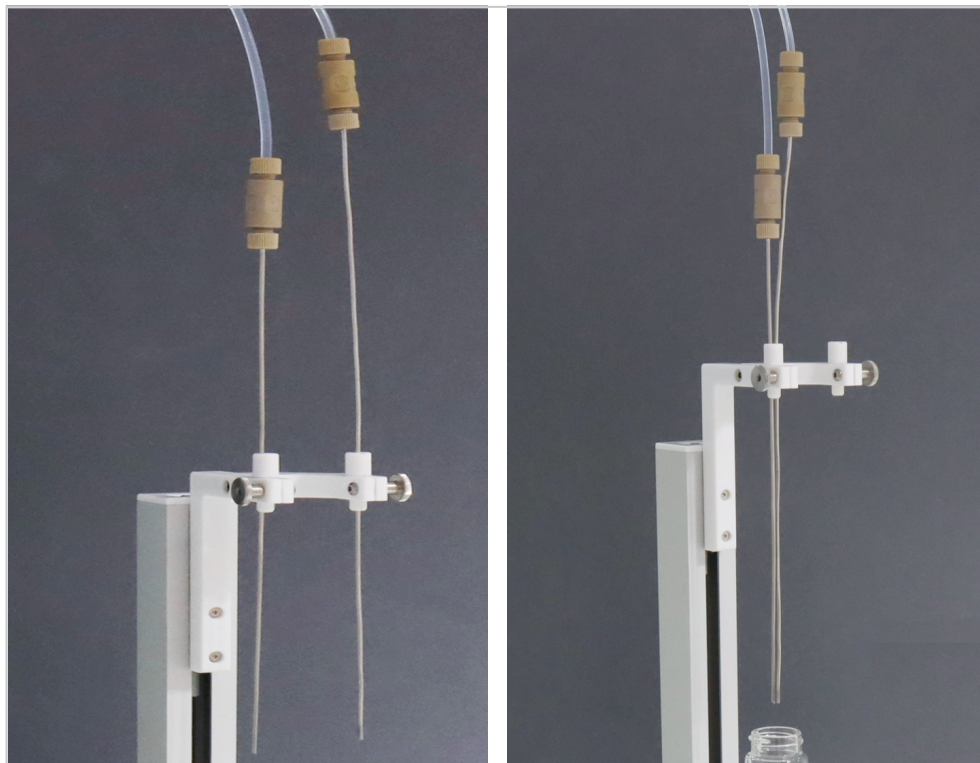


Изобр. 24 Автосамплер AS 21hr

- | | |
|---|---|
| 1 Втулка (с 1 отверстием) для крепления иглы для продувки | 2 Лоток для проб (вращающийся, 21 проба) |
| 3 Рычаг автосамплера с поворотной откидной колонкой | 4 Держатель игл |
| 5 Втулка (с 2 отверстиями) | 6 Игла для всасывания пробы с резьбовым соединением |
| 7 Игла для продувки с резьбовым соединением | |

В автосамплер можно установить две иглы. Это позволяет автосамплеру автоматически выполнять продувку проб для анализа NPOC.

Автосамплер поставляется с держателем для двух игл. Держателем две иглы удерживаются на расстоянии друг от друга. Это позволяет автосамплеру осуществлять всасывание одной пробы и параллельно выдувать вторую (**параллельная продувка**). В качестве опции при анализе NPOC автосамплер может работать последовательным образом.



Изобр. 25 **Параллельная продувка (слева) и последовательная продувка (справа)**

Автосамплер оборудован интегрированной магнитной мешалкой. Магнитная мешалка автоматически гомогенизирует пробы, содержащие частицы, перед забором пробы. Скорость перемешивания можно задать в программе multiWin – Метод – Параметры процесса.

Эксплуатация автосамплера

Оба автосамплера можно прикрепить к правой стороне анализатора с помощью прилагаемого держателя. В качестве альтернативы автосамплеры можно разместить рядом с анализатором.



Изобр. 26 **Автосамплер, прикрепленный к анализатору с помощью держателя**

Внешний блок питания обеспечивает автосамплер рабочим напряжением (24 V DC). У автосамплера нет сетевого выключателя. Подключение к анализатору осуществляется через интерфейс RS 232, расположенный на нижней стороне автосамплера.

Защитная крышка (опция)

Защитная крышка предлагается в качестве дополнительной принадлежности для обоих автосамплеров. Она защищает отсек для проб от воздействия окружающей среды в лаборатории.

4.3.1.1 Установка автосамплера и ввод в эксплуатацию



ОСТОРОЖНО

Опасность травмирования подвижными частями

В зоне движения рычага автосамплера возможно получение травм. Например, защемление рук или пальцев.

- Во время работы держитесь на безопасном расстоянии от автосамплера.



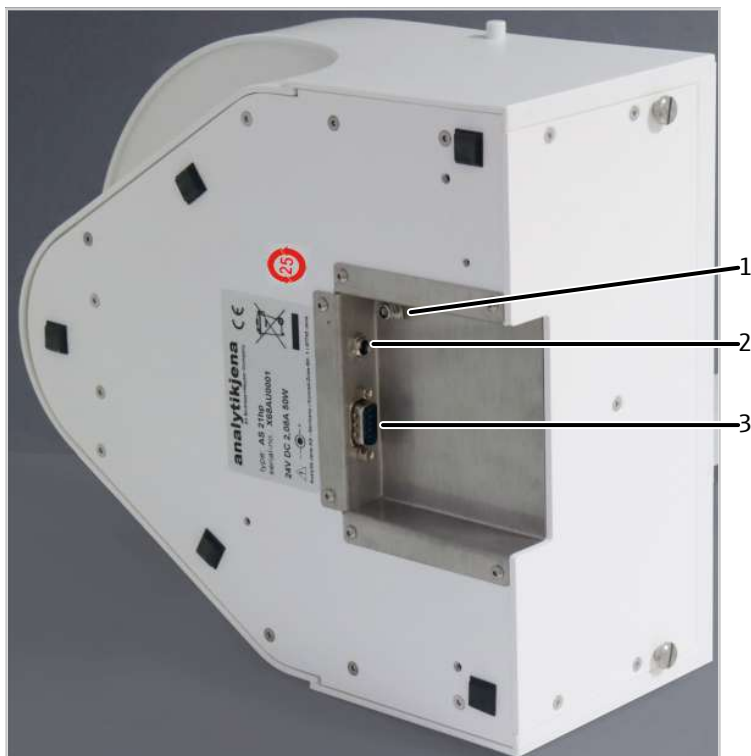
ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения прибора

Если во время эксплуатации движение рычага автосамплера окажется заблокировано, возможно повреждение приводов.

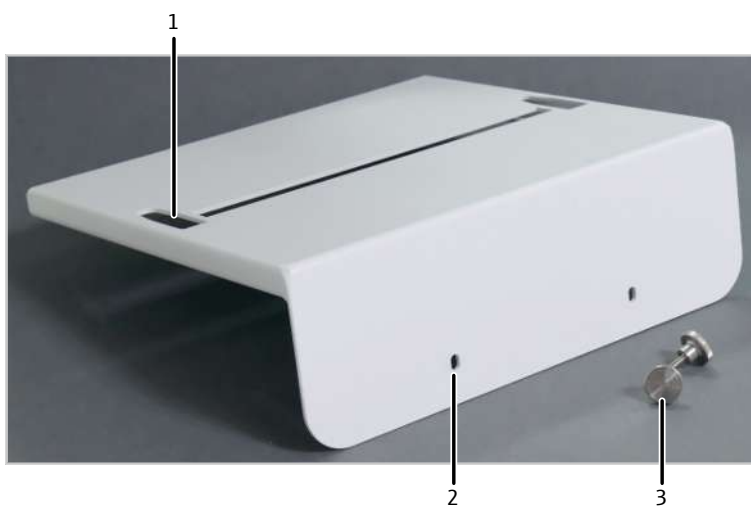
- Не касайтесь рычага автосамплера в время работы.
- Выполняйте ручную регулировку оборудования только в выключенном состоянии.

- ▶ Перед установкой автосамплера отключить анализатор.
- ▶ Подсоединить защитный провод к разъему на задней стороне анализатора. Подключить защитный провод к разъему на нижней стороне автосамплера.
- ▶ Подсоединить кабель со стороны низкого напряжения внешнего блока питания к разъему на нижней стороне автосамплера. Пока не подключать блок питания к сети.
- ▶ Подключить автосамплер к анализатору с помощью интерфейсного кабеля (интерфейс на нижней стороне автосамплера и интерфейс "sampler" на обратной стороне анализатора).



Изобр. 27 Разъемы на нижней стороне автосамплера

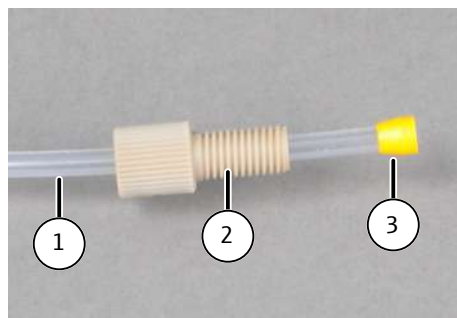
- 1 Точка подключения кабеля для выравнивания потенциалов (защитный провод)
 - 2 Точка подключения сетевого кабеля
 - 3 Интерфейс анализатора
- Держателем закрепить автосамплер на боковой стенке анализатора.
- Двумя рифлеными винтами прикрутить держатель к правой стороне анализатора.
 - Закрепить автосамплер в держателе. Для этого вставить оба рифленых винта в прорези держателя на задней стороне автосамплера.



Изобр. 28 Держатель

- 1 Прорезь для подвешивания автосамплера
- 2 Отверстие для крепления анализатора
- 3 Рифленый винт

- ▶ **Другой вариант:** Поставить автосамплер слева рядом с анализатором.
- ▶ Установить лоток для проб на автосамплер. Удостовериться, что зафиксировался щелчком.
- ▶ Установить виалу для пробы в позицию 1 лотка для проб.
Только для автосамплера AS 21hr: Поместить стержень магнитной мешалки в виалу для пробы.
- ▶ Установить иглы в держатель игл. Для этого пропустите обе иглы через втулку с двумя отверстиями (для последовательной продувки).
- ▶ Вручную отрегулировать высоту игл таким образом, чтобы их наконечники находились на 1-2 см выше края виалы, когда рычаг автосамплера находится в самом верхнем положении, и не касались виал при повороте лотка для проб.
- ▶ Зафиксировать иглы, слегка затянув рифленую гайку.
- ▶ Подсоединить гибкие трубки анализатора к иглам, используя соединительные узлы Fingertight:
 - Гибкая трубка AA – гибкая трубка для всасывания пробы
 - Гибкая трубка 7 – трубка для продувки для измерений NPOC
 - Для этого пропустить гибкую трубку через полый винт (см. рис.).
 - Надеть коническое уплотнение на гибкую трубку конусом по направлению к полному винту. Уплотнительный конус и конец трубки должны быть заподлицо.
 - Снова затянуть соединительный узел Fingertight.



Изобр. 29 **Соединительный узел Fingertight**

- | | |
|-------------------------|--------------|
| 1 Гибкая трубка | 2 Полый винт |
| 3 Коническое уплотнение | |

- ▶ Подключить блок питания к сети.

Проверка и изменение конфигурации

- ▶ Включить анализатор. Запустить программу multiWin и выполнить инициализацию аналитической системы.
- ▶ Проверить конфигурацию прибора с помощью команды меню **Instrument | System-Information** в окне **multiWin set-up info**.
- ▶ При необходимости изменить конфигурацию:
 - Завершить работу программы multiWin.
 - В интерфейсе Windows запустить инструмент установки: **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - В списке **Sampler** выбрать тип автосамплера.
 - Выйти из окна **multiWin set-up tool**, нажав кнопку **[Create]**.
 - Запустить программу multiWin и выполнить инициализацию аналитической системы.

- Командой меню **Configuration | Edit options** открыть окно **Options**. Перейти во вкладку **Analyzer components**.
- В группе **Sampler** выбрать подходящий размер планшета и виал.
- ▶ Выйти из окна, нажав кнопку **[OK]**.

Юстировка автосамплера

Во время настройки выполняется регулировка игл относительно лотка для проб, чтобы обеспечить их оптимальное погружение в сосуды для проб. Настройка должна выполняться при вводе в эксплуатацию, а также после переоборудования прибора, транспортировки или хранения.

- ▶ Отъюстировать глубину погружения игл в виалу (ось z) с программной поддержкой.
 - С помощью команды меню **Instrument | Sampler Alignment** открыть одноименное окно.

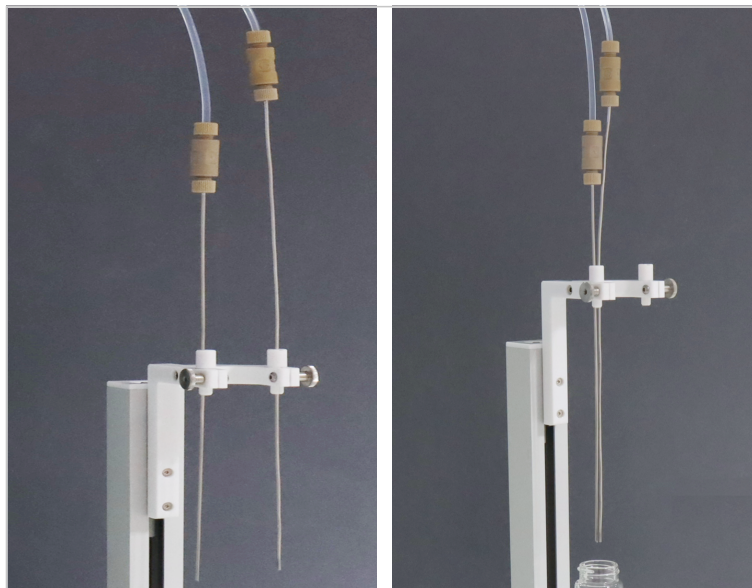
multiWin Demo-Version - Alignment - sampler

Изобр. 30 Окно Alignment - sampler

- В группе **Please select position needing adjustment** выбрать запись **Position 1**.
- Нажать кнопку **[Position 1 adjust]**. Кронштейн автосамплера опускает иглы в виалу на позиции 1.
- При необходимости увеличить или уменьшить значения по оси z. После каждого изменения нажимать кнопку **[Position 1 adjust]**, чтобы проверить изменение.
- Удерживать автосамплер AS 21hr на расстоянии примерно 0,5 см от стержня магнитной мешалки, чтобы стержень мог беспрепятственно двигаться и не повреждал иглу.
- Если настройка завершена, закрыть окно, нажав кнопку **[Save]**.
- ✓ Автосамплер готов к работе.

4.3.1.2 Переоборудование для параллельной продувки (AS 21hr)

Автосамплер AS 21hr оснащен держателем игл, который может вмещать две иглы и удерживать их на расстоянии друг от друга. Автосамплер можно легко переоборудовать для функции "параллельная продувка", переставив иглы.



Изобр. 31 Параллельная продувка (слева) и последовательная продувка (справа)

- ▶ Вставить иглы в обе позиции держателя, как показано на рисунке (слева). Зафиксировать иглы, лишь слегка затянув рифленные винты.
- ▶ Установить две вials для проб в позиции 1 и 2 на лотке для проб под эти две иглы.
- ▶ Поместить в вials стержни магнитной мешалки.
- ▶ Вручную отрегулировать высоту игл таким образом, чтобы их наконечники находились на 1-2 см выше края вials, когда рычаг автосамплера находится в самом верхнем положении, и не касались вials при повороте лотка для проб.
- ▶ Зафиксировать иглы, слегка затянув рифленные гайки.
- ▶ Подсоединить гибкие трубки к иглам, используя соединительные узлы Fingertight:
Трубка для всасывания пробы AA – подсоединение к игле через позицию 1
Трубка для продувки для измерений NPOC 7 – подсоединение к игле через позицию 2
- ▶ Проверить конфигурацию и отъюстировать автосамплер. Установка автосамплера и ввод в эксплуатацию

См. также

📄 Установка автосамплера и ввод в эксплуатацию [▶ 48]

4.3.2 Автосамплер AS vario



ОСТОРОЖНО

Опасность травмирования подвижными частями

В зоне движения рычага автосамплера возможно получение травм. Например, защемление рук или пальцев.

- Во время работы держитесь на безопасном расстоянии от автосамплера.



ПРИМЕЧАНИЕ

Повреждения устройства в результате запуска с фиксаторами для транспортировки

При запуске устройства с установленными фиксаторами для транспортировки возможно повреждение приводов.

- Перед запуском снять фиксатор для транспортировки.



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения прибора

Если во время эксплуатации движение рычага автосамплера окажется заблокировано, возможно повреждение приводов.

- Не касайтесь рычага автосамплера в время работы.
- Выполняйте ручную регулировку оборудования только в выключенном состоянии.

Для автосамплера 6 предлагаются разные планшеты для проб. Для каждого планшета предусмотрен соответствующий держатель иглы. Перед забором пробы иглу(иглы) можно промыть изнутри путем всасывания пробы или ультрачистой воды.

Для модели AS vario ER предлагается 4 планшетов для проб.

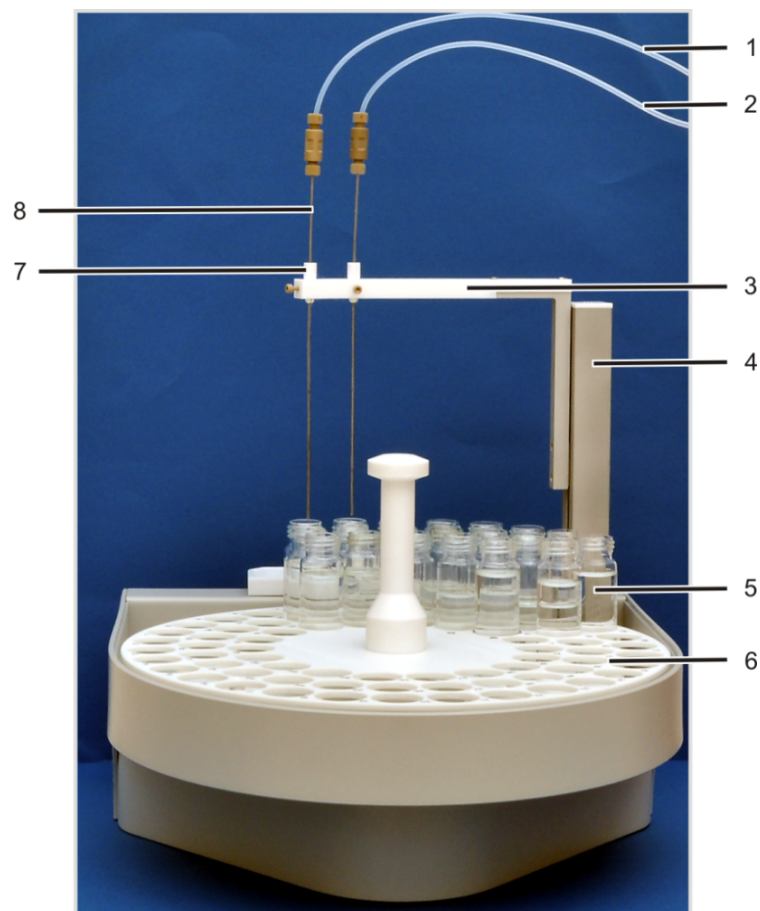
Лоток автосамплера

Макс. количество проб	Виала для пробы	AS vario	AS vario ER
20	100 ml	да	нет
47	12 ml + 50 ml	да	да
52	100 ml	да	нет
72	40 ml + 50 ml	да	да
100	20 ml	да	да
146	12 ml	да	да

Технические характеристики

Рабочее напряжение	24 V DC через внешний блок питания
Потребляемая мощность	50 VA
Сетевое напряжение внешнего блока питания	100 ... 240 V, 50/60 Hz (с автоматическим определением подключения)
Размеры (Ш x В x Г)	350 x 470 x 400 mm

Автосамплер размещается рядом с анализатором. Его можно оснастить 2 иглами.



Изобр. 32 Устройство автосамплера AS vario

- | | |
|---|---|
| 1 Соединительная гибкая трубка к анализатору (гибкая трубка для продувания при измерениях NPOC) | 2 Соединительная гибкая трубка к анализатору (гибкая трубка для всасывания пробы) |
| 3 Держатель иглы | 4 Рычаг автосамплера |
| 5 Виала для пробы | 6 Лоток автосамплера |
| 7 Втулка | 8 Игла |

Модель AS vario ER удобно применять, в частности, в том случае, когда требуется анализировать жидкие пробы с высоким содержанием твердых частиц. Модель оснащена дополнительной системой промывки игл, с помощью которой игла(иглы) промываются снаружи ультрачистой водой. При вводе в эксплуатацию автосамплера требуется дополнительно установить систему подачи ультрачистой воды для промывки игл. Она может использоваться для любых методов анализа, в частности, для определения NPOC с одновременным продуванием. При использовании других лотков для проб блок с сосудами для промывки просто снимается с автосамплера и меняется.

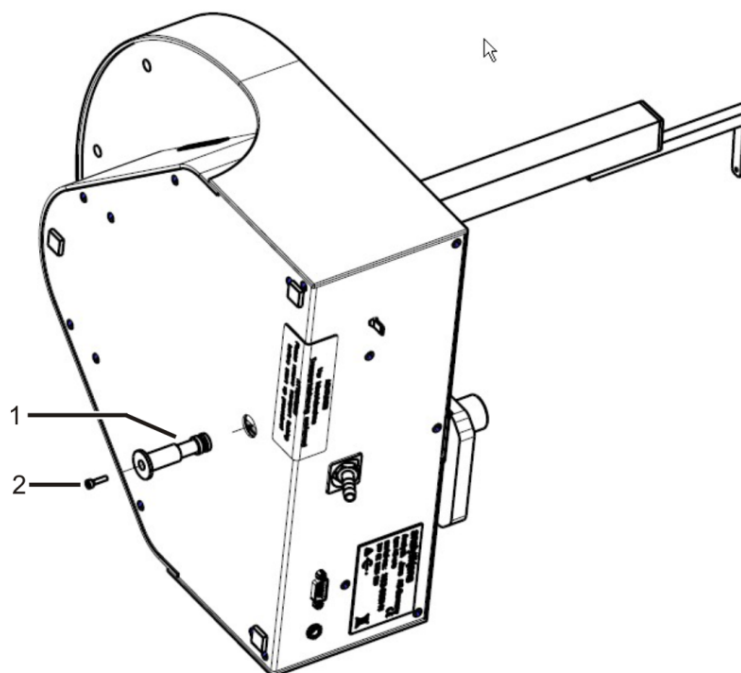


Изобр. 33 Устройство автосамплера AS vario ER

- | | |
|---|---|
| 1 Игла для соединения с гибкой трубкой для всасывания пробы | 2 Держатель игл (здесь с № 72) |
| 3 Лоток для проб для 72 | 4 Бутылка с ультрачистой водой |
| 5 Система промывки иглы | 6 Игла для соединения с гибкой трубкой для продувания при измерениях NPOC |

Демонтаж фиксатора для транспортировки

Автосамплер зафиксирован для транспортировки фиксирующим винтом на нижней панели. Фиксатор требуется сохранить для возможной транспортировки в будущем.



Изобр. 34 Фиксатор для транспортировки

- | | |
|--------------------------------|--------------|
| 1 Фиксатор для транспортировки | 2 Винт M3x12 |
|--------------------------------|--------------|
- Повернуть автосамплер на бок и положить в устойчивое положение.

Ввод автосамплера в эксплуатацию

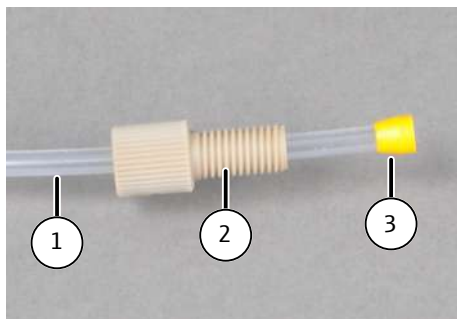
- ▶ Выкрутить винт торцовым шестигранным ключом, входящим в объем поставки. Удалить фиксатор для транспортировки (красная пластмассовая деталь).
- ▶ Снова поставить автосамплер на основание.
- ▶ Перед установкой автосамплера отключить анализатор.
- ▶ Подсоединить защитный провод к разъему на задней стороне анализатора. Подключить защитный провод к точке подключения на обратной стороне автосамплера.
- ▶ Подсоединить кабель со стороны низкого напряжения внешнего блока питания к точке подключения на обратной стороне автосамплера. Пока не подключать блок питания к сети.
- ▶ Подключить автосамплер к анализатору с помощью интерфейсного кабеля (интерфейс на обратной стороне автосамплера и интерфейс "sampler" на обратной стороне анализатора).
- ▶ Установить гибкую сливную трубку на отводной штуцер на обратной панели автосамплера. Вставить другой конец трубки в отверстие в крышке емкости для отходов.
- ▶ **i ПРИМЕЧАНИЕ!** Укладывать гибкую сливную трубку с непрерывным уклоном. При необходимости укоротить трубку. Гибкая трубка не должна погружаться в жидкость.
- ▶ Установить планшет для проб на автосамплер. Удостоверится, что зафиксировался щелчком.
- ▶ Проверить, установлен ли на кронштейне автосамплера нужный держатель игл. Для этого сравнить выгравированный на нижней стороне номер с макс. количеством виал для проб на лотке — они должны совпадать.
- ▶ Вставить иглы с соответствующей втулкой в держатель:
- ▶ Для измерений NPOC с одновременным продуванием: Вставить по одной игле с втулкой в обе позиции на держателе (Изобр. 32  54).
- ▶ Для измерений NPOC без одновременного продувания: Вставить обе иглы в одну втулку с двумя отверстиями в правую позицию (см. ниже, не предназначено для AS vario ER).



Изобр. 35 Втулка с двумя иглами для неодновременного продувания

- ▶ Вручную отрегулировать высоту игл таким образом, чтобы их наконечники находились на 1-2 см выше края виалы, когда рычаг автосамплера находится в самом верхнем положении, и не касались виал при повороте лотка для проб.
- ▶ Зафиксировать иглы, слегка затянув рифленую гайку.
- ▶ Подсоединить гибкие трубки анализатора к иглам, используя соединительные узлы Fingertight:
 - Гибкая трубка AA – гибкая трубка для всасывания пробы
 - Гибкая трубка 7 – трубка для продувки для измерений NPOC
 - Для этого пропустить гибкую трубку через полый винт (см. рис.).

- Надеть коническое уплотнение на гибкую трубку конусом по направлению к полному винту. Уплотнительный конус и конец трубки должны быть заподлицо.
- Снова затянуть соединительный узел Fingertight.



Изобр. 36 Соединительный узел Fingertight

- | | |
|-------------------------|--------------|
| 1 Гибкая трубка | 2 Полый винт |
| 3 Коническое уплотнение | |

Проверка и изменение конфигурации

- ▶ Подключить блок питания к сети.
- ▶ Включить анализатор. Запустить программу multiWin и выполнить инициализацию аналитической системы.
- ▶ Проверить конфигурацию прибора с помощью команды меню **Instrument | System-Information** в окне **multiWin set-up info**.
- ▶ При необходимости изменить конфигурацию:
 - Завершить работу программы multiWin.
 - В интерфейсе Windows запустить инструмент установки: **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - В списке **Sampler** выбрать тип автосамплера.
 - Выйти из окна **multiWin set-up tool**, нажав кнопку **[Create]**.
 - Запустить программу multiWin и выполнить инициализацию аналитической системы.
 - Командой меню **Configuration | Edit options** открыть окно **Options**. Перейти во вкладку **Analyzer components**.
 - В группе **Sampler** выбрать подходящий размер планшета и вials.
- ▶ Выйти из окна, нажав кнопку **[OK]**.

Установка системой промывки игл

Для каждого планшета для проб предлагается подходящий держатель игл и блок с сосуда для промывки. Планшет, держатель игл и блок промаркированы номером по максимальному количеству проб, например, 72.



Изобр. 37 Система промывки игл в модели AS vario ER

- 1 Точка подключения ультрачистой воды
 - 2 Точка подключения для отходов
 - 3 Съемный блок с сосудами для промывки
- ▶ Установить подходящий блок с сосудами для промывки на автосамплер.
 - Чтобы облегчить монтаж, смочить кольцо круглого сечения на блоке водой.
 - Двумя винтами с внутренним шестигранником закрепить блок на автосамплере.
 - ▶ Вкрутить вывод для ультрачистой воды в точку подключения (1) и погрузить конец гибкой трубки в бутылку с ультрачистой водой.
 - ▶ Вставить гибкую трубку для отходов в вывод (2). Погрузить конец гибкой трубки в емкость для отходов.
- i ПРИМЕЧАНИЕ!** Укладывать гибкую сливную трубку с непрерывным уклоном. При необходимости укоротить трубку. Гибкая трубка не должна погружаться в жидкость.
- ▶ Перед первым запуском отъюстировать автосамплер.

Активация системы промывки
игл для измерений

multiWin® Demo-Version - Create method

Method | Process parameters

Name: NPOC [Edit]

Fixed method criteria

Furnace: ☒ Vertical furnace ☐ Horizontal furnace

State: liquid

Parameter: ☐ TC ☐ IC ☒ NPOC ☐ NPOC(+) ☐ TOC ☐ POC ☐ TN

☐ Consideration eluate ☐ Addition of reagent

Variable method criteria

Dimension: Concentration: mg/l [Edit]

Repetitions: min. 3 max. 3

Determination	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Rinse cycles	3	1	1							
Reverse rinse	1									
2. Purging										
TIC Control										

[Comment] [Cancel] [Help] [Save]

Изобр. 38 Активация системы промывки игл в методе

- ▶ Создать новый метод.
- ▶ Активировать параметр **Reverse rinse** в поле **Variable method criteria**.
- ▶ Задать в таблице количество циклов промывки путем ввода числа ≥ 1 . В большинстве случаев достаточно одной операции промывки.

См. также

Юстировка AS vario автосамплера [▶ 93]

4.3.3 EPA Sampler



ОСТОРОЖНО

Опасность травмирования подвижными частями

В зоне движения рычага автосамплера возможно получение травм. Например, защемление рук или пальцев.

- Во время работы держитесь на безопасном расстоянии от автосамплера.



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения прибора

Если во время эксплуатации движение рычага автосамплера окажется заблокировано, возможно повреждение приводов.

- Не касайтесь рычага автосамплера в время работы.
- Выполняйте ручную регулировку оборудования только в выключенном состоянии.

В автосамплере доступна функция прокола септы на виалах для проб с крышкой. Автосамплер может оснащаться 1 ... 2 иглами.

Специальная модель POC Sampler предназначена для измерений POC. Модель используется в сочетании с модулем POC для автоматической работы (POC-Modul "automatic"). Для этого автосамплер оснащается 1 специальной иглой.

Технические характеристики

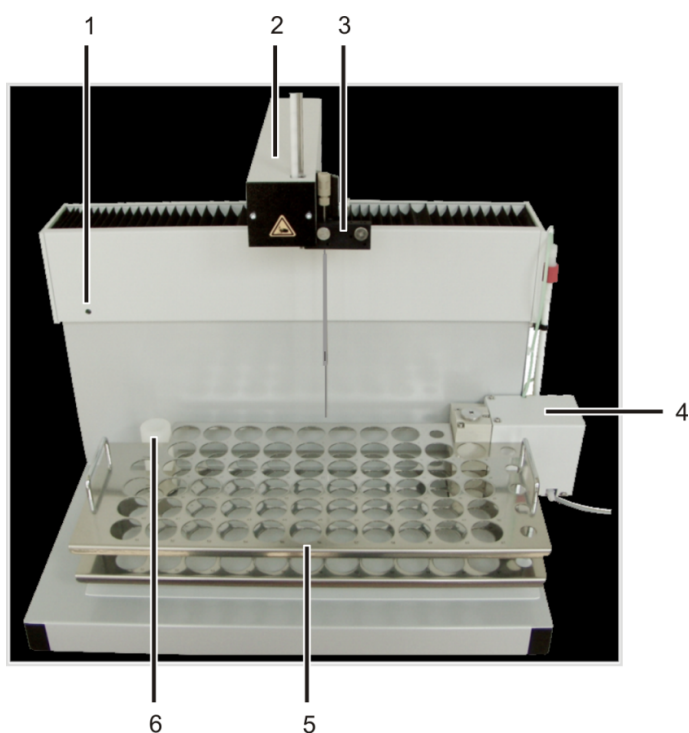
Максимальное количество проб	64
Максимальное количество проб (POC Sampler)	61
Виалы для пробы	40 ml
Рабочее напряжение	24 V DC, через внешний блок питания
Потребляемая мощность	30 VA
Сетевое напряжение внешнего блока питания	100 ... 240 V, 50/60 Hz (с автоматическим определением подключения)
Размеры (Ш x В x Г)	500 x 560 x 400 mm

Конструкция



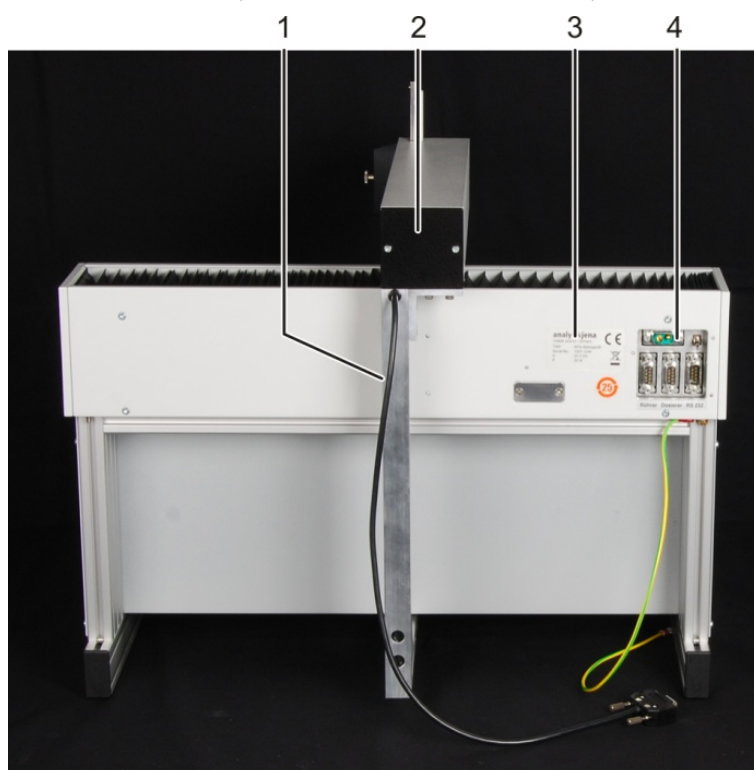
Изобр. 39 Автосамплер EPA Sampler

- | | |
|--|---|
| 1 Соединительные гибкие трубки к анализатору | 2 Планшет для проб |
| 3 Промывочный сосуд | 4 Прижим |
| 5 Специальная игла | 6 Кронштейн автосамплера с держателем игл |



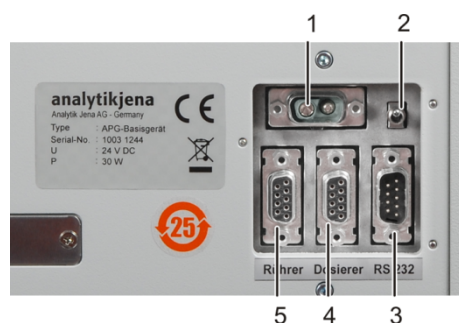
Изобр. 40 Автосамплер POC Sampler

- | | |
|-----------------------|----------------------|
| 1 Светодиод состояния | 2 Рычаг автосамплера |
| 3 Держатель с иглой | 4 Модуль POC |
| 5 Планшет для проб | 6 Промывочный сосуд |



Изобр. 41 Обратная сторона автосамплера

- | | |
|----------------------|----------------------------|
| 1 Скоба мешалки | 2 Рычаг автосамплера |
| 3 Фирменная табличка | 4 Электрические соединения |



Изобр. 42 Электрические соединения

- | | |
|-----------------------------------|-----------------------|
| 1 Гнездо для блока питания | 2 Выключатель прибора |
| 3 Точка подключения к анализатору | 4 Не используется |
| 5 Точка подключения мешалки | |

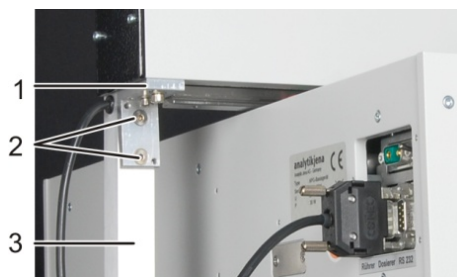
Ввод автосамплера в эксплуатацию

- Убрать фиксатор для транспортировки:
 - Выкрутить два болта с потайной головкой с помощью торцового шестигранного ключа размером SW3 из объема поставки.
 - Снять всю фиксирующую скобу для транспортировки и поместить ее на хранение на случай транспортировки.



Изобр. 43 Фиксатор для транспортировки

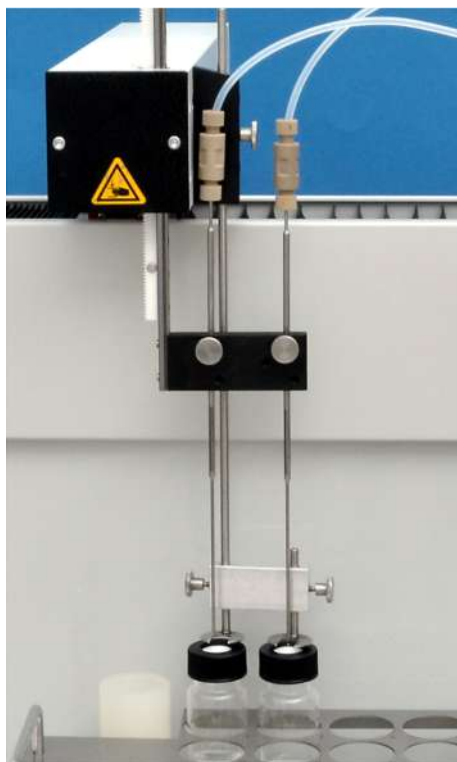
- | | |
|----------------------|---|
| 1 Рычаг автосамплера | 2 Фиксирующая скоба для транспортировки |
| 3 Винты | |
- Смонтировать скобу мешалки:
 - Смонтировать скобу мешалки на уголке с обратной стороны кронштейна автосамплера.
 - Прикрутить скобу болтами с потайной головкой из объема поставки (M4x10), используя торцовый шестигранный ключ размером SW2,5.
 - Затягивать болты равномерно, чтобы скоба установилась по одной оси.
 - Подсоединить кабель мешалки к разъему с обозначением «Мешалка» с обратной стороны автосамплера.



Изобр. 44 Монтаж скобы мешалки

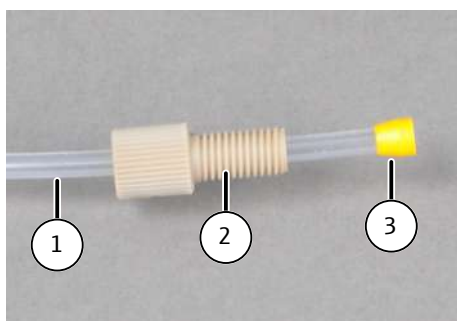
- | | |
|-------------------------------------|-----------------------------|
| 1 Уголок на кронштейне автосамплера | 2 Болты с потайной головкой |
| 3 Скоба мешалки | |

- ▶ Поставить автосамплер рядом с анализатором. Установить автосамплер таким образом, чтобы и с обратной стороны устройства оставалось достаточно пространства для движения рычага автосамплера.
- ▶ Подсоединить кабель со стороны низкого напряжения настольного блока питания к гнезду с обратной стороны автосамплера. Пока не подключать блок питания к сети.
- ▶ Подсоединить кабель последовательной передачи данных из объема поставки к разъему "sampler" на задней панели анализатора. Подсоединить другой конец кабеля для передачи данных к разъему автосамплера.
- ▶ Подсоединить защитный провод к разъему на задней стороне анализатора.
- ▶ Подсоединить гибкую трубку для отходов к сосуду для промывки автосамплера и к соответствующей емкости для отходов или сливу.
- i** ПРИМЕЧАНИЕ! Укладывать гибкую сливную трубку с непрерывным уклоном. При необходимости укоротить трубку. Гибкая трубка не должна погружаться в жидкость.
- ▶ Смонтировать сосуд для промывки на автосамплере.
- ▶ Установить планшет для проб на предусмотренное для него место.
- ▶ Соблюдать установочное положение планшета. Надпись читается, если находится перед прибором. Оба черных центрирующих штифта на поверхности прилегания автосамплера выдаются в отверстия днища планшета.
- ▶ Вставить иглы для прокола и прижим в кронштейн автосамплера.
- ▶ Закрепить иглы в держателе на такой высоте, чтобы кончики игл не погружались в вials (исходное положение).



Изобр. 45 Положение игл для измерений NPOC с одновременным (слева) и неодновременным (справа) выдуванием

- ▶ Зафиксировать иглы, слегка затянув рифленую гайку.
- ▶ Подсоединить гибкие трубки анализатора к иглам, используя соединительные узлы Fingertight:
 - Гибкая трубка AA – гибкая трубка для всасывания пробы
 - Гибкая трубка 7 – трубка для продувки для измерений NPOC
 - Для этого пропустить гибкую трубку через полый винт (см. рис.).
 - Надеть коническое уплотнение на гибкую трубку конусом по направлению к полному винту. Уплотнительный конус и конец трубки должны быть заподлицо.
 - Снова затянуть соединительный узел Fingertight.



Изобр. 46 Соединительный узел Fingertight

- | | |
|-------------------------|--------------|
| 1 Гибкая трубка | 2 Полый винт |
| 3 Коническое уплотнение | |
- ▶ Или для POC Sampler: Смонтировать модуль POC со специальной иглой.
 - ▶ Подключить блок питания к сети. Подключить автосамплер.

Проверка и изменение конфигурации

- ▶ Включить анализатор. Запустить программу multiWin и выполнить инициализацию аналитической системы.
- ▶ Проверить конфигурацию прибора с помощью команды меню **Instrument | System-Information** в окне **multiWin set-up info**.
- ▶ При необходимости изменить конфигурацию:
 - Завершить работу программы multiWin.
 - В интерфейсе Windows запустить инструмент установки: **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - В списке **Sampler** выбрать тип автосамплера.
 - Выйти из окна **multiWin set-up tool**, нажав кнопку **[Create]**.
 - Запустить программу multiWin и выполнить инициализацию аналитической системы.
 - Командой меню **Configuration | Edit options** открыть окно **Options**. Перейти во вкладку **Analyzer components**.
 - В группе **Sampler** выбрать подходящий размер планшета и виал.
- ▶ Выйти из окна, нажав кнопку **[OK]**.
- ▶ Перед первым запуском отъюстировать автосамплер.

См. также

- 📖 Юстировка автосамплера EPA Sampler [▶ 95]
- 📖 Монтаж модуля РОС [▶ 67]

4.3.4 Модуль РОС

Модуль РОС поставляется двух моделей:

- РОС-Modul "basic" для ручного режима работы
- РОС-Modul "automatic" для автоматического режима с РОС Sampler

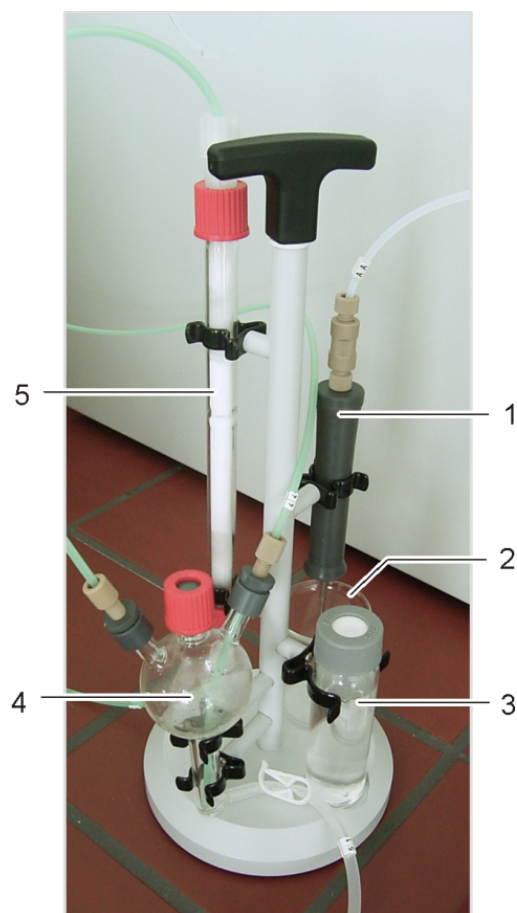
Технические характеристики

Параметр	РОС
Принцип разложения	Продувание с последующим термодокаталитическим окислением
Объем пробы	1 ml
Ввод проб	Проточная инъекция, ручную или автоматически

Конструкция

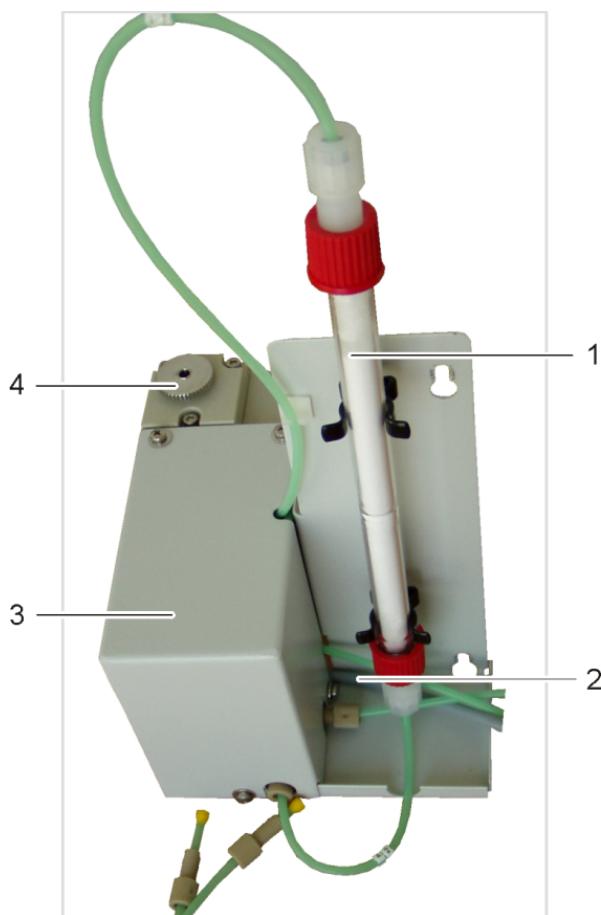
Модули РОС состоят из следующих компонентов:

- РОС-реактор с септой
- Блок клапанов для автоматического режима работы с автосамплером
- Игла для всасывания проб, предназначенная специально для септ виал
- Адсорбер CO₂ с LiOH
- Планшет для проб на 61 позиций (в объеме поставки автосамплера)



Изобр. 47 Модуль РОС для ручного режима работы

- | | |
|-------------------------------|-------------------|
| 1 Игла с ручкой | 2 Сливная бутылка |
| 3 Вiala с септой | 4 РОС-реактор |
| 5 Адсорбирующая трубка с LiOH | |



Изобр. 48 Модуль РОС для автоматического режима работы

- | | |
|-------------------------------|---|
| 1 Адсорбирующая трубка с LiOH | 2 Электроразъем для подключения анализатора |
| 3 Блок клапанов | 4 РОС-реактор |

4.3.4.1 Монтаж модуля РОС

Из-за неправильного монтажа могут возникать опасные ситуации. Следствием неправильного подключения газов могут стать поражение электрическим током и взрыв.

- Выполнять установку и ввод в эксплуатацию прибора и его системных компонентов разрешается исключительно сервисной службе компании Analytik Jena или авторизованным и обученным компанией специалистам.
- Не допускается самостоятельное выполнение монтажа и подключения.

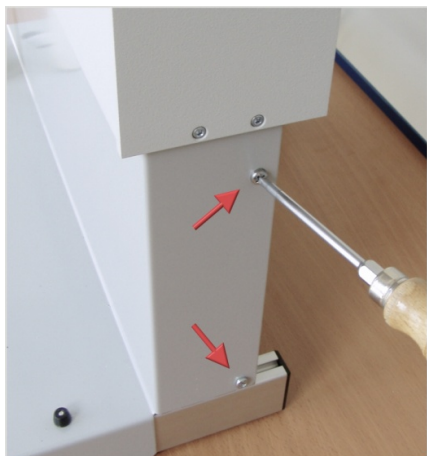
Существует опасность получения травмы из-за неправильной фиксации компонентов.

- При транспортировке компоненты прибора следует фиксировать в соответствии с предписаниями, приведенными в руководстве по эксплуатации.
- Незакрепленные части необходимо извлечь из системных компонентов и упаковать отдельно.

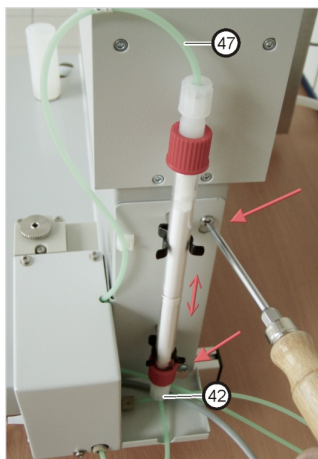
Установка РРС-Modul "automatic"

После подключения модуля РОС для автоматического режима работы газ-носитель во время измерения в модуле РОС проходит только через РОС-реактор.

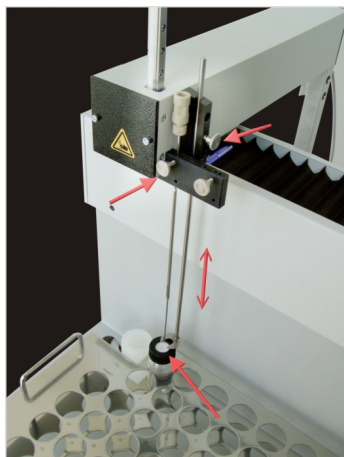
Во всех остальных режимах (ТС, NPOС,...) поток газа-носителя направляется непосредственно к трубке для сжигания в анализаторе.



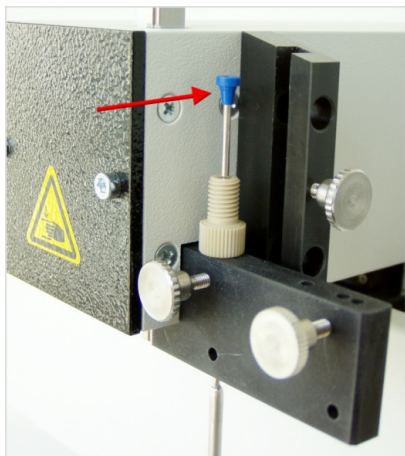
- ▶ Выключить анализатор главным выключателем, который расположен с обратной стороны устройства. Отсоединить штепсельную вилку от сети. Выключить автосамплер.
- ▶ Выкрутить винты корпуса на правой стороне автосамплера.



- ▶ Смонтировать заполненную трубку с адсорбером CO₂ между гибкой трубкой 47 и 42.
- ▶ Вставить трубку с адсорбером в зажимы модуля РОС, нажав на нее.
- ▶ Закрепить модуль РОС на винтах корпуса. Снова плотно затянуть винты.



- ▶ Сдвинуть держатель игл автосамплера вверх.
- ▶ Зажать специальную иглу с прорезью для продувания в держателе игл автосамплера.
- ▶ Установить прижим. Прижим и иглы при перемещенном вверх держателе игл должны находиться над виалами для проб на расстоянии примерно 3 мм.



- ▶ На гибкой трубке AA заменить стандартную иглу для всасывания на специальную иглу. При этом расположить соединительный элемент Fingertight и наконечники в соответствии с приведенным рядом изображением.
- ▶ Подключить модуль РОС к анализатору: Снять трубку-мостик на точках подключения газа для модуля РОС на обратной панели анализатора.
- ▶ Подключить гибкую трубку 44 модуля РОС к точке подключения 44 анализатора.
- ▶ Подключить гибкую трубку 45 модуля РОС к точке подключения 45 анализатора.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Не перепутать точки подключения газа!

- ▶ Подключить электроразъем модуля РОС к точке подключения "РОС" с обратной стороны анализатора.



- ▶ Подсоединить гибкую трубку для отходов к патрубку для отходов модуля РОС. Подключить гибкую трубку к подходящей емкости для отходов или сливу.



ПРИМЕЧАНИЕ! Укладывать гибкую трубку для отходов с непрерывным уклоном! При необходимости укоротить трубку. Трубка не должна погружаться в жидкость.

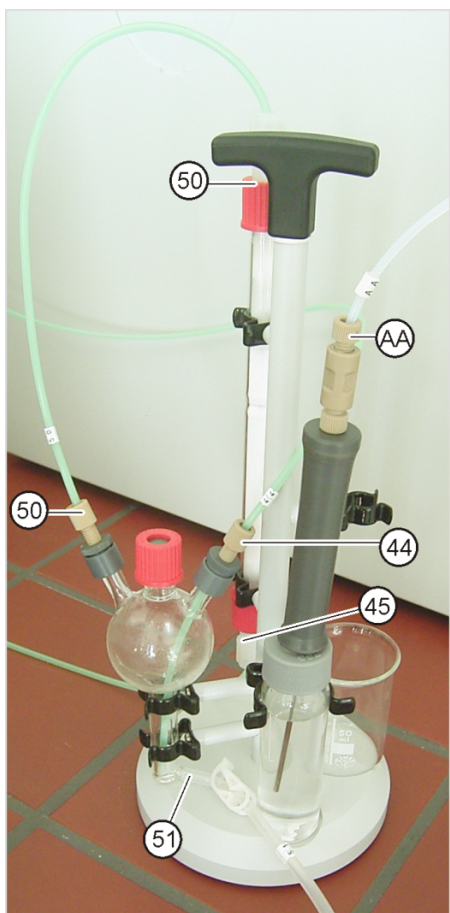
- ▶ Юстировать автосамплер.
- ▶ Проверьте систему на герметичность.

Установка РОС-Modul "basic"

После подключения модуля РОС для ручного режима работы газ-носитель постоянно поступает через РОС-реактор в трубку для сжигания в анализаторе.

При измерениях в других режимах работы (ТС, NPOC, ...) реактор лучше снять.

- ▶ Установить модуль слева от анализатора.
- ▶ Установить трубку с адсорбером для CO₂ между гибкой трубкой 50 (верхний конец трубки с адсорбером) и гибкой трубкой 45 (нижний конец).
- ▶ Подсоединить гибкую трубку 50 к РОС-реактору.
- ▶ Подключить модуль РОС к анализатору: Снять трубку-мостик на точках подключения газа для модуля РОС на обратной панели анализатора.
- ▶ Подключить гибкую трубку 44 к РОС-реактору и точке подключения 44 анализатора. При этом гибкая трубка достает почти до дна РОС-реактора.
- ▶ Подключить гибкую трубку 45 модуля РОС к точке подключения 45 анализатора.
- ▶ **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ!** Не перепутать точки подключения газа.
- ▶ Подсоединить гибкую трубку для отходов 51 к нижнему концу ТИС-реактора. Гибкая трубка для отходов перекрыта зажимом.
- ▶ Заменить стандартную иглу для всасывания на гибкой трубке AA на специальную иглу с прорезью для продувания.



См. также

- 📄 Проверка системы на герметичность [► 106]
- 📄 Юстировка автосамплера [► 97]

4.3.4.2 Градуировка РОС

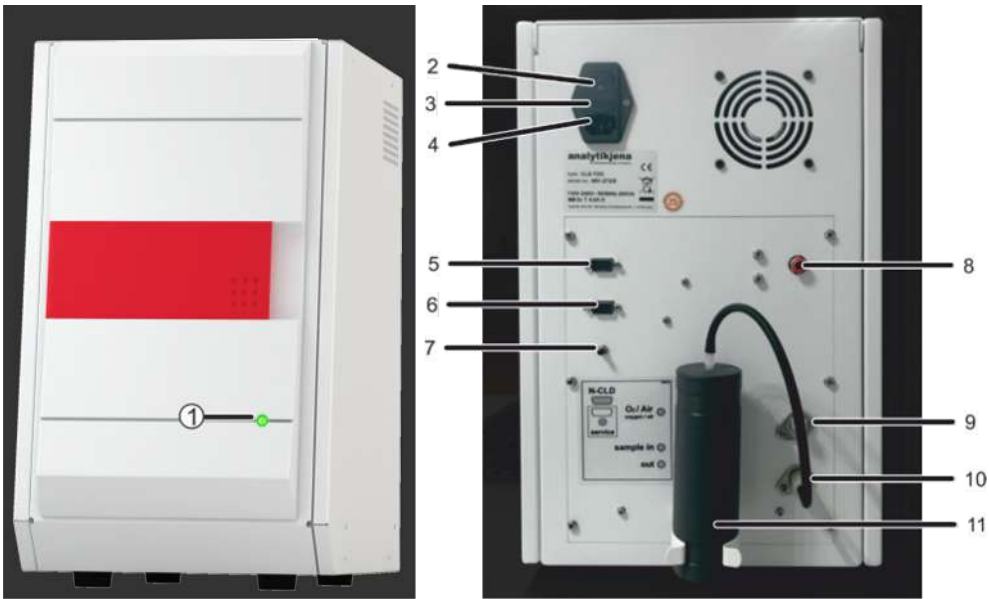
Рекомендация: Выполнять градуировку с использованием сахарозы.

Процедура

- ▶ Создать метод РОС.
- ▶ Загрузить метод NPOC. Выполнить градуировку метода NPOC с использованием стандартных растворов сахарозы.
- ▶ Привязать проведенную градуировку к методу РОС:
- ▶ После градуировки ответить на следующий вопрос ответом "нет": "Установить связь с проградуированным методом?"
- ▶ Откроется метод. Из списка методов выбрать метод РОС.
- ▶ Кнопкой **[Accept values]** применить текущие данные градуировки к методу РОС.

Выполнять градуировку можно также с использованием стандартного раствора дихлорметана. Однако высокая летучесть дихлорметана может приводить к неточным результатам. Рекомендация: Выполните непосредственную градуировку метода РОС путем пипетирования стандартных растворов дихлорметана в модуль РОС.

4.3.5 Хемилюминесцентный детектор (CLD)



Изобр. 49 Хемилюминесцентный детектор (CLD)

- | | |
|--|---|
| 1 Светодиод состояния | 2 Сетевой выключатель |
| 3 Отсек для предохранителей | 4 Гнездо электропитания |
| 5 RS 232 Точка подключения анализатора | 6 Разъем для сервисной службы |
| 7 Программирующий переключатель (только для сервисного обслуживания) | 8 Точка подключения газа-носителя (O ₂ , синтетический/очищенный воздух) |
| 9 Точка подключения газа анализатора "sample in" | 10 Выход пробы (газ) "out" |
| 11 Адсорбер (удаление NO _x из отводимого воздуха) | |

Технические характеристики

Принцип обнаружения	Детектор хемилюминесценции
Параметр	TN _b (общее содержание связанного азота)
Область измерения	0 ... 20000 mg/l TN _b
Предел обнаружения	0,05 mg/l TN _b
Время анализа	3 ... 5 min
Газ для получения озона	Подача газа как основное устройство 60 ml/min, 400 ... 600 kPa
Размеры (Ш x В x Г), масса	300 x 470 x 550 mm , 12,5 kg
Электрическое соединение	110 ... 240 V, 50/60 Hz
Предохранитель	2 T4,0 A H
Среднее типичное энергопотребление	200 VA
Интерфейс анализатора	RS 232



ОСТОРОЖНО

Опасность отравления озоном

Содержащийся в устройстве озонатор вырабатывает озон (O_3). При использовании по назначению токсичный газ уничтожается послеавключенным деозонатором. Предусмотренные различные меры безопасности приводят к автоматическому отключению озонатора. И все же обратить внимание:

- При появлении резкого запаха озона немедленно отключите устройство и свяжитесь с сервисной службой.
- Для обеспечения безотказной и безопасной работы Analytik Jena рекомендует выполнять ежегодный контроль и обслуживание силами сервисной службы.

Установка на анализаторе

- ▶ Поставить детектор рядом с анализатором.
- ▶ С помощью быстроразъемного соединения подсоединить к точке подключения газа газ-носитель.
- ▶ Установить соединение линии газа между детектором и анализатором:
 - Точка подключения "sample in" на детекторе
 - Точка подключения "CLD" на анализаторе
- ▶ Используя кабель последовательной передачи данных из объема поставки, соединить интерфейс "CLD/HT" на задней панели анализатора с RS 232 разъемом на детекторе.
- ▶ Включить детектор. Светодиод состояния сигнализирует о готовности к работе.

Проверка и изменение конфигурации

- ▶ Включить анализатор и детектор. Запустить программу multiWin и выполнить инициализацию аналитической системы.
- ▶ Проверить конфигурацию прибора с помощью команды меню **Instrument | System-Information** в окне **multiWin set-up info**.
- ▶ При необходимости изменить конфигурацию:
 - Завершить работу программы multiWin.
 - В интерфейсе Windows запустить инструмент установки: **Start | Program files | multiWin | multiWin setup tool**.
 - В списке **N-measurement** выбрать детектор (**CLD-TOC**).
 - Выйти из окна **multiWin set-up tool**, нажав кнопку **[Create]**.
 - Запустить программу multiWin и выполнить инициализацию аналитической системы.
 - Командой меню **Configuration | Edit options** открыть окно **Options**. Перейти во вкладку **Analyzer components**.
- ▶ В группе **Sensors** параметром **N-measurement active** активировать измерение азота.
- ▶ Выйти из окна, нажав кнопку **[OK]**.

4.3.6 Внешний модуль анализа твердых проб



ПРИМЕЧАНИЕ

Учитывать руководство к принадлежностям

Для принадлежностей есть отдельное руководство, в котором содержатся важные инструкции, и описаны меры по предотвращению опасности.

- При установке учитывать сведения, изложенные в отдельном руководстве к принадлежностям.

Установка модульной аналитической системы multi N/C 3100 duo для автоматического анализа твердых проб описана в отдельном руководстве по эксплуатации модуля анализа твердых проб HT 1300.

Подключение к анализатору

- ▶ Поставить модуль анализа твердых проб рядом с анализатором.
- ▶ Соединить точку подключения "analyte" на модуле анализа твердых проб с точкой подключения "analyte" на задней стенке анализатора.
- ▶ Соединить точку подключения "pump" на модуле анализа твердых проб с точкой подключения "pump" на задней стенке анализатора.
- ▶ Подсоединить соединительную трубку для кислорода редуктора системы подачи газа и точки подключения газа "oxugen" к задней панели модуля анализа твердых проб. На редукторе выставить давление на входе 200 ... 400 kPa.
- ▶ Подсоединить кабель последовательной передачи данных из объема поставки к разъему "CLD/HT" на задней панели анализатора. Подсоединить другой конец кабеля для передачи данных к модулю анализа твердых проб.
- ▶ Запустить программу multiWin. Включить компоненты аналитической системы. Выполнить инициализацию аналитической системы.
- ▶ Командой меню **Configuration | Edit options** открыть окно **Options**. Перейти во вкладку **Analyzer components**.
- ▶ Активировать параметр **External solids module**.
- ▶ Выйти из окна, нажав кнопку **[OK]**.



Изобр. 50 Точки подключения на задней панели модуля анализа твердых проб

- | | |
|---------------------------------|---|
| 1 Интерфейс анализатора | 2 Гнездо электропитания |
| 3 Выход анализируемого газа OUT | 4 Вход кислорода O ₂ |
| 5 Точка подключения насоса pump | 6 Точка подключения анализируемого газа analyte |

5 Управление

5.1 Общие указания



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Опасность химического ожога концентрированными кислотами

Концентрированные кислоты очень агрессивные и отчасти являются сильными окислителями.

- При обращении с концентрированными кислотами носить защитные очки и защитную спецодежду. Работать под вытяжным устройством.
 - Выполнять все указания и предписания, приведенные в паспортах безопасности.
-
- При анализе сильно кислых проб или проб, содержащих соли высокой концентрации, в конденсационном сосуде ТИС могут образовываться аэрозоли. В этом случае поглощающая емкость поглотителя галогенов может быстро истощиться. Кроме этого, засоряется влагопоглотитель. В таких случаях оба компонента придется часто заменять. По возможности разбавлять такие пробы перед измерением, например, в соотношении 1:10.
 - При очень сильном образовании аэрозоли интегрированный фильтр грубой очистки (влагопоглотитель) обеспечивает немедленную защиту анализатора, и подача газа-носителя автоматически прерывается. Дополнительно для защиты анализатора отсоединить трубку влагопоглотителя на передней панели.
 - Для подкисления проб использовать чистую проверенную анализом кислоту (HCl (2 mol/l)), приготовленную из концентрированной кислоты и воды ТОС.
 - Для определения ТИС использовать исключительно ортофосфорную кислоту (H₃PO₄, 10 %), приготовленную из концентрированной кислоты (ч.д.а.) и воды ТОС.
 - В качестве стандартных растворов пригодны растворы следующих веществ: Гидрофталат калия, карбонат натрия/гидрокарбонат натрия, сахароза.
 - Для приготовления и хранения растворов использовать только чистые, не содержащие микрочастиц, стеклянные сосуды (мерные колбы, виалы для проб).
 - При приготовлении и хранении растворов с очень низкой концентрацией (<1 mg/l) учитывать, что под влиянием компонентов, содержащихся в воздухе лабораторного помещения (CO₂, пары органических соединений), концентрация растворов изменяется. В этом случае помогают следующие меры:
 - Оставлять над жидкостью по возможности минимальное незаполненное пространство.
 - В режиме работы с автосамплером накрывайте виалы на планшете для проб фольгой. Прежде всего это важно делать при разностном методе, так как пробы находятся на планшете долгое время.
 - Устранять источники паров органических соединений.
 - Опция: Заполнить пространство над пробами инертным газом.

5.2 Включение анализатора



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения прибора при отработанном медном волокне

При отработанном медном волокне в поглотителе галогенов компоненты оптики и электроники анализатора могут быть повреждены агрессивными продуктами сгорания!

- Запускать устройство только с исправным поглотителем галогенов!
- Заменять весь наполнитель поглотителя галогенов, как только половина объема медного или латунного волокна изменит цвет!

Перед включением анализатора проверить:

- Гибкая трубка для отходов подсоединена к соответствующей емкости для отходов или к сливу. Обеспечен беспрепятственный слив. Емкость для отходов имеет достаточную вместимость.
- Система подачи газа подключена в установленном порядке, давление на входе составляет 400 ... 600 kPa.
- В реактивной склянке присутствует достаточный объем фосфорной кислоты. На одно определение ТИС необходим объем 0,5 ml кислоты.
- Поглотитель галогенов подсоединен и заполнен медным и латунным волокном. Медное и латунное волокно не отработано.
- Гибкие трубки подсоединены в установленном порядке и в хорошем состоянии.
- Подключены все опциональные принадлежности (автосамплер, модули анализа твердых проб и т. д.).

Подготовить пробы и включить анализатор. Порядок включения:

- ▶ Открыть вентиль на редукторе системы подачи газа.
- ▶ Включить ПК.
- ▶ Включить другие опциональные компоненты.
- ▶ Главным выключателем включить анализатор. Светодиод состояния на левой передней дверце загорается зеленым цветом.
- ▶ Запустить аналитическое программное обеспечение на ПК. Авторизоваться в системе под своим логином и паролем.
- ▶ На вопрос **Initialize analyzer?** ответить **[Yes]**.
 - ✓ После авторизации программа производит инициализацию аналитической системы, обращаясь при этом к подключенным компонентам. Поток анализируемого газа достигает своего заданного значения (160 ml/min) примерно через 1 ... 2 min.
- ▶ Если по истечению 30 min анализатор не готов к проведению анализа, а один или несколько компонентов в окне **System state** все еще отображаются в красном цвете:
 - Проверить соединения гибких трубок и выполнить поиск неисправности.
- ▶ Для измерений NPOC: Настроить продувочный поток NPOC.
Для продувочного потока NPOC предварительно установлено значение 50 ... 160 ml/min. В зависимости от задачи анализа продувочный поток можно увеличить или уменьшить.
 - ✓ Анализатор готов к измерению.

См. также

- 📄 Устранение неисправностей [► 124]
- 📄 Настройка продувочного потока NPOC [► 100]

5.3 Выключение анализатора

Переключение в режим ожидания

Рекомендация: при перерывах между измерениями продолжительностью более 30 мин переключать анализатор в режим ожидания.

- ▶ В окне программы нажать кнопку **[Exit]**.
 - ✓ Откроется окно **Program End**.
- ▶ Промыть анализатор. При измерении без автосамплера:
 - Установить флажок в поле **Reverse Rinse Analyzer**. Прежде, чем начинать обратную промывку, поместить иглу для всасывания проб в емкость для отходов.
- ▶ Промыть анализатор. При измерении с автосамплером AS vario, EPA Sampler:
 - Установить флажок в поле **Reverse Rinse Analyzer**. Содержимое гибкой трубки для всасывания пробы автоматически смывается в сосуд для промывки.
- ▶ Промыть анализатор. При измерении с автосамплером AS 10e, AS 21hp:
 - В конце последовательности провести измерение пробы ультрачистой воды. (Автосамплеры не оснащены сосудом для промывки, требующимся для обратной промывки.)
 - Установить флажок в поле **Reverse Rinse Analyzer**.
- ▶ Активировать параметр **Stand-by Analyzer** и нажать **[OK]** для подтверждения.
 - ✓ Анализатор пребывает в режиме ожидания.

При активированной обратной промывке гибкая трубка для всасывания пробы промывается ультрачистой водой. Газовый поток отключается, и устанавливается температура для режима ожидания.

Выключение перед длительным простоем

Рекомендация: Отключать анализатор перед длительным простоем (выходные, отпуск).

- ▶ В окне программы нажать кнопку **[Exit]**.
 - ✓ Откроется окно **Program End**.
- ▶ Промыть анализатор. При измерении без автосамплера:
 - Установить флажок в поле **Reverse Rinse Analyzer**. Прежде, чем начинать обратную промывку, поместить иглу для всасывания проб в емкость для отходов.
- ▶ Промыть анализатор. При измерении с автосамплером AS vario, EPA Sampler:
 - Установить флажок в поле **Reverse Rinse Analyzer**. Содержимое гибкой трубки для всасывания пробы автоматически смывается в сосуд для промывки.
- ▶ Промыть анализатор. При измерении с автосамплером AS 10e, AS 21hp:
 - В конце последовательности провести измерение пробы ультрачистой воды. (Автосамплеры не оснащены сосудом для промывки, требующимся для обратной промывки.)
 - Установить флажок в поле **Reverse Rinse Analyzer**.
- ▶ Активировать параметр **Switch off Analyzer** и нажать **[OK]** для подтверждения.

- ✓ Анализатор выключится.

При активированной обратной промывке гибкая трубка для всасывания пробы промывается ультрачистой водой. Конденсационный сосуд ТИС откачивается. Анализатор выключается. Газовый поток отключается, и печь охлаждается.

5.4 Выполнение градуировки

5.4.1 Подготовка и начало градуировки

Аналитическая программа предоставляет возможность индивидуальной адаптации методики анализа в зависимости от решаемой задачи путем выбора соответствующего метода. Для проведения оптимального измерения с использованием соответствующего метода требуется индивидуальная градуировка каждого аналитического параметра и каждого измерительного канала. Не обязательно градуировать все параметры в методе.

Для каждого параметра в методе можно сохранять до трех градуировочных характеристик.

Порядок выполнения градуировки:

- ▶ В окне **System state** выбрать способ ввода проб: **[manual]** или **[Sampler]**.
 - ✓ Начинается инициализация анализатора.
- ▶ Вызвать команду меню **Measurement | Calibration**.
- ▶ Появляется запрос, где требуется выбрать метод, подлежащий градуировке, или загрузить уже существующую градуировочную таблицу.
- ▶ Следовать другим указаниям программы.
 - ✓ Откроется окно **Calibration - Data of new calibration**.

multiWin® Demo-Version - Calibration - Data of new calibration

CalibrationTable Help

Calibration: Cal_liquid-NPOC-TN_190313_1115

Calibration settings

Method: liquid-NPOC-TN

Comment

Calibration parameters:

Type: ☒ Calibration with fixed sample volume
☐ Calibration with fixed concentration

Number of standards: 8

Analysis parameters: ☐ IC ☒ NPOC ☒ TN
☐ TOC/NPOC(+)

Constant sample volume: 500 µl

Preparation blank: ☒ measure ☐ enter

NPOC		TN
No.	Rep.	c (NPOC) [mg/l]
2	1	0,000
3	1	0,000
4	1	0,000
5	1	10,000
6	1	20,000
7	1	30,000
8	1	40,000

Measurement

Изобр. 51 Параметры новой градуировки

- ▶ В группе **Calibration Parameters** выбрать способ градуировки:

- Проводить преимущественно многоточечную градуировку с **постоянным объемом пробы** и переменными концентрациями. В поле ввода **constant sample volume** автоматически вносится установленный в методе объем. Изменять преднастройку только в том случае, если объем вводимой пробы стандартного раствора отличается от объема в методе.
- ▶ Для градуировки с **постоянной концентрацией** ввести в поле ввода концентрацию стандартного раствора.
- ▶ В поле ввода **Number of standards** ввести количество точек градуировки.
- ▶ В области **Analysis parameters** выбрать аналитические параметры загруженного метода для градуировки.
 - Для градуировки параметра NPOC plus и более высоких концентраций с $> 0,5 \text{ mg/l}$ активировать параметры IC и TC по отдельности.
- ▶ Применять градуировку для параметра TOC/NPOC plus для нижнего диапазона концентраций. В нижнем диапазоне концентраций достаточно одноточечной градуировки.
- ▶ В **Sample introduction** программа отображает способ ввода пробы. Информация предназначена лишь для справки, и что-то изменять здесь не следует.
- ▶ В группе **Preparation blank** выбрать порядок учета холостого сигнала воды для приготовления стандартных растворов.
 - Поле выбора **Measure**:
Содержание воды для приготовления стандартных растворов измеряется отдельно перед градуировкой. Для этого на автосамплере установить на первой позиции виалу с водой для приготовления стандартных растворов. В случае ручного ввода проб будет предложено сначала подготовить воду для приготовления растворов.
 - Поле выбора **Enter**:
Ввести в виде значения содержание воды для приготовления растворов. Указать для холостого сигнала воды для приготовления растворов относительное значение **1 ml**. Если холостой сигнал воды для приготовления растворов не учитывается, ввести в поле ввода значение **0**.
- ▶ Заполнить градуировочную таблицу для каждого параметра в соответствии с приготовленными стандартными растворами.
- ▶ В столбце **Rep.** автоматически записывается установленное в методе число повторных измерений. Если в методе активирован выбор промахов, записывается максимальное число повторных измерений. При необходимости изменить число повторных измерений вручную для каждого стандартного раствора.
- ▶ Для повторного последующего использования градуировочной таблицы: Сохранить градуировочную таблицу командами меню **CalibrationTable | Save CalibrationTable** или **Save CalibrationTable as**.
Градуировочным таблицам автоматически присваивается расширение *.kaltab, и они сохраняются в папке ...\\Calibration\\Tables.
- ▶ Щелкнуть по экранной кнопке **Start measurement**. Следовать другим указаниям программы.
 - ✓ В зависимости от выбранного метода и способа ввода проб появляются дополнительные запросы. При вводе проб с помощью автосамплера открывается окно **Current sample data**.

Pos.	Activation	State sample	Sample ID	Method	Dimension	Sample type	San
1			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz00	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Preparation blank	15C
2			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz01	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
3			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz02	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
4			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz03	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
5			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz04	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
6			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz05	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
7			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz06	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
8			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz07	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
9			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz08	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
10			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz09	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
11			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz10	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
12			Cal_NPOC_reag_Ka_210705_1127_Konz11	NPOC_reag_Ka	cc: mg/l	Calibration	15C
13							
14							
15							
16							
17							

Изобр. 52 Текущие данные пробы

- ▶ Активировать градуировочные стандартные растворы в окне **Current sample data**. После этого выйти из окна, нажав [✓].
- ▶ Откроется окно **Measurement**. Щелкнуть по экранной кнопке [Start F2].
 - ✓ Начнется процесс градуировки.

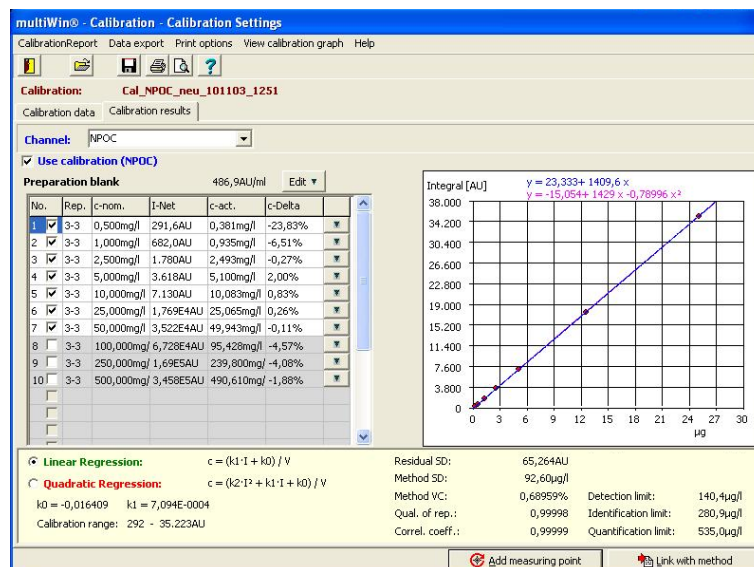
5.4.2 Отображение результатов градуировки

После выполнения всех градуировочных измерений программа автоматически открывает отчет о градуировке в окне **Calibration - Calibration Settings**. Отчет о градуировке можно редактировать. Открыть его можно и позже с помощью команды меню **Data Evaluation | CalibrationReport | Selection CalibrationReport**.

В окне **Calibration - Calibration Settings** имеются вкладки **Calibration data** и **Calibration results**.

Во вкладке **Calibration data** отображаются настройки градуировки. С помощью кнопки [Comment] можно добавить комментарий. Кнопка [Signature] позволяет подписать градуировку. В программе pharma multiWin к методу можно привязать только градуировки со статусом визы "authorized".

Во вкладке **Calibration results** собраны результаты каждого проградуированного параметра.



Изобр. 53 Параметры проводимой градуировки

Вкладка Calibration results:

Таблица результатов	Просмотр следующих параметров: ■ Количество измерений ■ Использованная заданная концентрация (при постоянном объеме пробы) или ■ Использованный объем пробы (при постоянной концентрации) ■ Средние значения поверхностных интегралов ■ Средние значения рассчитанных концентраций ■ Отклонение между рассчитанной и заданной концентрацией в процентах
Linear Regression / Quadratic Regression	В зависимости от выбранной методики программа выполняет регрессионный анализ и определение показателей метода по отдельным величинам или средним значениям чистых интегралов. Для выбранного вида регрессии отображаются соответствующие градуировочные коэффициенты.
Градуировочная кривая	В меню View calibration graph можно переключаться между представлениями градуировочной кривой: ■ Ось x – масса, ось y – интеграл (определение градуировочных коэффициентов) ■ Ось x – интеграл, ось y – масса (определение показателей метода)
Показатели метода	Предел обнаружения/чувствительности и предел количественного определения: По DIN 32645 (градуировочная характеристика) рассчитываются показатели метода с уровнем значимости P = 95 %. Программа определяет предел количественного определения для относительной неопределенности результата 33,3 % (Коэффициент k = 3).

5.4.3 Редактирование градуировки

Доступны следующие возможности редактирования градуировки

- Выбор вида регрессии

Вы можете выбрать между линейной и квадратичной регрессией. Для выбранного вида регрессии отображаются соответствующие градуировочные коэффициенты и показатели метода.

- Отключение отдельных точек измерения

Все точки измерения, активированные установкой флажка в столбце **No.** в таблице результатов, включаются в регрессионный анализ. Отключить точку измерения можно, сняв соответствующий флажок. Для этого щелкните по столбцу **No.**

При отключении всех точек измерения удаляется флажок для всего градуировочного канала.

- Отключение отдельных значений измерения

Щелчком мыши по кнопке в конце каждой строки можно просматривать отдельные значения измерений. Отключить отдельные значения измерения можно, сняв соответствующий флажок в столбце **use**.

- Активация/деактивация значений измерений для воды, используемой для приготовления растворов

Отдельные значения измерения, определенные для воды для приготовления растворов, можно просмотреть щелчком по кнопке **[Edit]**. Отдельные значения измерения можно активировать или отключить.

- Добавление точек измерения

Вы можете добавить в существующую градуировку дополнительные точки измерения. Выполните градуировочное измерение с таким же методом. По завершению измерения кнопкой **[Add measuring point]** выберите отчет о градуировке. По отдельности добавьте в градуировку новые точки измерения.

После каждого изменения градуировочных коэффициентов, показателей метода и кривой регрессии они рассчитываются заново.

5.4.4 Привязка калибровки к методу

Порядок установления связи между параметрами градуировки и методом:

- ▶ Выбрать диапазон градуировки для соответствующих параметров (например, NPOC).

К методу можно привязать до трех **линейных диапазонов градуировки** на один параметр. Диапазоны должны переходить от одного к другому без пробелов.

Для **квадратичной градуировочной характеристики** к методу можно привязать только один диапазон градуировки.

- ▶ Для каждого диапазона градуировки и аналитического параметра, который необходимо привязать к методу, установить флажок в поле **Use calibration**. Нет необходимости записывать в метод все проградуированные параметры.

- ▶ Щелкнуть по экранной кнопке **[Link with method]**.

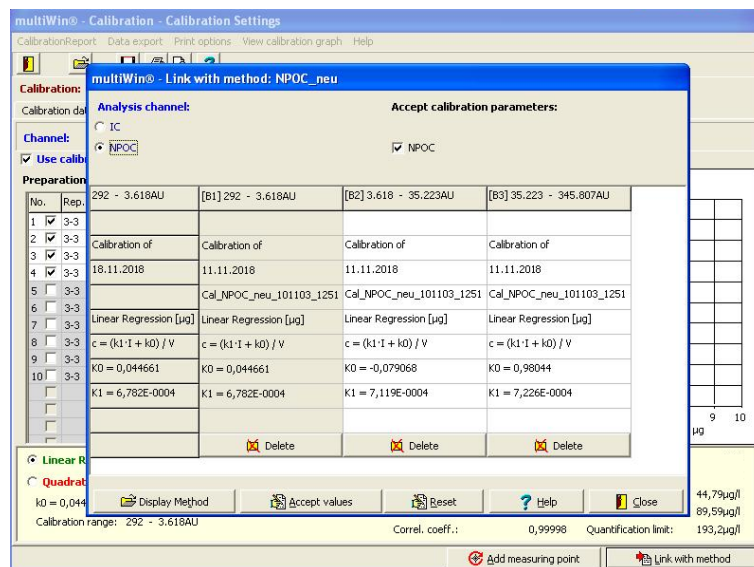
- ▶ Ответить на следующий вопрос: **Link with the calibration method?**

- **[Yes]** (стандартный случай). Программа привязывает градуировку к градуированному методу.

- **[No]**. Программа привязывает градуировку к любому методу по Вашему выбору. При этом, соответствуют ли параметры метода градуировки выбранному методу, не проверяется.

- ✓ Откроется окно **Link with method: (...)**.

В окне отображаются прежние фактические коэффициенты градуировки (правый столбец) и новые определенные коэффициенты градуировки (левый столбец). Можно переключаться между просмотром параметров (например, IC/NPOC).



Изобр. 54 Привязка градуировки к методу (3 диапазона градуировки)

Сохранение диапазонов градуировки зависит от уже сохраненных в методе диапазонов градуировки и от нового диапазона градуировки.

Диапазон градуировки не установлен	Кнопкой [Accept values] применить текущие данные градуировки. В левом и правом столбцах отобразятся одинаковые градуировочные коэффициенты.
Установлены один или два диапазона градуировки	Дополнить существующие диапазоны градуировки: - Кнопкой [Accept values] применить новые данные градуировки. Новый диапазон будет включен в уже существующие диапазоны. - Проверить, соединены ли диапазоны без пробелов. Заменить существующие диапазоны градуировки: - Удалить диапазон градуировки. - Применить актуальные данные градуировки кнопкой [Accept values].
Установлены три диапазона градуировки	Для каждого параметра в методе можно сохранять до трех диапазонов градуировки. Если уже имеется три диапазона градуировки, диапазоны можно только заменить: - Удалить желаемый диапазон из правого столбца кнопкой [Delete]. - Кнопкой [Accept values] применить актуальные данные градуировки. - Проверить, соединены ли диапазоны без пробелов.

Общие принципы:

- При щелчке по кнопке **[Accept values]** программа автоматически привязывает диапазоны градуировки.
- При щелчке по кнопке **[Delete]** Вы предварительно выбираете, какой диапазон будет заменен.
- Переход без пробелов означает: площадь верхнего пика одного диапазона градуировки совпадает с площадью нижнего пика следующего диапазона градуировки.
- Программа применяет параметры градуировки ко всем последующим анализам, которые будут проводиться с методом.

5.4.5 Управление данными градуировки

- | | |
|---|---|
| Печать данных градуировки | <ul style="list-style-type: none"> ▶ В окне Calibration - Calibration Settings активировать параметр Use calibration. ▶ Задать область печати в меню Print options: <ul style="list-style-type: none"> – Печать градуировочного графика и/или – Печать отдельных интегралов для каждого проградуированного канала ▶ Запустить печать командой меню CalibrationReport Print. |
| Экспорт данных градуировки | <p>Экспорт данных градуировки производится с помощью меню Data export в окне Calibration - Calibration Settings. Варианты экспорта данных градуировки:</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ Отчет о градуировке в файл экспорта
Отчет о градуировке (с расширением *.ajc) сохраняется папке для экспорта \Calibration. ■ Экспорт в CSV-файл (с расширением *.csv)
CSV-файл сохраняется в заданной по умолчанию папке (...\\multiWin\\CSV).
Выбор директории осуществляется в окне Options, вкладка Files and Directories. Открыть окно с помощью пункта меню Configuration Edit options. ■ Экспорт в буфер обмена |
| Повторное открытие отчета о градуировке | <ul style="list-style-type: none"> ▶ В главном окне вызвать команду меню Data Evaluation CalibrationReport. ▶ В окне Selection CalibrationReport выбрать отчет о градуировке.
При необходимости: В окне Selection CalibrationReport установить фильтр. Оли упорядочить данные щелчком мыши по соответствующему заголовку. ▶ Выделить отчет о градуировке и нажать кнопку [OK].
✓ На экран выводится отчет о градуировке. |

5.5 Выполнение измерения

Примечание: В программе pharma multiWin для измерения можно использовать только методы со статусом визы **authorized**.

5.5.1 Измерение с ручным вводом пробы

- ▶ Ввести в пробу иглу для всасывания проб и иглу для продувки для измерений NPOC.
- ▶ С помощью команды меню **Method | New** создать новый метод.
- ▶ Другой вариант: Загрузить соответствующий метод. Командой меню **Method | Load** открыть окно **Method selection**. Выделить нужный метод. Для подтверждения выбора нажать кнопку **[OK]**.
- ▶ В окне **System state** выбрать ручной ввод пробы щелчком по кнопке **[manual]**.
✓ Программа выполняет инициализацию анализатора.
- ▶ В окне **System state** проконтролировать следующие индикаторы:
 - Оптическая скамья
 - Детектор азота
 - Газовый поток
 - Температура

- ▶ Если индикатор красный: Выполнить поиск ошибки.
- ▶ Запустить измерение: Нажать кнопку **Start measurement**. Другой вариант: Вызвать команду меню **Measurement | Measurement start**.
 - ✓ Откроется окно **Measurement start**.
- ▶ Ввести ID пробы и, при необходимости, название аналитической таблицы. При необходимости ввести операцию разбавления, тип пробы, единицу измерения и комментарий.
- ▶ Нажав кнопку **[Start]**, открыть окно **Measurement**.
- ▶ Запустить измерение кнопкой **[Start F2]**. Следовать указаниям программы.
- ▶ По завершении измерения в аналитическом отчете или в выбранной аналитической таблице появятся результаты.

В окне **Options** во вкладке **FreeStrings** можно задать другие поля для ввода информации о пробах при измерениях вручную, как например данные по отбору пробы.

Новые поля отобразятся в окне **Measurement start** во вкладке **FreeStrings**. В поля можно внести информацию о пробах.

См. также

📄 Устранение неисправностей [▶ 124]

5.5.2 Измерение с использованием автосамплера



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения прибора

Если автосамплер не настроен или настроен неправильно, инструмент для подвода проб может столкнуться с твердой поверхностью во время работы. Это может привести к поломке инструмента для подвода проб и привода.

- Выполняйте настройку автосамплера перед первым использованием и после каждого переоборудования, а также после транспортировки и хранения.

- ▶ С помощью команды меню **Method | New** создать новый метод.
- ▶ Другой вариант: Загрузить соответствующий метод. Командой меню **Method | Load** открыть окно **Method selection**. Выделить нужный метод. Для подтверждения выбора нажать кнопку **[OK]**.
- ▶ В окне **System state** выбрать автоматический ввод пробы щелчком по кнопке **[Sampler]**.
 - ✓ Программа выполняет инициализацию анализатора.
- ▶ В окне **System state** проконтролировать следующие индикаторы:
 - Оптическая скамья
 - Детектор азота
 - Газовый поток
 - Температура
- ▶ Если индикатор красный: Выполнить поиск ошибки.
- ▶ Залить в виалы для проб жидкость пробы. Поставить виалы на планшет для проб.

- ▶ Для измерений NPOC с AS vario: Автосамплер может автоматически подкислять пробы. Для этого залить в сосуд с кислотой HCl (2 mol/l). Поставить сосуд с кислотой в позицию для кислоты на планшете для проб:
 - Позиция 28 на планшет для проб 47
 - Позиция 42 на планшет для проб 52
 - Позиция 55 на планшет для проб 72
 - Позиция 85 на планшет для проб 100
 - Позиция 131 на планшет для проб 146
 - Автосамплер не умеет одновременно автоматически подкислять и разбавлять пробы. Для автоматического подкисления: В **Options | Process control** деактивировать пункт меню **Use dilution algorithm**.
Если алгоритм разбавления активирован, подкислить пробы вручную.
- ▶ Для измерений NPOC с автосамплером EPA: Поставить сосуд с кислотой на позицию 54 на планшете для проб.
- ▶ Для измерений NPOC с автосамплером ROC: Поставить сосуд с кислотой на позицию 51 на планшете для проб.
- ▶ Запустить измерение: Нажать кнопку **Start measurement**. Другой вариант: Вызвать команду меню **Measurement | Measurement start**.
 - ✓ Откроется окно **Measurement start**.
- ▶ В окне **Measurement start** ввести имя новой аналитической таблицы. Другой вариант: Нажав кнопку **[Edit]**, выбрать существующую аналитическую таблицу.
- ▶ Нажав кнопку **[Start]**, открыть окно **Current sample data**.
- ▶ Открыть и дополнить существующую таблицу для планшета.
Или: В новой таблице для планшета в столбце **Sample ID** ввести ID пробы. При этом проверить заполнение планшета для проб. При необходимости ввести операцию разбавления, тип пробы, единицу измерения и комментарии.
- ▶ Активировать все пробы или каждую пробу по отдельности при помощи **[>]**.
- ▶ Подтвердить записи посредством **[✓]**.
 - ✓ Таблица для планшета закрывается. Появится вопрос, следует ли сохранить таблицу для планшета.
- ▶ Если таблицу для планшета предполагается использовать позже: Выбрать **[Yes]**. Сохранить таблицу для планшета в стандартном окне сохранения файлов.
- ▶ В окне **Measurement** запустить измерение кнопкой **[Start F2]**. Следовать указаниям программы.
 - ✓ По завершению измерения аналитическая таблица отображает результаты измерения.

См. также

- 📖 Устранение неисправностей [▶ 124]

5.6 Разбавление

Анализатор может автоматически разбавлять пробы на автосамплере. Для этого понадобится специальный автосамплер со специальным планшетом для проб: Автосамплер AS vario, планшет 47.

При доукомплектации вместе с блоком разбавления пользователю передается кодовый ключ. После каждого изменения или дополнительного оснащения аналитической системы требуется ее повторная активация с помощью кодового ключа.

- ▶ Авторизоваться в программе как администратор.
- ▶ Вызвать команду меню **Configuration | KeyCode**.
 - ✓ Программа закроется автоматически.
- ▶ При перезапуске программы: Ввести в окне вопроса кодовый ключ.
 - ✓ Анализатор активирован для автоматического разбавления.

5.6.1 Автоматическое разбавление ТС

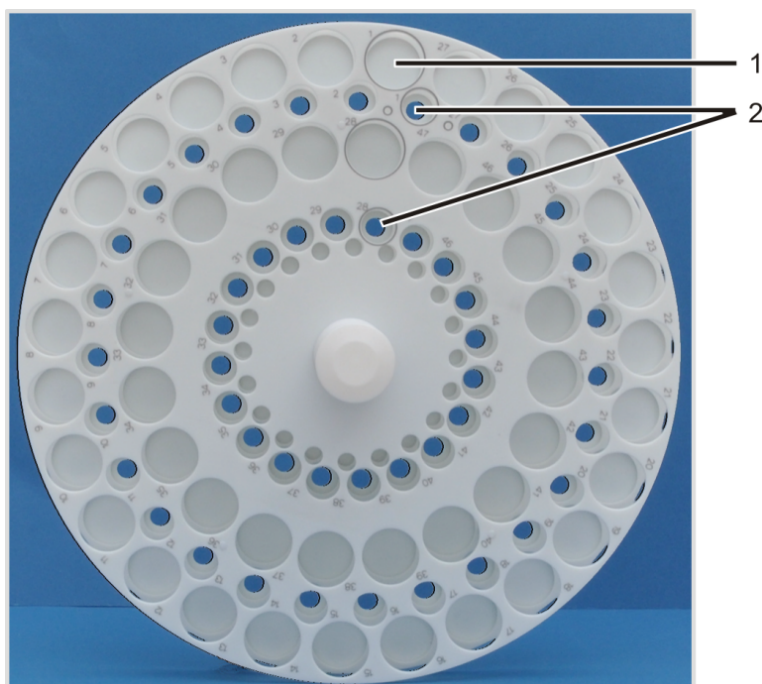
Используйте автоматическое разбавление, если требуется проанализировать пробы с очень высоким содержанием ТС или в неизвестной матрице основной пробы с высокой степенью загрязнения:

Автоматическое разбавление имеет следующие преимущества:

- Реактор не загрязняется без нужды высоким содержанием неорганических солей и кислот. Тем самым повышается его срок службы.
- За счет автоматизации процесса экономится рабочее время.
- Не требуется дополнительная градуировка для высокого диапазона концентрации.

Порядок использования модуля автоматического разбавления:

- ▶ Установить специальный планшет для разбавления (47) и вставить в автосамплер подходящий держатель игл.
- ▶ При помощи команды меню **Configuration | Edit options** открыть окно **Options**, вкладка **Analyzer components**.
- ▶ В группе **Sampler** выбрать размер планшета 47.
- ▶ Во вкладке **Process control** активировать разбавление. Для этого установить флажок в поле **Use dilution algorithm**.
- ▶ Активировать параметр **Automatic dilution**.
- ▶ Заполнить планшет для проб пустыми виалами (50 ml).
- ▶ Пробы, которые следует разбавить, залить в виалы (12 ml). Заполнить планшет пробами.
- ▶ Пробы, которые не нужно разбавлять, залить в виалы (50 ml).
- ▶ Залить ультрачистую воду в бутылку для ультрачистой воды.
- ▶ С помощью команды меню **Instrument | Sampler Alignment** открыть одноименное окно.
- ▶ Настроить иглу для всасывания проб относительно планшета для проб.
- ▶ Установить флажок в поле **Dluent position**. Отрегулировать позицию 1 в большой виале (50 ml).
- ▶ Проверить позицию 1 в виале меньшего объема (12 ml).



Изобр. 55 Планшет для разбавления

1 Позиция 1 ... 47 для виал (50 ml)

2 Позиция 1 ... 47 для виал (12 ml)

- ▶ При необходимости вызвать команду меню **Measurement | Preparation blank**. Определить холостой сигнал воды для разбавления.
 - ✓ Процесс установлен программой. Вода для определения холостого сигнала берется из бутылки с ультрачистой водой.

- ▶ Создать новую таблицу для планшета. Или: Загрузить существующую таблицу для планшета.
- ▶ В поле **Dilution** выбрать желаемое соотношение разбавления. Возможны следующие соотношения: **1 in 5, 1 in 10, 1 in 25, 1 in 50, 1 in 100**.
- ▶ Запустить измерение.

При проведении автоматического разбавления учитывайте следующее:

- Автосамплер разбавляет оригинальные пробы в соответствии с выбранной степенью разбавления в подготовленных виалах (50 ml).
- При работе в режиме NPOC разбавляются пробы всего ряда, после чего начинается анализ. Автосамплер отдувает разбавленные пробы.
- Если активирован алгоритм разбавления, то в программе опция для автоматического подкисления пробы деактивирована. Таким образом, для метода NPOC Вам придется подкислять оригинальные пробы вручную. Как вариант – Вы можете отобрать кислоту пипеткой в большие виалы, в которых автосамплер разбавляет пробы.

В обоих случаях проверить значение pH проб – оно должно быть <2. Только тогда автосамплер может полностью удалить неорганические соединения углерода (TIC) при отдувании.

- Число возможных многократных измерений зависит от выбранного метода, объема инъекции и числа циклов промывки. Должно быть возможно не менее трех измерений.

Если объема разбавленной пробы недостаточно, программа выводит сообщение об ошибке. В таком случае откорректировать настройки метода.

- В аналитическом отчете отображается концентрация первичной пробы. Однако в аналитическом отчете отображаются поверхностные интегралы, которые были получены измерением для разбавленной пробы.

См. также

- Юстировка AS vario автосамплера [► 93]

5.6.2 Интеллектуальное разбавление TN

Высококонтентрированные пробы для определения содержания азота разбавляются для улучшения скорости возврата концентрации.

В режиме разбавления анализатор автоматически разбавляет пробы с содержанием $TN_b > 12 \text{ mg/l}$. Интеллектуальная система разбавления интересна, в частности, для проб в неизвестной концентрации или проб в неизвестной матричной основе.

При интеллектуальном разбавлении анализатор измеряет оригинальную пробу. После первого измерения анализатор по содержанию TN_b определяет дальнейший порядок работы: автоматическое разбавление пробы или продолжение повторных измерений.

Для интеллектуального разбавления применяются следующие пороговые значения:

- При концентрации примерно от $TN_b > 12 \text{ mg/l}$: автоматическое разбавление 1 in 10
- При концентрации примерно от $TN_b > 120 \text{ mg/l}$: автоматическое разбавление 1 in 20

Точное пороговое значение зависит от следующих факторов:

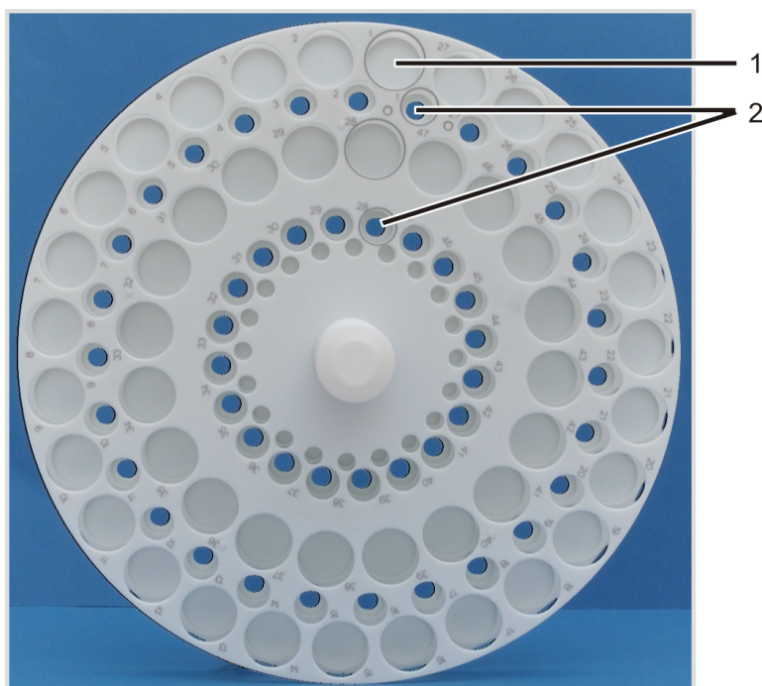
- Матричная основа проб
- Вид соединений азота
- Объем пробы
- Степень старения трубки для сгорания

Для работ в режиме разбавления градуируйте метод до $TN_b = 15 \text{ mg/l}$. Оценивайте качество градуировочной характеристики по коэффициенту регрессии. Следите за тем, чтобы отклонение фактических концентраций в пределах всего диапазона градуировки не превышало заданную концентрацию больше чем на 5 %. Только таким образом Вы получите точные результаты.

Порядок использования интеллектуального разбавления:

- ▶ Установить специальный планшет для разбавления (47) и вставить в автосамплер подходящий держатель игл.
- ▶ При помощи команды меню **Configuration | Edit options** открыть окно **Options**, вкладка **Analyzer components**.
- ▶ В группе **Sampler** выбрать размер планшета 47.
- ▶ Во вкладке **Process control** активировать разбавление. Для этого установить флажок в поле **Use dilution algorithm**.
- ▶ Выбрать параметр **Intelligent dilution**.
- ▶ Залить пробы в виалы (50 ml). Заполнить виалами планшет для проб.
- ▶ Поставить пустые виалы (12 ml) на планшет для проб.
- ▶ Залить ультрачистую воду в бутылку для ультрачистой воды.
- ▶ С помощью команды меню **Instrument | Sampler Alignment** открыть одноименное окно.
- ▶ Настроить иглу для всасывания проб относительно планшета для проб.

- ▶ Установить флажок в поле **Dluent position**. Отрегулировать позицию 1 в большой вiale (50 ml).
- ▶ Проверить позицию 1 в вiale меньшего объема (12 ml).



Изобр. 56 Планшет для разбавления

1 Позиция 1 ... 47 для виал (50 ml)

2 Позиция 1 ... 47 для виал (12 ml)

- ▶ При необходимости вызвать команду меню **Measurement | Preparation blank**. Определить холостой сигнал воды для разбавления.
 - ✓ Процесс установлен программой. Вода для определения холостого сигнала берется из бутылки с ультрачистой водой.
- ▶ Создать новую таблицу для планшета. Или: Загрузить существующую таблицу для планшета.
- ▶ Приведенные в таблице для планшета степени разбавления не относятся к интеллектуальному разбавлению и не влияют на него.
Если, независимо от интеллектуальной системы разбавления, Вы хотите развести пробы: Перед измерением развести пробы вручную. Ввести степень разбавления в столбец **Dilution** таблицы для планшета. Программа рассчитает концентрацию разбавленных проб автоматически.
- ▶ Запустить измерение.

При интеллектуальном разбавлении учитывайте следующее:

- Число возможных многократных измерений зависит от выбранного метода, объема инъекции и числа циклов промывки. Должно быть возможно не менее трех измерений.
Если объема разбавленной пробы недостаточно, программа выводит сообщение об ошибке. В таком случае откорректировать настройки метода.
- В аналитическом отчете отображается концентрация первичной пробы. Однако в аналитическом отчете отображаются поверхностные интегралы, которые были получены измерением для разбавленной пробы.
- Если анализатор разбавляет пробу в интеллектуальном режиме, то для разбавленной пробы в дополнение к изначально присвоенному ID добавляется приложение:
 - `_iV_1_10` для разбавлений 1 in 10

– _iV_1_20 для разбавлений 1 in 20

Разбавленная проба отображается в аналитической таблице непосредственно после оригинальной.

- Интеллектуальное разбавление предусмотрено только для определения содержания TN_b , но не для определения содержания ТС. Интеллектуальное разбавление инициируется только пороговыми значениями для TN. Даже если в методе выбрано определение содержания углерода, при превышении пороговых значений анализатор определяет содержание углерода (ТС) только один раз по оригинальной пробе. Содержание ТС определяется в этом случае по разбавленным пробам.
- Разбавленные пробы не продуваются. Для точного определения содержания ТС или ТОС проведите отдельный цикл анализа без разбавления или с автоматическим разбавлением (ТС).
- Для интеллектуального разбавления не определяйте одновременно содержание ТОС в разностном режиме. Объем проб в виалах меньшего размера (12 ml) не хватит для трех измерений в разностном режиме.

См. также

- 📄 Юстировка AS vario автосамплера [► 93]

6 Техническое обслуживание и уход

Пользователю запрещено выполнять какие-либо другие работы по уходу и обслуживанию устройства и его компонентов, кроме перечисленных ниже.

При проведении всех работ по техническому обслуживанию выполняйте указания раздела «Указания по технике безопасности». Соблюдение указаний по технике безопасности — гарантия бесперебойной эксплуатации. Всегда соблюдайте все предупреждения и указания, как нанесенные на само устройство, так и отображаемые управляющим программным обеспечением.

Чтобы обеспечить безотказную и безопасную работу, компания Analytik Jena рекомендует выполнять ежегодный контроль и обслуживание силами сервисной службы.

6.1 Обзор мероприятий по техническому обслуживанию

Анализатор

Периодичность технического обслуживания	Меры по техническому обслуживанию
Еженедельно	- Очистка прибора и дополнительные меры по уходу. - Очистка реактивной склянки и поддона. - Проверка плотности затяжки крепежных винтов.
Каждые 12 месяцев	Заменить батарею электрохимического детектора NO (ChD, опция) в правой части анализатора.

Система ввода проб и автосамплер

Периодичность технического обслуживания	Меры по техническому обслуживанию
Ежеквартально	Проверить герметичность шприцевого насоса.
Каждые 12 месяцев	Почистить дозирующий шприц (при необходимости раньше).
По мере необходимости	При первом запуске, замене планшета для проб или повторных пуско-наладочных работах после транспортировки и хранения: Юстировать автосамплер.

Система гибких трубок

Периодичность технического обслуживания	Меры по техническому обслуживанию
Ежедневно	Проверка данных потока газа в окне System state.
Еженедельно	Проверка соединений трубок на плотность посадки.
Ежеквартально	Проверить герметичность конденсатного насоса и насоса фосфорной кислоты.
1 раз в 12 мес.	Заменить гибкую трубку насоса.

Система для сжигания

Периодичность технического обслуживания	Меры по техническому обслуживанию
Каждые 12 месяцев	■ Заменить трубку для сжигания (при необходимости раньше). ■ При замене трубки для сжигания: поменять катализатор.
При необходимости	■ Не позднее, чем по сообщению программы: Проверить эффективность катализатора, поменять. ■ При замене катализатора: Проверить трубку для сжигания на наличие повреждений

Осушение и очистки анализируемого газа

Периодичность технического обслуживания	Меры по техническому обслуживанию
Ежедневно	■ Проверка поглотителя галогенов. ■ Если половина объема медного или латунного волокна обесцвечена, замените поглотитель.
Ежеквартально	■ Проверка сборника конденсата ТИС и конденсационного змеевика на трещины и повреждения.
1 раз в 6 мес.	■ Замена влагопоглотителей в передней части и в газовом боксе.
1 раз в 12 мес.	■ Очистка сборника конденсата ТИС и конденсационного змеевика (при необходимости раньше).

Модуль РОС

Периодичность технического обслуживания	Меры по техническому обслуживанию
Ежемесячно, при необходимости раньше	■ Проверить исправность адсорбера. ■ Проверить герметичность модуля. ■ Заменить септу порта РОС.
При необходимости	■ Если материал адсорбера скомкался, поменять адсорбер.

Хемилюминесцентный детектор (CLD)

Периодичность технического обслуживания	Меры по техническому обслуживанию
1 раз в 12 мес.	■ Замена картриджа адсорбера.

6.2 Юстировка и настройка

6.2.1 Общие указания по юстировке автосамплера

Иглы требуется регулировать с учетом планшета таким образом, чтобы они оптимально погружались в вials для проб и сосуды для промывки.

Юстировка автосамплера требуется:

- Перед первым пуском
- После каждого изменения планшета для проб
- При повторном вводе в эксплуатацию после транспортировки или хранения.

Юстировка автосамплеров AS 10e и AS 21hr описана в разделе Установка и ввод в эксплуатацию.

См. также

📖 Установка автосамплера и ввод в эксплуатацию [► 48]

6.2.2 Юстировка AS vario автосамплера



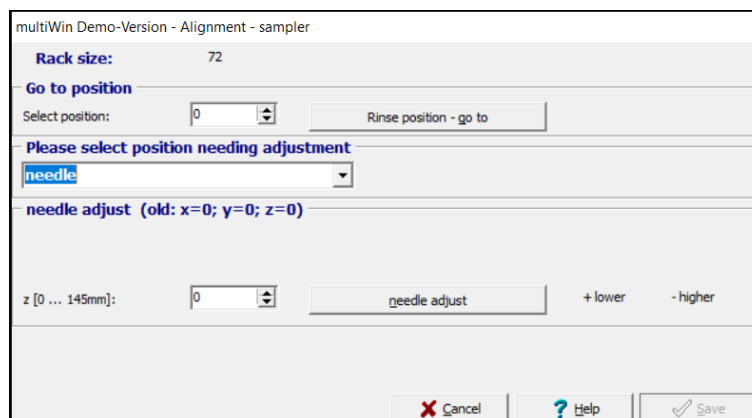
ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность деформации

При юстировке иглы могут деформироваться.

- Перед юстировкой ослабить резьбовые соединения на иглах.

- ▶ Запустить программу. Начинается инициализация устройства.
- ▶ С помощью команды меню **Instrument | Sampler Alignment** открыть одноименное окно.
- ▶ В группе **Please select position needing adjustment** в раскрывающемся списке выбрать **needle**.
 - ✓ Кронштейн автосамплера устанавливается над юстировочными точками на планшете.



Изобр. 57 Юстировка автосамплера

- ▶ Увеличивать или уменьшать значения z до тех пор, пока иглы не окажутся примерно в 2 см над юстировочными точками. Щелкнуть по экранной кнопке **[needle adjust]**.
- ▶ Выровнять иглы по обеим юстировочным точкам, осторожно согнув их.



Изобр. 58 Юстировочные точки на планшете для проб

- ▶ Настроить глубину погружения иглы для всасывания проб в сосуд для промывки и в вials на позиции 1 планшета для проб.
- ▶ Для этого в группе **Please select position needing adjustment** в раскрывающемся списке выбрать **Rinse position** или **Position 1**.
- ▶ Для юстировки позиции 1 поставить вial со стержнем магнитной мешалки на планшет для проб.
- ▶ Для юстировки позиции для промывки или позиции 1 увеличить или уменьшить значения z.
- ▶ Настроить иглы в позиции для промывки таким образом, чтобы они погружались в сосуд для промывки не менее чем на 1 см.
- ▶ Для автосамплера AS vario ER: выставить на позиции для промывки максимальное значение z 145 mm. В результате иглы при промывке будут надежно погружаться в сосуд для промывки на достаточную глубину.
- ▶ Настроить иглы в позиции 1 по высоте таким образом, чтобы стержень мешалки мог беспрепятственно двигаться (расстояние примерно 5 мм).
- ▶ После каждого изменения нажимать кнопку **[Rinse position adjust]** или **[Position 1 adjust]**.
 - ✓ Автосамплер перемещается в новую позицию.
- ▶ Повторять эти шаги до тех пор, пока позиция иглы не будет оптимальной.
- ▶ Для сохранения значений юстировки нажать кнопку **[Save]**.
- ▶ Снова запустить окно **Sampler Alignment**. Для проверки переместиться кнопками в позицию для промывки и в позицию 1.
 - ✓ Автосамплер отъюстирован.

Юстировка автосамплера для автоматического подкисления

Автосамплер может автоматически подкислять пробы для измерений NPOC. Глубина погружения иглы в вial зависит от юстировки по оси z на позиции 1.

- ▶ Отъюстировать иглу в позиции 1.

- ▶ Проверить значения юстировки контрольным измерением.
- ▶ Обратить внимание, что игла при подкислении прокалывает крышку пробы, но не погружается в раствор пробы.

6.2.3 Юстировка автосамплера EPA Sampler



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность деформации

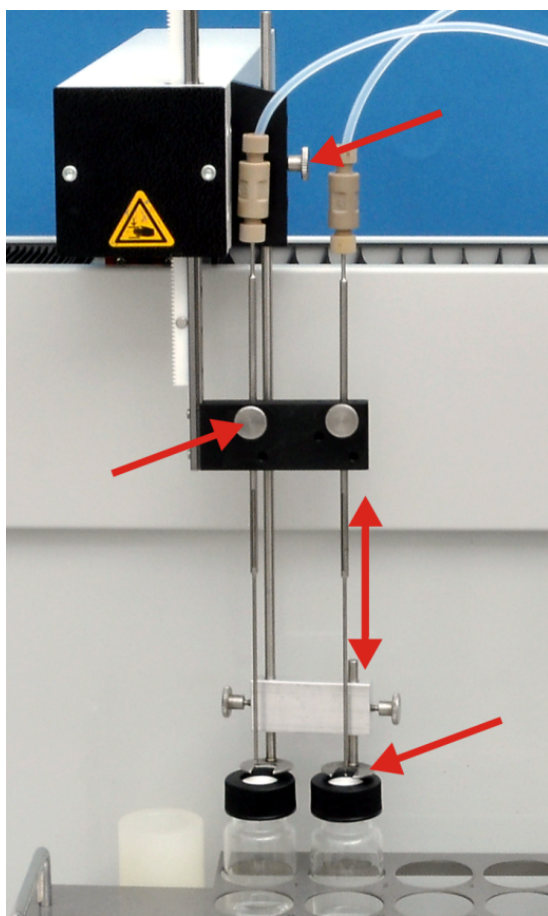
При юстировке иглы могут деформироваться.

- Перед юстировкой ослабить резьбовые соединения на иглах.

Закрепить обе иглы в держателе на такой высоте, чтобы кончики игл не погружались в вials (исходное положение).

Во время настройки требуется юстировка иглы для всасывания проб с учетом позиции для промывки и позиции 1 для пробы на планшете. Выравнивание выполняется путем увеличения или уменьшения значений x, y и z.

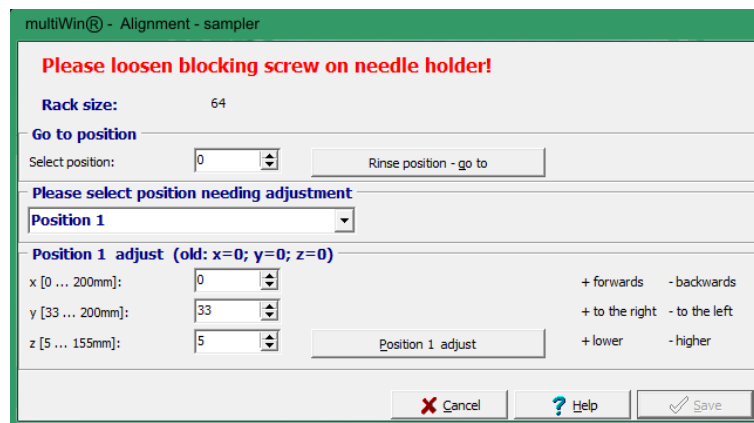
Для виал с крышкой и септой требуются специальные иглы для всасывания проб и продувания с функцией прокола: прокалывающие иглы с прорезью для продувания.



Изобр. 59 Установка игл (здесь: 2 иглы для одновременного продувания)

- ▶ Установить прижим и иглу для всасывания проб в держатель игл. Ослабить фиксирующие винты игл перед юстировкой. Закрепить иглы в держателе таким образом, чтобы кончик иглы не был погружен в виалу.

- ▶ С помощью команды меню **Instrument | Sampler Alignment** открыть одноименное окно.
- ▶ Настроить глубину погружения иглы для всасывания проб в сосуд для промывки и в виалу на позиции 1 планшета для проб.
- ▶ Для этого в группе **Please select position needing adjustment** в раскрывающемся списке выбрать **Rinse position** или **Position 1**.



Изобр. 60 Юстировка autosамплера

- ▶ Для выравнивания позиции для промывки и/или позиции 1 увеличивать или уменьшать значения x, y и z:
 - Ось x: перемещение вперед или назад
 - Ось y: перемещение вправо или влево
 - Ось z: перемещение вверх или вниз



Изобр. 61 Юстировка позиции 1

- ▶ Отъюстировать позицию 1: Для юстировки позиции x и y убрать виалу. Переместиться в позицию. В этой позиции установить стержень мешалки на планшет для проб. Если игла располагается по середине этой позиции, то позиция настроена правильно.
 - Для обеспечения правильной работы значение y не должно быть ниже 33 mm.
- ▶ Для юстировки позиции z установить виалу с навинчивающейся крышкой и септой, например, виала ЕРА, в планшет для проб.

- ▶ Отъюстировать специальную иглу по оси z таким образом, чтобы над септой просматривалась прорезь для продувания длиной около 2 см. Прорезь для продувания должна находиться и над септой, и под ней. В противном случае выравнивание давления в вiale не гарантируется.
- ▶ Отъюстировать позицию для промывки: Настроить позиции x и y таким образом, чтобы игла располагалась по середине сосуда для промывки.
- ▶ По оси z отъюстировать специальную иглу таким образом, чтобы прорезь для продувания просматривалась у верхнего края сосуда для промывки.
- ▶ После каждого изменения нажимать кнопку **[Rinse position adjust]** или **[Position 1 adjust]**.
 - ✓ Автосамплер перемещается в новую позицию.
- ▶ Повторять эти шаги до тех пор, пока позиция иглы не будет оптимальной.
- ▶ Для сохранения значений юстировки нажать кнопку **[Save]**.
- ▶ Снова запустить окно **Sampler Alignment**. Для проверки переместиться кнопками в позицию для промывки и в позицию 1.
 - ✓ Автосамплер отъюстирован.

Юстировка автосамплера для автоматического подкисления

Автосамплер может автоматически подкислять пробы для измерений NPOC. Глубина погружения иглы в виалу зависит от юстировки по оси z на позиции 1.

- ▶ Отъюстировать иглу в позиции 1.
- ▶ Проверить значения юстировки контрольным измерением.
- ▶ Обратить внимание, что игла при подкислении прокалывает крышку пробы, но не погружается в раствор пробы.

6.2.4 Юстировка автосамплера



ПРИМЕЧАНИЕ

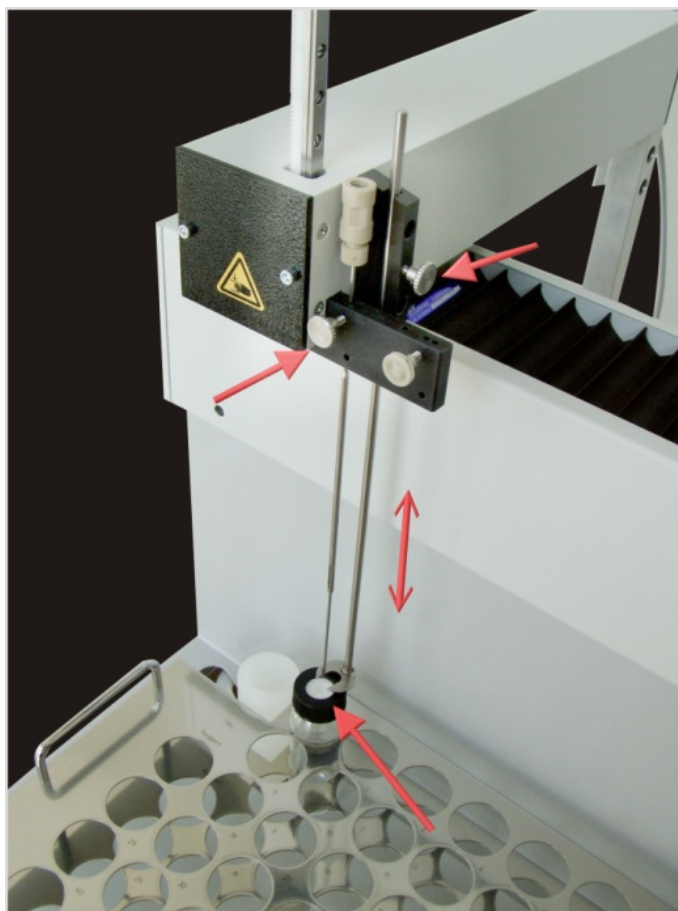
Опасность деформации

При юстировке иглы могут деформироваться.

- Перед юстировкой ослабить резьбовые соединения на иглах.

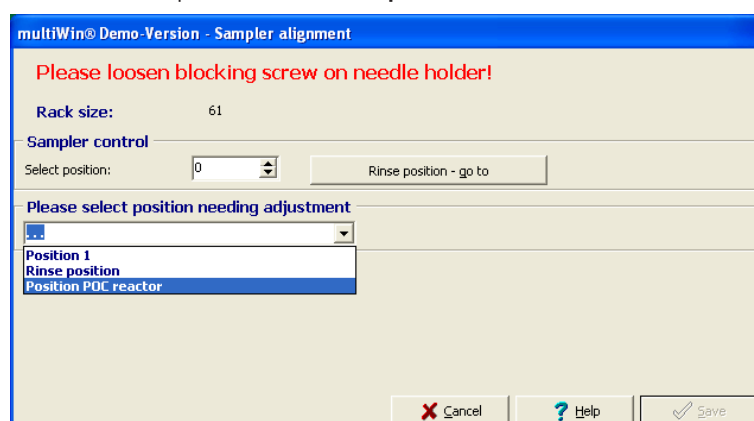
Во время настройки требуется юстировка иглы для всасывания проб на планшете с учетом позиции для промывки, позиции 1 для пробы и позиции РОС-реактора. Выравнивание выполняется путем увеличения или уменьшения значений x, y и z.

Для виал с крышкой и септой требуется специальная игла для всасывания проб с функцией прокола: Прокалывающая игла с прорезью для продувания.



Изобр. 62 Юстировка иглы и прижима

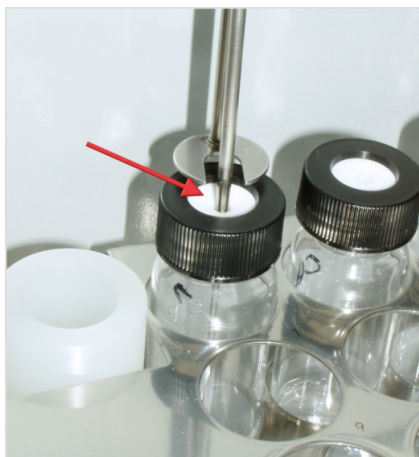
- ▶ Установить прижим и иглу для всасывания проб в держатель игл. Ослабить фиксирующие винты иглы перед юстировкой. Закрепить иглу в держателе таким образом, чтобы ее кончик не был погружен в виау.
- ▶ С помощью команды меню **Instrument | Sampler Alignment** открыть одноименное окно.
- ▶ Для этого в группе **Please select position needing adjustment** в раскрывающемся списке выбрать запись **Rinse position**, запись **Position 1** или **Position POC reactor**.



Изобр. 63 Юстировка autosамплера

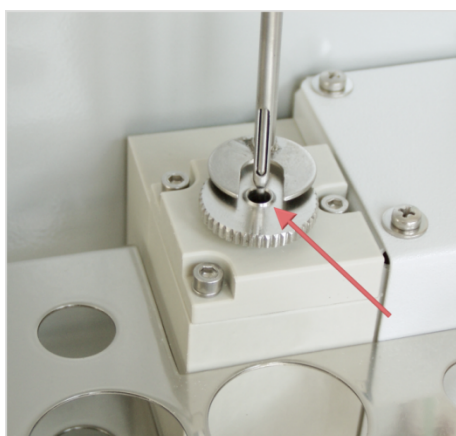
- ▶ Для выравнивания позиции для промывки и/или позиции 1 увеличивать или уменьшать значения x, y и z:
 - Ось x: перемещение вперед или назад
 - Ось y: перемещение вправо или влево

- Ось z: перемещение вверх или вниз



Изобр. 64 Юстировка позиции 1

- ▶ Отъюстировать позицию 1: Для юстировки позиции x и y убрать виалу. Переместиться в позицию. В этой позиции установить стержень мешалки на планшет для проб. Если игла располагается по середине этой позиции, то позиция настроена правильно.
 - Для обеспечения правильной работы значение y не должно быть ниже 33 mm.
- ▶ Для юстировки позиции z установить виалу с навинчивающейся крышкой и септой, например, виала ЕРА, в планшет для проб.
- ▶ Отъюстировать специальную иглу по оси z таким образом, чтобы над септой просматривалась прорезь для продувания длиной около 2 см. Прорезь для продувания должна находиться и над септой, и под ней. В противном случае выравнивание давления в виале не гарантируется.
- ▶ Отъюстировать позицию для промывки: Настроить позиции x и y таким образом, чтобы игла располагалась по середине сосуда для промывки.
- ▶ По оси z отъюстировать специальную иглу таким образом, чтобы прорезь для продувания просматривалась у верхнего края сосуда для промывки.



Изобр. 65 Юстировка иглы на РОС-реакторе

- ▶ Отъюстировать позицию РОС-реактора: Как можно точнее отъюстировать иглу по оси x и y.
- ▶ По оси z отъюстировать специальную иглу таким образом, чтобы весь толстый стержень иглы, включая прорезь для продувания, просматривался над портом РОС-реактора.

- ▶ После каждого изменения нажимать кнопку **[Rinse position adjust]**, **[Position 1 adjust]** или **[Position POC reactor adjust]**.
 - ✓ Автосамплер перемещается в новую позицию.
- ▶ Повторять эти шаги до тех пор, пока позиция иглы не будет оптимальной.
- ▶ Для сохранения значений юстировки нажать кнопку **[Save]**.
- ▶ Снова запустить окно **Sampler Alignment**. Для проверки переместиться кнопками в отъюстированные позиции.
 - ✓ Автосамплер отъюстирован.

6.2.5 Настройка продувочного потока NPOC



ОСТОРОЖНО

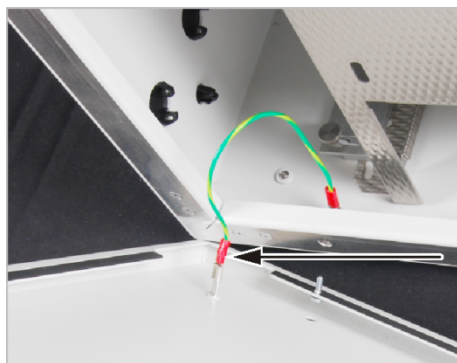
Нагретая до высокой температуры печь представляет опасность. Возможно получение ожога

Для настройки продувочного потока NPOC следует открыть боковину анализатора. Внимание! Опасность травмирования от горячей печи.

- При настройке продувочного потока NPOC на газовом боксе держаться от горячей печи для сжигания на безопасном расстоянии.

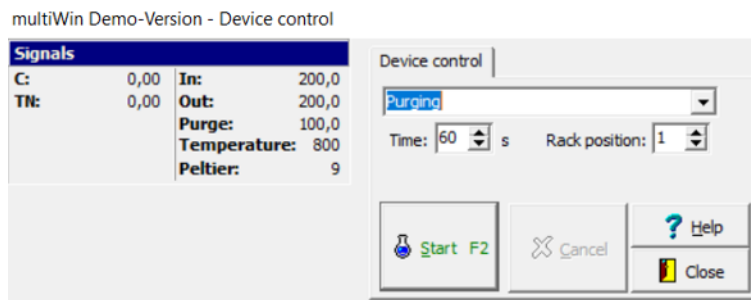
Продувочный поток NPOC по умолчанию выставлен на 100 ml/min. В зависимости от решаемой аналитической задачи с помощью игольчатого клапана NPOC можно увеличивать или уменьшать расход продувочного потока NPOC. Игольчатый клапан NPOC располагается за левой боковиной, слева рядом с печью для сжигания.

Порядок установки расхода продувочного потока NPOC:



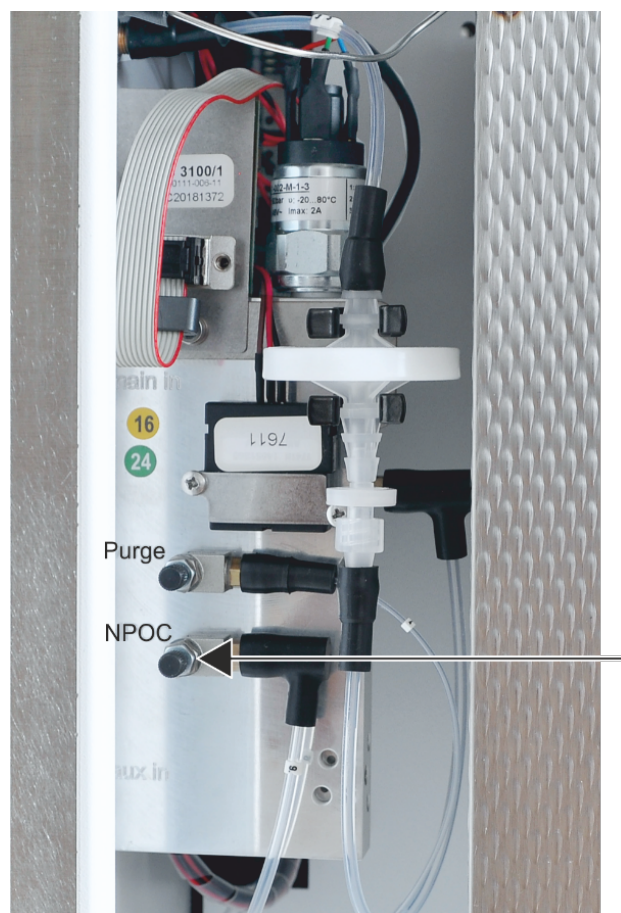
Изобр. 66 Подсоединение защитного провода к боковине

- ▶ Открыть левую боковину анализатора. При необходимости отвести модули-приставки в сторону. Следить за тем, чтобы не перегнуть гибкие трубки.
 - Выкрутить четыре крепежных винта. Винты не выпадают и остаются в панели.
 - Отсоединить заземляющий провод. Отложить боковину в надежное место.
- ▶ С помощью команды меню **Instrument | Device control** открыть одноименное окно.



Изобр. 67 Настройка продувания

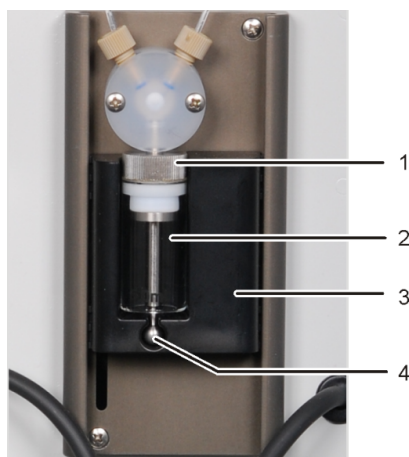
- ▶ В раскрывающемся списке выбрать параметр **Purging**.
- ▶ Выбрать время продувания в поле **Time** в диапазоне 1 ... 900 s.
- ▶ Для ввода проб с помощью автосамплера: В поле **Rack position** выбрать произвольную позицию на планшете для проб, на которой нужно мониторить продувочный поток.
- ▶ Установить в этой позиции виалу с ультрачистой водой.
- ▶ Для ручного ввода проб: Ввести трубку для продувания 7 в заполненный ультрачистой водой сосуд для проб.
- ▶ Щелкнуть по экранной кнопке **[Start F2]**.
- ▶ Ослабить регулировочный винт на игольчатом клапане NPOC.
- ▶ Настроить желаемый продувочный поток NPOC:
 - Повышение продувочного потока NPOC: Повернуть игольчатый клапан влево.
 - Уменьшение продувочного потока NPOC: Повернуть игольчатый клапан вправо.
- ▶ При этом контролировать индикатор потока в окне **System state**. Текущий продувочный поток NPOC отображается в строке **Purge**.
- ▶ Снова затянуть регулировочный винт на игольчатом клапане.
- ▶ Закрыть боковину.
 - Подсоединить заищенный провод к левой боковине.
 - Слегка затянуть винты сначала в нижней, а затем в верхней части. Поочередно затянуть винты.



Изобр. 68 Настройка продувочного потока NPOC

6.3 Обслуживание шприцевого насоса

Порядок чистки или замены дозирующего шприца:



- ▶ Открыть дверцы анализатора.
- ▶ Опорожнить шприцевой насос с программной поддержкой:
 - С помощью команды меню **Instrument | Device control** открыть одноименное окно.
 - Выбрать параметр **Change syringe**, после чего нажать **[Start F2]**.
 - ✓ Насос опорожнится и переместится в позицию для замены.
- ▶ Выкрутить дозирующий шприц (1) из клапана и извлечь из привода (3).
- ▶ Разобрать и почистить стеклянный цилиндр (2) и поршень (4).
- ▶ Вставить поршневой шток дозирующего шприца в привод.
- ▶ Вкрутить стеклянный цилиндр в клапан.
 - ✓ Анализатор вновь готов к работе.

6.4 Замена насосной гибкой трубки



ОСТОРОЖНО

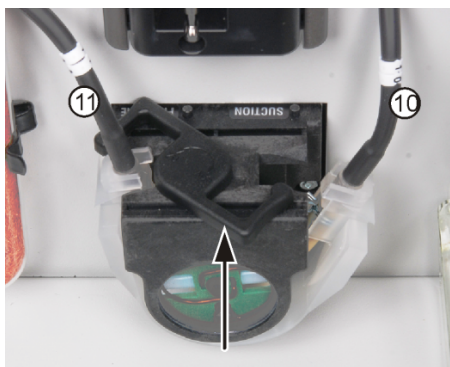
Опасность химического ожога при замене трубки

В трубках может оставаться небольшое количество растворов кислот.

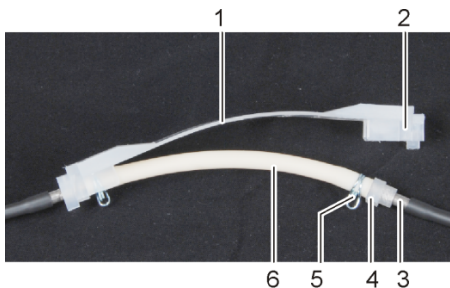
- При замене трубок надевайте защитные перчатки и одежду.
- Соберите вытекшую жидкость впитывающей салфеткой.

Каждые 3 месяца проверять трубки насоса на герметичность, не позднее, чем через 12 месяцев, заменять.

Конденсатный насос

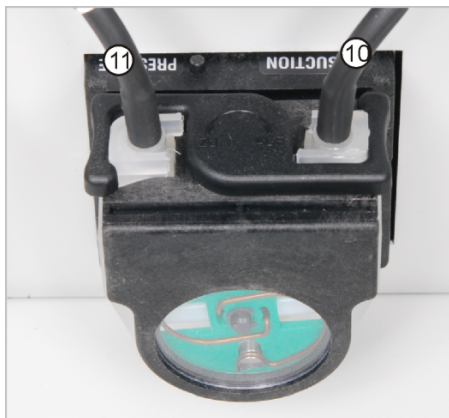


- ▶ Завершить работу аналитической программы или отключить газовый поток щелчком по кнопке **[OK]** рядом с **Gas flow** в окне **System state**.
- ▶ Открыть дверцы анализатора.
- ▶ Отвести скобу на конденсатном насосе влево.
- ▶ Отсоединить трубки 10 и 11 от точек подключения.



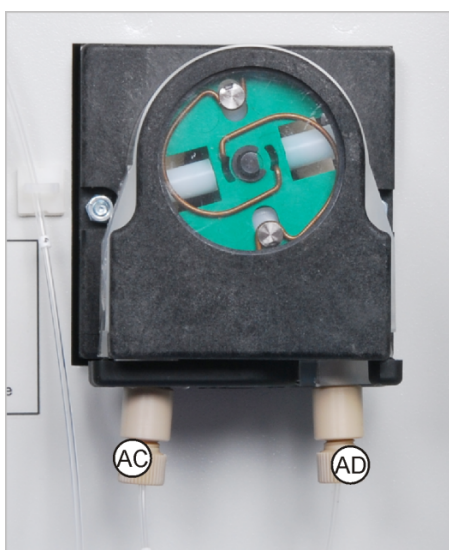
- 1 Обойма
- 2 Паз
- 3 Металлический штуцер
- 4 Направляющая гибкой трубки
- 5 Зажим гибкой трубки
- 6 Насосная гибкая трубка

- ▶ Снять обойму с насосной гибкой трубкой с корпуса насоса.
- ▶ Проверить насосную гибкую трубку и соединения на сильный износ и трещины. Если из насосной гибкой трубки или точек соединения выходит жидкость, насосная гибкая трубка подлежит замене.
- ▶ Протереть корпус насоса и опору ролика ультрачистой водой.
- ▶ Проверить корпус насоса и опору ролика на износ.
- ▶ Вставить в обойму исправную или новую насосную гибкую трубку. При установке повернуть зажимы гибких трубок вниз.
- ▶ Установить направляющую гибкой трубки в паз обоймы.

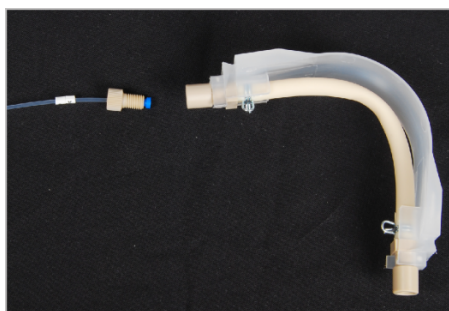


- ▶ Проложить обойму вокруг корпуса насоса.
- ▶ Прижать обойму одной рукой вниз. Другой рукой отвести скобу вправо до ее фиксации.
- ▶ Снова надеть трубки 10 и 11 на патрубки.
- ▶ Снова запустить подачу газа и проверить герметичность системы.
 - ✓ Насос вновь готов к работе.

Насос фосфорной кислоты



- ▶ Завершить работу аналитической программы или отключить газовый поток щелчком по кнопке [OK] рядом с **Gas flow** в окне **System state**.
- ▶ Демонтировать трубку насоса в порядке, аналогичном для конденсатного насоса.



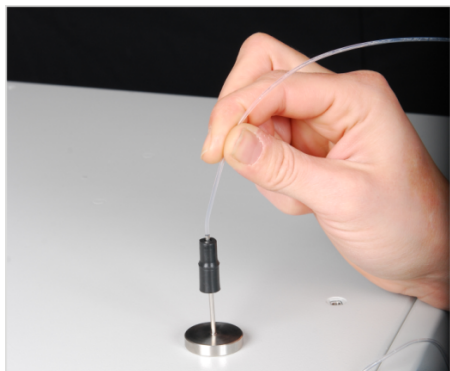
- ▶ Гибкие трубки AC и AD соединены с насосом при помощи соединительных узлов Fingertight. Открутить трубки от насоса в соединительных узлах Fingertight.
- ▶ Проверить насосную гибкую трубку на сильный износ и трещины.
- ▶ Смонтировать насосную гибкую трубку описанным выше образом. Снова подсоединить трубки AC и AD к насосу.
- ▶ Снова запустить подачу газа и проверить герметичность системы.
 - ✓ Насос вновь готов к работе.

6.5 Замена соединений трубок

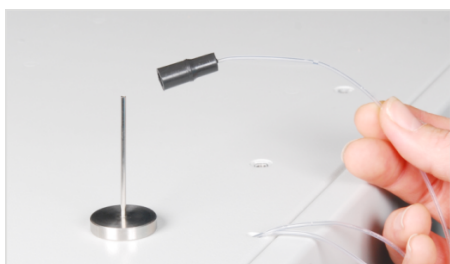
Быстроразъемные соединительные элементы соединяют трубки со стеклянными частями. Для продевания тонких гибких трубок в соединительные элементы использовать специальное приспособление. Оно входит в комплект к анализатору. После замены трубок проверьте герметичность системы.



- ▶ Надеть быстроразъемный соединительный элемент на иглу приспособления для продевания. При этом узкое отверстие направлено вверх.



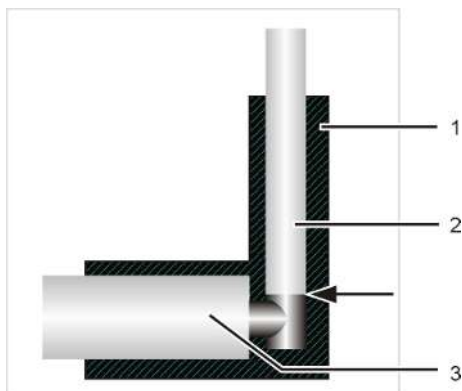
- ▶ Продеть гибкую трубку в иглу приспособления для продевания.



- ▶ Переместить быстроразъемный соединительный элемент с иглы на гибкую трубку.
- ▶ Вытащить гибкую трубку из иглы приспособления для продевания. Вытянуть гибкую трубку из быстроразъемного соединительного элемента настолько, чтобы она больше не вдавалась в широкое отверстие.

Угловые быстроразъемные соединительные элементы

При использовании угловых быстроразъемных соединительных элементов не вытаскивать концы трубок за пределы длины колена соединительного элемента. В противном случае будет нарушено беспрепятственное прохождение газа.



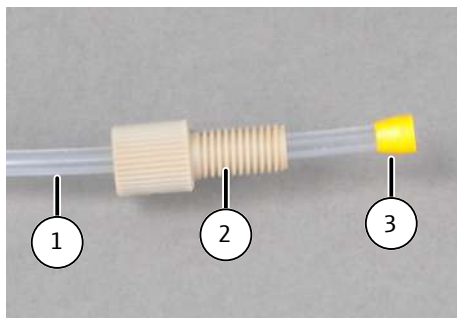
Изобр. 69 Быстроразъемный соединительный элемент, угловой

- | | |
|--|-----------------|
| 1 Угловой быстроразъемный соединительный элемент | 2 Гибкая трубка |
| 3 Газовый патрубок | |

Соединительные узлы Fingertight

- ▶ При использовании соединительных узлов Fingertight концы гибких трубок должны быть круглые, не смятые, прямого сечения.
- ▶ Надеть коническое уплотнение на гибкую трубку конусом по направлению к полному винту. Уплотнительный конус и конец трубки должны быть заподлицо.

- Не перекашивать полый винт при установке и затягивать его только от руки.



Изобр. 70 Замена соединительного узла Fingertight

- | | |
|-----------------------------------|--------------|
| 1 Гибкая трубка | 2 Полый винт |
| 3 Конический уплотнительный конус | |

6.6 Проверка системы на герметичность



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность утечки газа

Поток на выходе значительно ниже потока на входе свидетельствует об утечке газа.

- Проверить все стыки, например, пенящимся раствором ПАВ.
- Запускать устройство только после ликвидации утечки газа.

Герметичность системы проверяется автоматически на выходе газа на анализаторе.

- Включить анализатор.
- Открыть подачу газа-носителя редуктором.
- Запустить аналитическое программное обеспечение.
- Проверить индикатор потока в окне **System state**:
 - **In** (поток на входе): 160 ml/min
 - **Out** (поток на выходе): 160 ± 10 ml/min

6.7 Замена катализатора

При снижении активности катализатора необходимо заполнить трубку для сжигания свежим катализатором.

Программа показывает, когда интервал обслуживания катализатора через максимум 1500 инъекций истек. В этом случае необходимо проверить, требуется ли замена катализатора.

Утилизируйте отработанный катализатор в установленном порядке.

См. также

- 📄 Утилизация [▶ 141]

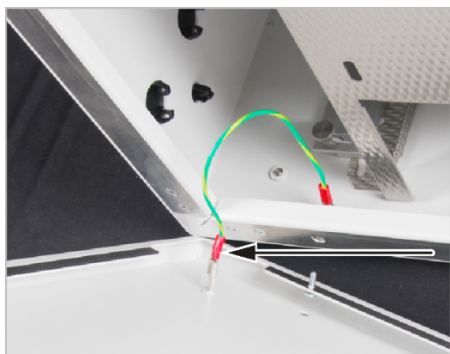
6.7.1 Демонтаж трубки для сжигания



ОСТОРОЖНО

Нагретая до высокой температуры печь представляет опасность, возможно получение ожога

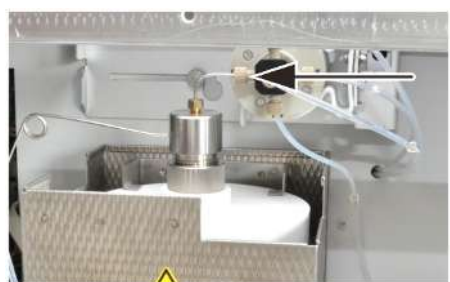
- Прежде чем приступать к техобслуживанию, выключите прибор и дождитесь его остывания.



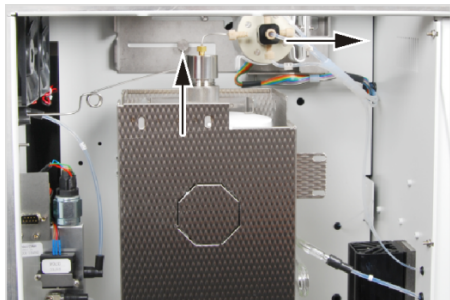
- ▶ Включить анализатор главным выключателем. Извлечь штепсельную вилку из розетки. Отключить подачу газа редуктором в лаборатории.
- ▶ Открыть левую боковину анализатора. При необходимости отвести модули-приставки в сторону. Следить за тем, чтобы не перегнуть гибкие трубки.
 - Выкрутить четыре крепежных винта. Винты не выпадают и остаются в панели.
 - Отсоединить заземляющий провод. Отложить боковину в надежное место.



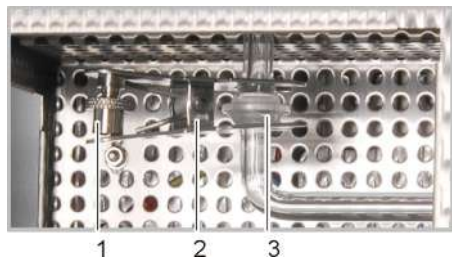
- ▶ Извлечь иглу для газа-носителя из быстроразъемного соединительного элемента на левой боковине.



- ▶ Отсоединить быстроразъемный соединительный элемент Fingertight иглы печи от переключающего клапана.



- ▶ Ослабить рифленный винт на держателе переключающего клапана.
- ▶ Сдвинуть переключающий клапан вправо. В результате из переключающего клапана выходит игла печи.



- ▶ Снять под печью для сжигания шлиф (3), соединяющий трубку для сжигания с конденсационным змеевиком.
- ▶ Для этого выкрутить рифленный винт (1) и снять вильчатый зажим (2).

- ▶ Осторожно через верх извлечь трубку для сжигания из печи.
- ▶ Выкрутить головку печи из трубки для сжигания. Снять накидную гайку, прижимное кольцо и три уплотнительных кольца.
- ▶ Удалить отработанный наполнитель катализатора. Проверить трубку для сжигания на наличие повышенной кристаллизации, трещин и сколов. Использовать повторно только исправные трубки для сжигания.
- ▶ Тщательно промыть пустую трубку для сжигания ультрачистой водой и хорошо просушить.

6.7.2 Заполнение трубки для сжигания



ПРИМЕЧАНИЕ

Пот на руках сокращает срок службы трубки для сжигания

При нагреве печи для сжигания в кварцевом стекле из-за присутствия в поте на руках солей щелочных металлов начинаются процессы кристаллизации. В результате этого срок службы трубки для сжигания сокращается.

- По возможности не прикасаться руками к почищенной трубке для сжигания при ее заполнении. Работать в защитных перчатках.
- Заполнять только полностью сухие трубки для сжигания.
- Убирать отпечатки пальцев салфеткой, смоченной спиртом.



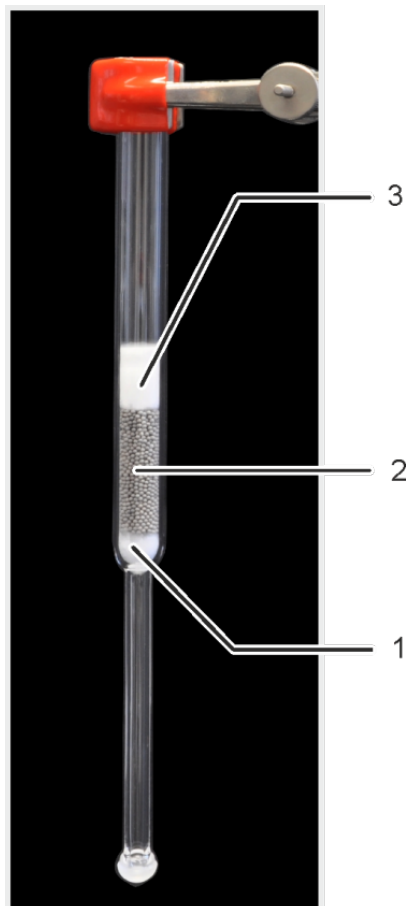
ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения детектора

При первом нагреве катализатор может выделять газ, заметный по появлению тумана в конденсационном сосуде T1C.

- При первом нагреве выполнить отжиг катализатора при рабочей температуре ок. 30 min.
- В это время перекрыть линию газа влагопоглотителями на передней панели, чтобы защитить детектор от воздействия газов.

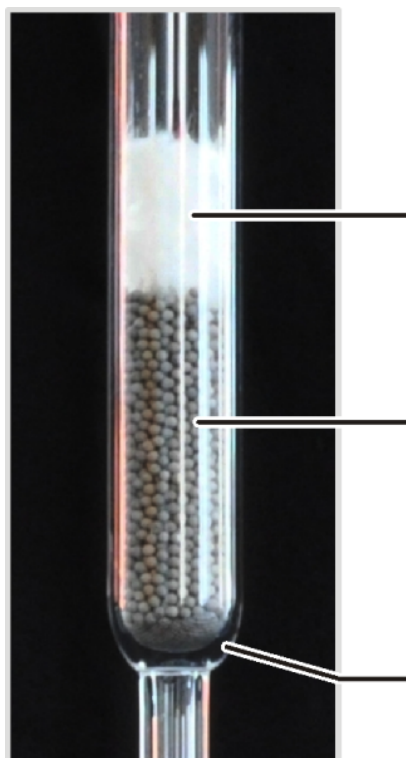
Заполнение трубки для сжигания, для стандартных проб



- ▶ Для заполнения трубки для сжигания закрепить ее в штативе.
- ▶ Заполнить трубку для сжигания кварцевым волокном (1) слоем толщиной ок. 1 см, осторожно протолкнуть волокно стеклянной палочкой и уплотнить.
Стеклянное волокно удерживает катализатор. Следить за тем, чтобы в линию газа не попал катализатор. Не набивать стекловолочно слишком плотно!
- ▶ Осторожно уложить платиновый катализатор (2) на кварцевое волокно слоем ок. 4 см.
- ▶ Скатать ТС-холстик (3), начиная с узкой стороны.
Валик должен быть диаметром около 13 мм и высотой около 2 см, чтобы мог легко проходить в трубку для сжигания.
- ▶ Вставить скатанный ТС холстик в трубку для сжигания и протолкнуть его стеклянной палочкой вниз таким образом, чтобы он закрыл катализатор.
- ▶ Слегка прижать холстик к катализатору.

Рекомендуемая рабочая температура для такого наполнителя составляет 800 °C.

Заполнение трубки для сжигания проб с высоким содержанием солей



В случае проб с высоким содержанием солей заполняемый катализатор укладывается на платиновую сетку.

- ▶ Для заполнения трубки для сжигания закрепить ее в штативе.
- ▶ Вставить платиновую сетку в трубку для сжигания и осторожно протолкнуть ее стеклянной палочкой вниз.
Платиновая сетка удерживает катализатор. Следить за тем, чтобы в линию газа не попал катализатор.
- ▶ Осторожно уложить платиновый катализатор (2) на платиновую сетку слоем ок. 4 см.
- ▶ Скатать ТС-холстик (3), начиная с узкой стороны.
Валик должен быть диаметром около 13 мм и высотой около 2 см, чтобы мог легко проходить в трубку для сжигания.
- ▶ Вставить скатанный ТС холстик в трубку для сжигания и протолкнуть его стеклянной палочкой вниз таким образом, чтобы он закрыл катализатор.
- ▶ Слегка прижать холстик к катализатору.

Рекомендуемая рабочая температура для такого наполнителя составляет 720 ... 750 °C.

6.7.3 Монтаж трубки для сжигания



ПРИМЕЧАНИЕ

Пот на руках сокращает срок службы трубки для сжигания

При нагреве печи для сжигания в кварцевом стекле из-за присутствия в поте на руках солей щелочных металлов начинаются процессы кристаллизации. В результате этого срок службы трубки для сжигания сокращается.

- По возможности не прикасаться руками к почищенной трубке для сжигания при ее заполнении. Работать в защитных перчатках.
- Заполнять только полностью сухие трубки для сжигания.
- Убирать отпечатки пальцев салфеткой, смоченной спиртом.



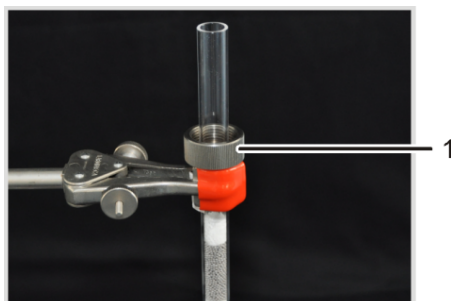
ПРИМЕЧАНИЕ

Предотвращение нарушений герметичности

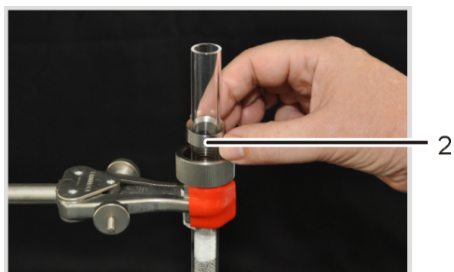
Из-за небольших различий внешнего диаметра трубок для сжигания не всегда удастся установить новую трубку для сжигания с уже использованными уплотнительными кольцами абсолютно герметично.

- При установке новой трубки для сжигания всегда используйте новые уплотнительные кольца (402-815.102).

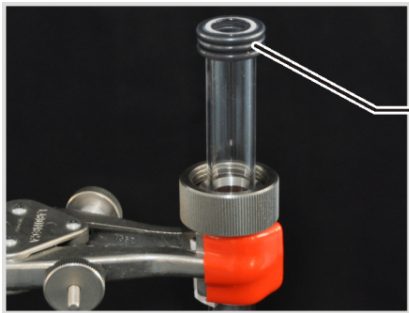
Прежде чем установить трубку для сжигания в печь, смонтируйте на нее головку печи.



- ▶ Надеть накидную гайку (1) на трубку для сжигания.



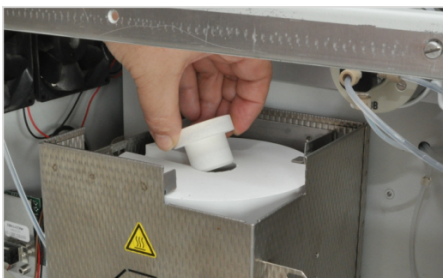
- ▶ Установить в накидную гайку прижимное кольцо (2). При этом прижимное кольцо должно быть обращено конической стороной вверх.



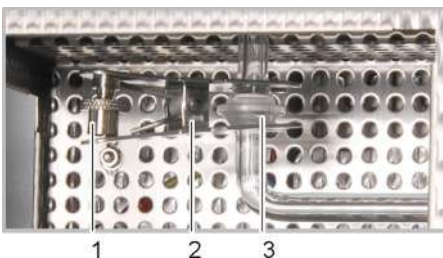
- ▶ Надеть три уплотнительных кольца в изоляционной оболочке (3) на трубку для сжигания. Уплотнительные кольца должны располагаться заподлицо с краем трубки для сжигания.



- ▶ Осторожно до упора надеть головку печи на трубку для сжигания.
- ▶ Слегка прижать головку печи к трубке и с усилием руки затянуть накидную гайку. Игла печи и игла для газа-носителя уже установлены на головке.



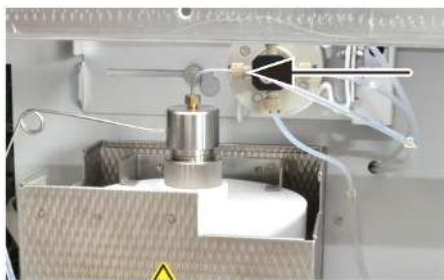
- ▶ Вставить керамический держатель в верхнее отверстие печи для сжигания (при отсутствии).
- ▶ Вставить трубку для сжигания с головкой печи в печь для сжигания.



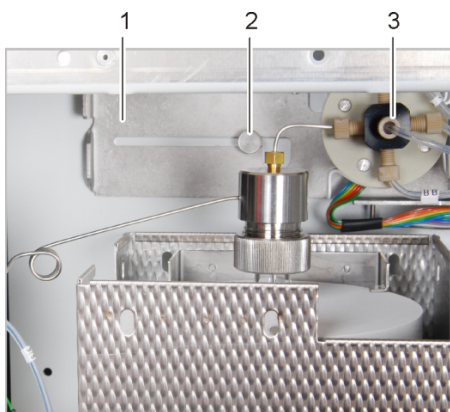
- ▶ Соединить нижний конец трубки для сжигания с входом конденсационного змеевика (соединительный шаровой шлиф (1)).
- ▶ Зафиксировать шлиф вильчатым зажимом (2). От руки затянуть рифленый винт (3).



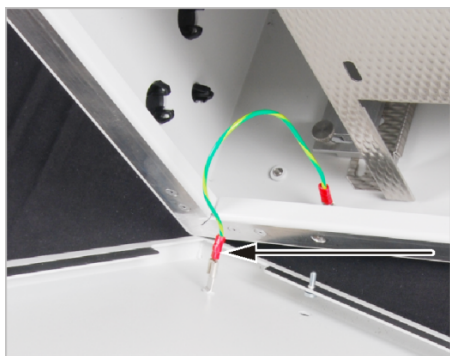
- ▶ С помощью быстроразъемного соединительного элемента подключить вывод газа-носителя к точке подключения на стенке устройства.



- ▶ Сдвинуть переключающий клапан влево настолько, чтобы он касался вывода иглы печи.
- ▶ С помощью быстроразъемного соединительного элемента Fingertight с усилием руки прикрутить иглу печи к переключающему клапану.



- ▶ Зафиксировать переключающий клапан (3) в этом положении. Для этого с усилием руки затянуть рифленый винт (2) на держателе (1).
- ▶ Установить верхнюю панель на анализатор.



- ▶ Закрыть боковину.
 - Подсоединить заищтный провод к левой боковине.
 - Слегка затянуть винты сначала в нижней, а затем в верхней части. Поочередно затянуть винты.
- ▶ Включить подачу газа. Вставить штепсельную вилку в розетку и включить анализатор главным выключателем.
- ▶ Проверить герметичность системы.
 - ✓ Анализатор вновь готов к работе.

6.8 Демонтаж и монтаж печи для сжигания

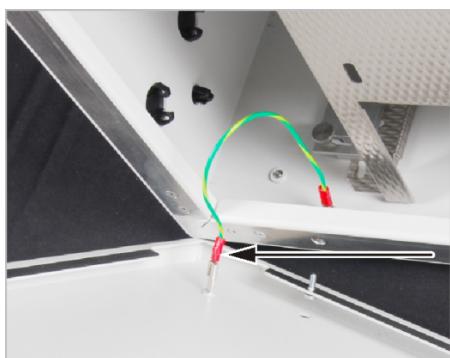
6.8.1 Демонтаж печи для сжигания



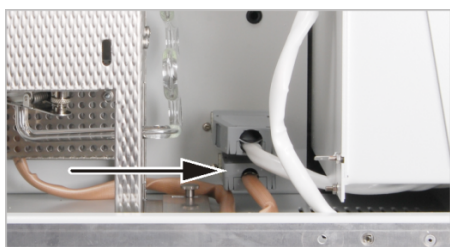
ОСТОРОЖНО

Нагретая до высокой температуры печь представляет опасность, возможно получение ожога

- Прежде чем приступить к техобслуживанию, выключите прибор и дождитесь его остывания.



- ▶ Включить анализатор главным выключателем. Извлечь штепсельную вилку из розетки. Отключить подачу газа редуктором в лаборатории.
- ▶ Открыть левую боковину анализатора. При необходимости отвести модули-приставки в сторону. Следить за тем, чтобы не перегнуть гибкие трубки.
 - Выкрутить четыре крепежных винта. Винты не выпадают и остаются в панели.
 - Отсоединить заземляющий провод. Отложить боковину в надежное место.



- ▶ Снять верхнюю панель.
- ▶ Демонтировать трубку для сжигания. Сдвинуть переключающий клапан вправо, чтобы он не мешал при дальнейшем демонтаже.
- ▶ Демонтировать конденсационный змеевик.
- ▶ Извлечь разъем печи для сжигания из гнезда.



- ▶ Выкрутить рифленные винты, которыми печь прикреплена к нижней части устройства.
- ▶ Поднять печь из анализатора.
- ▶ Снова закрепить рифленные винты на нижней части устройства, чтобы они не потерялись.

См. также

- Демонтаж трубки для сжигания [▶ 107]
- Обслуживание конденсационного змеевика [▶ 115]

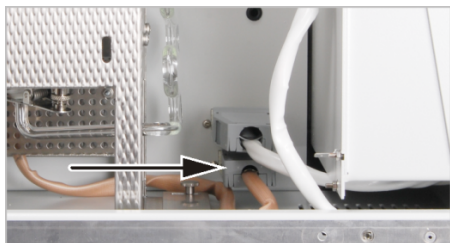
6.8.2 Монтаж печи для сжигания



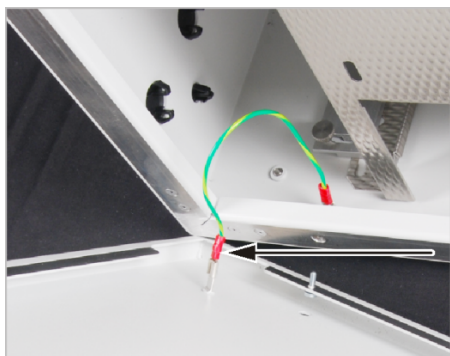
- ▶ Открыть левую боковину анализатора. Снять верхнюю панель.
- ▶ Ослабить рифленный винт на держателе переключающего клапана. Сдвинуть переключающий клапан вправо, чтобы он не мешал при монтаже.
- ▶ Выкрутить рифленные винты на нижней части устройства, которыми прикреплена печь.



- ▶ Установить печь посередине. Выровнять переднюю сторону печи параллельно стенке устройства.
- ▶ Закрепить печь рифлеными винтами. Затянуть рифленные винты усилием руки.



- ▶ Вставить разъем печи для сжигания в гнездо справа внизу на задней панели устройства.
- ▶ Установить трубку для сжигания.
- ▶ Смонтировать конденсационный змеевик.
- ▶ Вставить гибкую трубку для всасывания пробы и гибкую трубку для продувания через верхнее отверстие. Установить верхнюю панель. Подсоединить гибкие трубки к автосамплеру.



- ▶ Закрывать боковину.
 - Подсоединить защитный провод к левой боковине.
 - Слегка затянуть винты сначала в нижней, а затем в верхней части. Поочередно затянуть винты.
- ▶ Включить подачу газа. Вставить штепсельную вилку в розетку и включить анализатор главным выключателем.
- ▶ Проверить герметичность системы.
 - ✓ Анализатор вновь готов к работе.

6.9 Чистка конденсационного сосуда ТИС



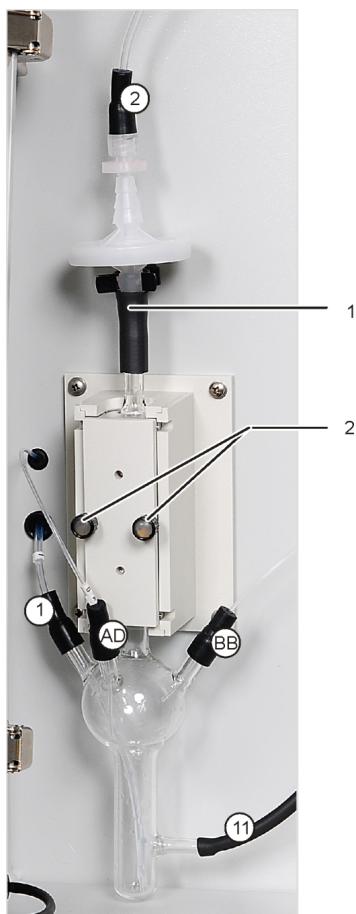
ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Опасность химического ожога фосфорной кислотой

В конденсационном сосуда ТИС находится фосфорная кислота. Фосфорная кислота раздражает глаза, кожу и слизистые.

- При обращении с концентрированной кислотой носить защитные очки и защитную спецодежду. Работать под вытяжным устройством.
- Соблюдать все требования и инструкции паспорта безопасности.

Регулярно проверяйте конденсационный сосуд ТИС на наличие отложений. Чистка конденсационного сосуда ТИС производится только в том случае, если пробы больше не отдуваются должным образом.



- ▶ Завершить работу аналитической программы или отключить газовый поток щелчком по кнопке **[OK]** рядом с **Gas flow** в окне **System state**.
- ▶ Открыть дверцы анализатора.
- ▶ Отсоединить от конденсационного сосуда TIC гибкую трубку, соединяющуюся с влагопоглотителями (1).
- ▶ С помощью быстроразъемных соединительных элементов отсоединить гибкие трубки 1, AD и BB от конденсационного сосуда TIC.
- ▶ Отсоединить гибкую трубку для отходов 11 от точки подключения под конденсационным сосудом TIC.
- ▶ Ослабить два рифленых винта (2) на панели блока охлаждения. Снять крышку и конденсационный сосуд TIC.
- ▶ Проверить конденсационный сосуд TIC на наличие отложений и трещин и промыть его ультрачистой водой.
- ▶ Закрепить гибкие трубки в соответствии с изображением:
 - Надеть гибкую трубку для отходов 11 не менее чем на 1 см на нижний вывод конденсационного сосуда TIC.
 - С помощью быстроразъемных соединительных элементов надеть гибкие трубки 1, AD и BB на выводы конденсационного сосуда TIC. Надеть быстроразъемные соединительные элементы не менее чем на 1 см.
 - Вставить гибкую трубку 1 почти до дна конденсационного сосуда TIC.
 - Закрепить соединительную гибкую трубку (1) между конденсационным сосудом TIC и влагопоглотителями.
- ▶ Вставить конденсационный сосуд TIC в блок охлаждения. Закрепить крышку блока охлаждения двумя рифлеными винтами.
- ▶ Снова включить подачу газа.
 - ✓ Конденсационный сосуд TIC снова готов к работе.

6.10 Обслуживание конденсационного змеевика

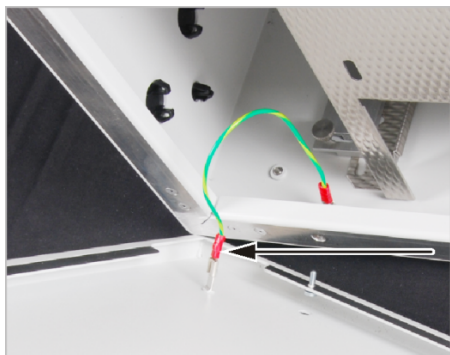
Демонтаж и чистка



ОСТОРОЖНО

Нагретая до высокой температуры печь представляет опасность, возможно получение ожога

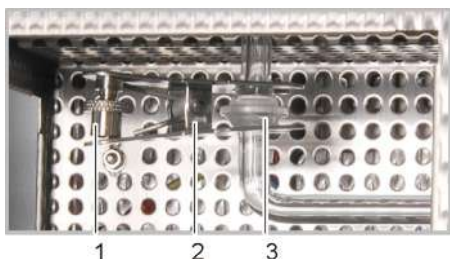
- Прежде чем приступать к техобслуживанию, выключите прибор и дождитесь его остывания.



- ▶ Включить анализатор главным выключателем. Извлечь штепсельную вилку из розетки. Отключить подачу газа редуктором в лаборатории.
- ▶ Открыть левую боковину анализатора. При необходимости отвести модули-приставки в сторону. Следить за тем, чтобы не перегнуть гибкие трубки.
 - Выкрутить четыре крепежных винта. Винты не выпадают и остаются в панели.
 - Отсоединить заземляющий провод. Отложить боковину в надежное место.



- ▶ Вытащить гибкую трубку 1 из быстроразъемного соединительного элемента конденсационного змеевика.



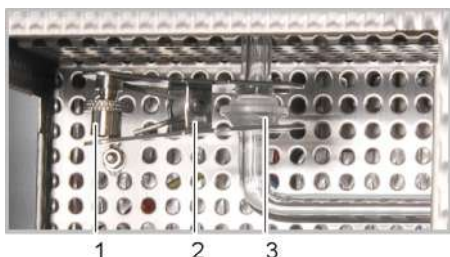
- ▶ Снять под печь для сжигания шлиф (3), соединяющий трубку для сжигания с конденсационным змеевиком.
- ▶ Для этого выкрутить рифленый винт (1) и снять вильчатый зажим (2).

- ▶ Осторожно извлечь конденсационный змеевик из анализатора. При этом вытащить нижнюю часть змеевика из проема печи для сжигания.
- ▶ Отсоединить быстроразъемный соединительный элемент от стеклянного штуцера конденсационного змеевика.
- ▶ Проверить конденсационный змеевик на наличие отложений и трещин.
- ▶ Промыть конденсационный змеевик ультрачистой водой и хорошо просушить.

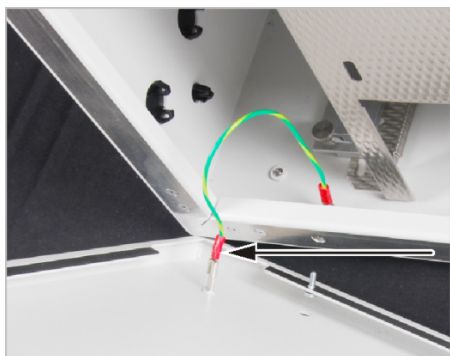
Монтаж



- ▶ Вставить гибкую трубку 1 в быстроразъемный соединительный элемент.
- ▶ Надеть быстроразъемный соединительный элемент на стеклянный штуцер конденсационного змеевика.
- ▶ Поднести конденсационный змеевик к правой стороне печи для сжигания. При этом шаровой шлиф змеевика повернут к нижнему проему печи.



- ▶ Соединить нижний конец трубки для сжигания с входом конденсационного змеевика (соединительный шаровой шлиф (1)).
- ▶ Зафиксировать шлиф вильчатым зажимом (2). От руки затянуть рифленый винт (3).



- ▶ Закрыть боковину.
 - Подсоединить защитный провод к левой боковине.
 - Слегка затянуть винты сначала в нижней, а затем в верхней части. Поочередно затянуть винты.
- ▶ Включить подачу газа. Вставить штепсельную вилку в розетку и включить анализатор главным выключателем.
- ▶ Проверить герметичность системы.
 - ✓ Анализатор вновь готов к работе.

6.11 Замена влагопоглотителей

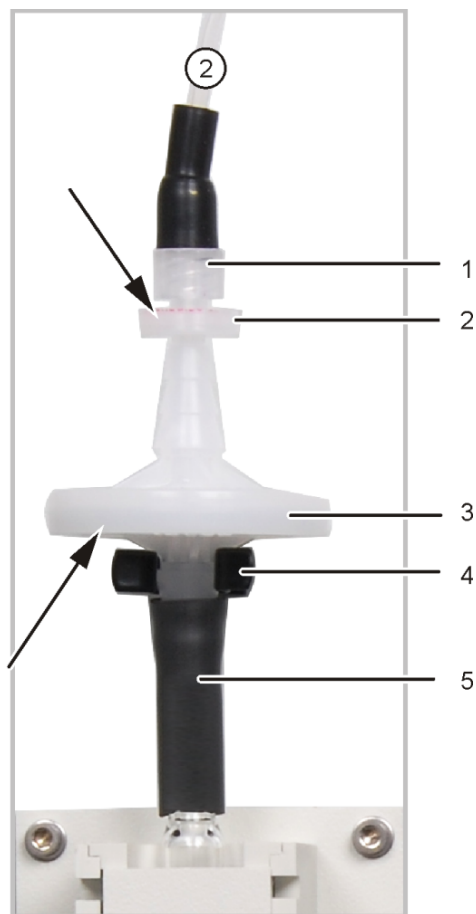
Заменяйте влагопоглотители в зависимости от матричной основы пробы, но не реже одного раза в 6 месяцев.

Влагопоглотители состоят из фильтра грубой очистки и сменного обратного фильтра. Всегда меняйте два влагопоглотителя. Учитывайте, что рабочие свойства влагопоглотителей гарантируются лишь при их использовании в указанной последовательности и монтажном положении.

После замены влагопоглотителей проверьте герметичность системы.

Влагопоглотители на передней панели

Заменить влагопоглотители на передней панели можно при включенном устройстве, но не во время измерения.



Изобр. 71 Замена влагопоглотителей на передней панели

- | | |
|--|--|
| 1 Штуцер Luer к трубке 2 | 2 Сменный обратный фильтр |
| 3 Зажим | 4 Фильтр грубой очистки в качестве аэрозольной ловушки |
| 5 Соединение гибкой трубки с сосудом TIC | |

- ▶ Открыть дверцы анализатора.
- ▶ Поворотным движением снять верхнее соединение трубки. Снять нижнее соединение трубки.
- ▶ Собрать новые влагопоглотители:
 - Надпись INLET на влагопоглотителе большого размера (фильтр грубой очистки) должна быть обращена вниз.
 - Надпись на влагопоглотителе меньшего размера (сменный обратный фильтр) должна быть обращена вверх.
- ▶ Подключить влагопоглотитель большого размера к нижней трубке.
- ▶ Вставить влагопоглотители в зажимы на стенке устройства.
- ▶ Затянуть штуцер Luer влагопоглотителя меньшего размера.
- ▶ Проверить герметичность системы.
- ▶ Снова закрыть передние дверцы.

Влагопоглотители на газовом боксе

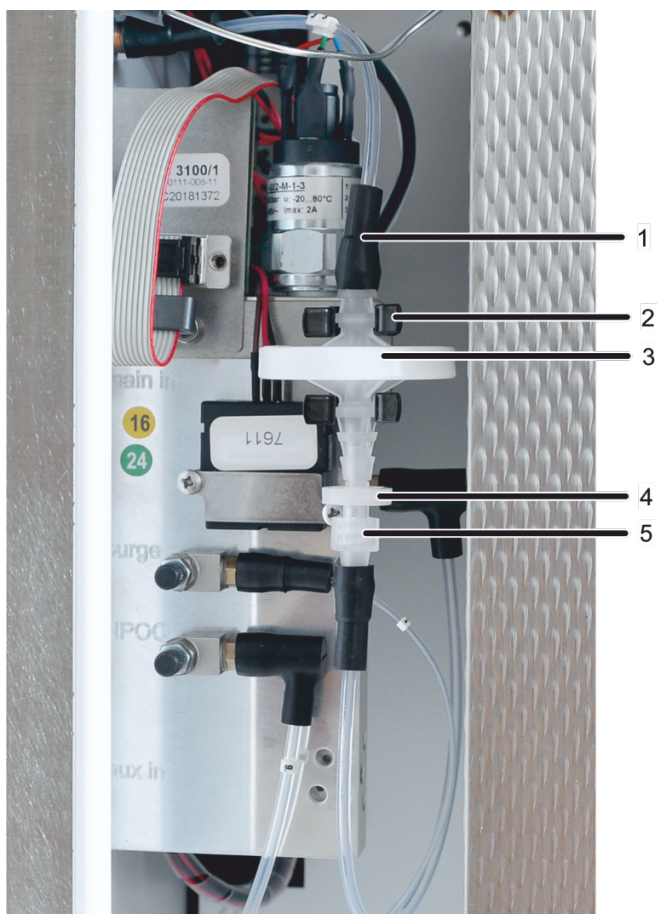
Перед газовым боксом установлено два влагопоглотителя (фильтр грубой очистки и сменный обратный фильтр). Они защищают газовый бокс от аэрозолей или поднимающейся воды при ошибках давления газа. Для замены влагопоглотителей требуется открыть левую боковину анализатора.



ОСТОРОЖНО

Нагретая до высокой температуры печь представляет опасность, возможно получение ожога

- Прежде чем приступить к техобслуживанию, выключите прибор и дождитесь его остывания.



Изобр. 72 Замена влагопоглотителей на газовом боксе

- | | |
|---|---------------------------|
| 1 Быстроразъемный соединительный элемент | 2 Зажим на газовом боксе |
| 3 Фильтр грубой очистки (аэрозольная ловушка) | 4 Сменный обратный фильтр |
| 5 Штуцер Luer | |

- ▶ Завершить работу аналитического программного обеспечения.
- ▶ Отключить анализатор главным выключателем. Извлечь штепсельную вилку из розетки. Дать анализатору остыть.
- ▶ Открыть левую боковину анализатора. При необходимости отвести модули-приставки в сторону. Следить за тем, чтобы не перегнуть гибкие трубки.
 - Выкрутить четыре крепежных винта. Винты не выпадают и остаются в панели.

- Отсоединить заземляющий провод. Отложить боковину в надежное место.
- ▶ Вытащить влагопоглотители из обоих зажимов на газовом боксе.
- ▶ Вытащить верхний быстроразъемный соединительный элемент из поглотителя.
- ▶ Отсоединить влагопоглотители снизу от штуцера Luer.
- ▶ Собрать новые влагопоглотители:
 - Надпись INLET на влагопоглотителе большого размера (фильтр грубой очистки) должна быть обращена вверх.
 - Надпись на влагопоглотителе меньшего размера (сменный обратный фильтр) должна быть обращена вниз.
- ▶ Подсоединить влагопоглотитель большого размера к верхнему быстроразъемному соединительному элементу.
- ▶ Закрепить влагопоглотитель меньшего размера внизу на штуцере Luer.
- ▶ Вставить влагопоглотители в зажимы на газовом боксе.
- ▶ Заккрыть боковину.
 - Подсоединить заищтный провод к левой боковине.
 - Слегка затянуть винты сначала в нижней, а затем в верхней части. Поочередно затянуть винты.
- ▶ Вставить штепсельную вилку в розетку и снова включить анализатор главным выключателем.
- ▶ Проверить герметичность системы.
 - ✓ Влагопоглотители на передней панели газового бокса заменены.

См. также

📖 Проверка системы на герметичность [▶ 106]

6.12 Замена поглотителя галогенов



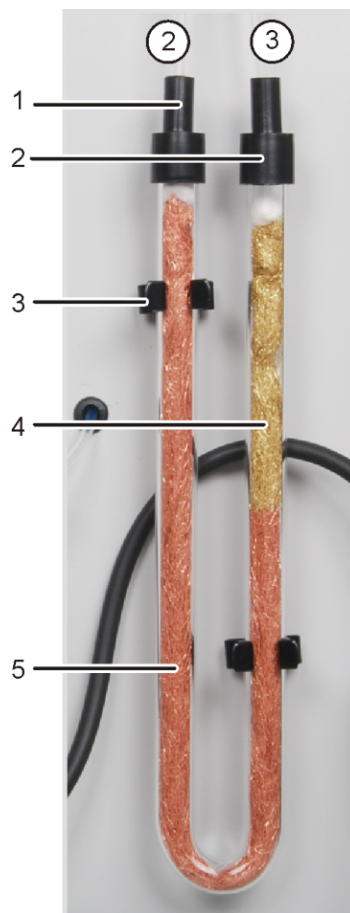
ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения прибора при отработанном медном волокне

При отработанном медном волокне в поглотителе галогенов компоненты оптики и электроники анализатора могут быть повреждены агрессивными продуктами сгорания!

- Запускать устройство только с исправным поглотителем галогенов!
- Заменять весь наполнитель поглотителя галогенов, как только половина объема медного или латунного волокна изменит цвет!

Для замены отработанного медного и латунного волокна анализатор можно оставлять во включенном состоянии.



Изобр. 73 Замена поглотителя галогенов

- | | |
|--|--|
| 1 Быстроразъемный соединительный элемент с трубкой 2 | 2 Быстроразъемный соединительный элемент с трубкой 3 |
| 3 Зажим | 4 Латунное волокно |
| 5 Медное волокно | |

- ▶ Открыть дверцы анализатора.
- ▶ Отсоединить быстроразъемные соединительные элементы от поглотителя галогенов и извлечь U-образную трубку из зажимов.
- ▶ Извлечь отработанное медное и латунное волокно из U-образной трубки пинцетом или небольшим крючком.
- ▶ Проверить U-образную трубку на наличие трещин. Использовать повторно только исправную U-образную трубку!
- ▶ При необходимости промыть U-образную трубку ультрачистой водой и хорошо просушить.
- ▶ Пинцетом или небольшим крючком заполнить U-образную трубку новым медным и латунным волокном.
 - Заменять все содержимое U-образной трубки. Не набивать медное и латунное волокно слишком плотно, но и не оставлять пустот.
- ▶ Закрыть медное и латунное волокно хлопковой ватой.
- ▶ Снова осторожно установить U-образную трубку в зажимы.
- ▶ Снова быстроразъемными соединительными элементами подключить газовые трубки к поглотителю галогенов:
 - Трубка 2 на колене с медным волокном (соединение с влагопоглотителем)

- Трубка 3 на колене с латунным едным волокном (соединение с детектором)
- ▶ Проверить герметичность системы.
- ▶ Снова закрыть дверцы анализатора.

6.13 Техническое обслуживание модуля РОС

Проверка рабочей способности адсорбера

Со временем адсорбер LiOH может скопаться.

Ежемесячно проверять работу адсорбера. При наличии проб с высоким содержанием неорганического углерода проводить эту проверку чаще.

- ▶ Приготовить составной стандартный раствор TIC из карбоната/гидрокарбоната (100 mg/l).
- ▶ Загрузить в программе метод РОС.
- ▶ Измерить стандартный раствор.
- ▶ При получении значения выше 0,1 mg/l ресурс адсорбера исчерпан. В этом случае его следует поменять.

Проверка герметичности модуля



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность утечки газа

Поток на выходе значительно ниже потока на входе свидетельствует об утечке газа.

- Проверить все стыки, например, пенящимся раствором ПАВ.
- Запускать устройство только после ликвидации утечки газа.

Герметичность системы проверяется автоматически на выходе газа на анализаторе.

- ▶ Включить анализатор.
- ▶ Открыть подачу газа-носителя редуктором.
- ▶ Запустить аналитическое программное обеспечение.
- ▶ Проверить индикатор потока в окне **System state**:
 - **In** (поток на входе): 160 ml/min
 - **Out** (поток на выходе): 160 ± 10 ml/min
- ▶ С помощью команды меню **Instrument | Component Test** открыть одноименное окно. Перейдите во вкладку **Valves**.
- ▶ Включить клапан 3 .
Показания потока в окне **System state** не должны падать.
- ▶ Если поток падает или если поток на выходе значительно ниже потока на входе, проверить все соединения гибких трубок и септы. Устранить утечку.
- ▶ Снова закрыть окно **Component Test**.
 - ✓ Система устройства герметична.

6.14 Обслуживание хемилюминесцентного детектора (CLD)

Заменяйте картридж адсорбера на задней панели детектора каждые 12 месяцев. В картридже очищается газ, выходящий из порта "out" детектора.

В состав картриджа входят активированный уголь и натронная известь. Не вскрывайте картридж. Утилизируйте использованный картридж целиком в соответствии с местными правилами.



Изобр. 74 Замена картриджа адсорбера

- ▶ Отсоедините трубку от картриджа.
- ▶ Извлеките картридж из держателя.
- ▶ Отвинтите соединение трубки с верхней части картриджа.
- ▶ Надлежащим образом утилизируйте использованный картридж, не разбирая его.
- ▶ Навинтите соединитель трубки на верхнюю часть нового картриджа.
- ▶ Вставьте новый картридж в держатель. Соедините картридж с трубкой, идущей от выходного порта "out".
- ✓ Детектор снова готов к измерению.

7 Устранение неисправностей



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения устройства

В следующих случаях следует связаться с сервисной службой:

- Ошибка не может быть устранена с помощью описанных мер по ее устранению.
- Ошибка все время повторяется.
- Сообщение об ошибке не включено в приведенный ниже список, либо в нем указано, что для устранения неисправности следует обратиться в сервисную службу.

Как только прибор будет включен, выполняется мониторинг системы. После запуска управляющего программного обеспечения неисправности прибора отображаются посредством сообщений об ошибках. Сообщения об ошибках состоят из кода неисправности и сообщения об ошибке.

Далее приводится описание ряда возможных неисправностей, которые пользователь в состоянии частично устранить самостоятельно. Подтвердите сообщение об ошибке и примите меры по ее устранению.

Проверка расхода выполняется всегда непосредственно перед началом измерения. Ошибка расхода регистрируется, как только фактический расход ± 10 ml/min отличается от заданного.

Для анализа ошибок файлы отчетов можно записывать. По согласованию с сервисной службой активировать запись файлов отчетов. Программа сохраняет файлы отчетов в папке...multiWin\LOG.

Можно создавать и сохранять следующие файлы:

- multiWin_LOG.*
Файл отчета для сообщений об ошибках, всегда генерируется автоматически.
- multiWin_ADU.*
Файл отчета для контроля детектора NDIR, после активации генерируется автоматически.

Активация контроля детектора NDIR:

- ▶ При помощи команды меню **Instrument | Component Test** открыть окно **Component Test**, вкладка **Optical bench**.
- ▶ Активировать параметр **Optical bench** флажком.

Сообщение сервисной службе об ошибке:

- ▶ Скопировать папку...multiWin\LOG. Для этого воспользоваться пунктом меню **Copy ..\multiWin\LOG*.*** в меню **Instrument | System parameters**, карта **Error analysis**.
- ▶ Отправить папку в сервисную службу по электронной почте. Адрес сервисной почты см. на обратной стороне титульного листа.

7.1 Сообщения об ошибках программного обеспечения

Код ошибки: Сообщение об ошибке	VERS: Communication error – incorrect command set between PC and device!
Причина	Устранение
Версии внутреннего и внешнего программного обеспечения не совпадают.	Выполнить обновление внутреннего и внешнего программного обеспечения.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	VERS1: Communication error – analyzer
Причина	Устранение
Анализатор не включен.	Включить анализатор.
Программа multiWin запущена слишком рано.	Запускать программу только через 30 с.
Анализатор не подключен к ПК.	Проверить соединение между анализатором и ПК.
На внешнем процессоре установлен неправильный интерфейс COM.	- Проверить интерфейс на внешнем процессоре. - При необходимости выбрать в программе другой интерфейс (команда меню Configuration Interface).
Код ошибки: Сообщение об ошибке	-6: Analyzer is busy
Причина	Устранение
Анализатор > 10 мин в занятом состоянии	Выполнить инициализацию анализатора.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	-5: Communication error – analyzer STAT, MESS, STEP or INIT
Причина	Устранение
Ошибка связи	Выполнить инициализацию анализатора.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	-4: Communication error – analyzer
Причина	Устранение
Ошибка связи	- Проверить интерфейсный кабель. - Выполнить инициализацию анализатора.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	-3: Command from the analyzer CRC error
	-2: CRC error
	-1: Invalid command from the analyzer
Причина	Устранение
Ошибка связи	Выполнить инициализацию анализатора.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	1: Incomplete command from the PC 2: PC command without STX 3: PC command without * 4: PC command CRC error 5: PC command invalid command 6: PC command invalid MESS command
Причина	Устранение
Нарушена связь между внутренней и внешней программой	Выполнить инициализацию анализатора.

Код ошибки: Сообщение об ошибке	7: COM 2 not found 8: COM 3 not found 9: COM 4 not found
Причина	Устранение
■ Проблемы с внутренним аппаратным обеспечением	■ Выключить и вновь включить анализатор.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	10: Gas pressure error
Причина	Устранение
■ Слишком большое противодействие в аналитической системе: Подача газа автоматически прекращается в целях защиты анализатора. Отображаемое значение потока In ок. 0 мл/мин. Конденсатный насос работает, чтобы сбрасывать избыточное давление в системе.	■ Для устранения ошибки следует выполнить следующие действия в указанном порядке. ■ Отсоединить нижний вывод влагопоглотителей.  ОСТОРОЖНО! Опасность химического ожога! Возможен выход кислого раствора. Носить средства индивидуальной защиты. ■ Проверить уровень наполнения конденсационного сосуда TIC. Если уровень жидкости находится выше бокового вывода конденсатного насоса, нужно отсоединить трубку 11 в нижней части конденсационного сосуда TIC. Слить кислый раствор.  ОСТОРОЖНО! Опасность химического ожога! Носить средства индивидуальной защиты. Затем открыть левую боковину. При необходимости слить кислый раствор также из конденсационного змеевика. Для этого следует отсоединить шлифовое соединение между трубкой для сжигания и конденсационным змеевиком. ■ Выполнить поиски компонента, вызывающего ошибку давления газа, см. ниже.
■ Влагопоглотитель с налетом.	■ Выполнить повторную инициализацию анализатора. ■ Проверить, появляется ли ошибка давления газа снова. Если нет, заменить влагопоглотители.
■ На выходе анализируемого газа отсутствует поток газа (перегиб гибкой трубки для барботирования пробы)	■ Проверить трубку. При необходимости устранить перегиб.
■ Засорение в конденсационном змеевике зернами катализатора	■ Прервать поток анализируемого газа между трубкой для сжигания и конденсационным змеевиком. Проверить, появляется ли ошибка давления газа снова. Если нет, промыть конденсационный змеевик ультрачистой водой. ■ При замене катализатора обязательно заполнять достаточное количество кварцевого волокна в качестве первого слоя.

- Трубка для сжигания загрязнена солями. (При анализе проб с высоким содержанием солей в трубке для сжигания может накапливаться соль.) - ТС холстик отработал свой ресурс, что вызвано анализом проб с высоким содержанием солей.	Заменить ТС холстик в трубке для сжигания или поменять катализатор. Выбрать меру в зависимости от количества измерений с использованием фактического наполнителя с катализатором и активности катализатора.
Засорена линия подачи газа на головку печи.	Почистить линию подачи газа на головку печи.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	11: Change-over valve timing error
Причина	Устранение
- Переключающий клапан поворачивается. - Переключающий клапан не прекращает поворачиваться.	- Выполнить инициализацию анализатора. - Проверить настройки клапана (команда меню Instrument Component Test, вкладка Valves).
Код ошибки: Сообщение об ошибке	12: Incorrect version number
Причина	Устранение
Версия управляющего ПО и программа внутреннего процессора не совпадают.	Обновить программу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	13: No connection to sampler
Причина	Устранение
- Автосамплер не включен. - Не подключен или поврежден соединительный кабель.	- Включить автосамплер и выполнить инициализацию анализатора. - Проверить соединительный кабель.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	15: No gas pressure
Причина	Устранение
Точка подключения газа отсутствует или повреждена.	Подключить газ-носитель. Проверить давление на входе.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	20: No connection to optics (NDIR)
	21: CRC error optics
	22: Status error optics
	26: Optics error; incorrect command return
Причина	Устранение
Ошибка связи	Выполнить инициализацию анализатора.
Неисправный детектор NDIR	Известить сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	24: Optics error, analog values out of range
Причина	Устранение
Аналоговые значения детектора за пределами рабочего диапазона.	- Проверить качество газа-носителя. - Выполнить инициализацию анализатора и проверить аналоговые значения путем тестирования компонентов.

Код ошибки: Сообщение об ошибке	27: Optics error, analog values out of range
Причина	Устранение
■ Аналоговые значения детектора за пределами рабочего диапазона.	■ Проверить качество газа-носителя. ■ Для методов твердых проб и подключения модуля HT 1300: Выставить поток газа-носителя выше чем расход на стороне всасывания. ■ Выполнить инициализацию анализатора и проверить аналоговые значения путем тестирования компонентов
Код ошибки: Сообщение об ошибке	30: No connection to N sensor
Причина	Устранение
■ CLD Детектор не включен. ■ Не подключен или поврежден соединительный кабель. ■ Неправильное подключение	■ Включить детектор. ■ Проверить соединительный кабель. ■ Проверить соединение.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	40: No connection to the syringe pump
Причина	Устранение
■ Отсутствует связь между анализатором и шприцевым насосом	■ Выполнить инициализацию анализатора. ■ Выключить ПК, снова включить и выполнить инициализацию анализатора.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	80: No connection to temperature controller
Причина	Устранение
■ Отсутствие соединения с модулем анализа твердых проб ■ Модуль анализа твердых проб не включен. ■ Неправильное подключение	■ Проверить соединительный кабель. ■ Включить опциональный модуль анализа твердых проб. ■ Проверить соединение.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	81: Thermocouple HT furnace interruption (HT) / UV cover open (UV)
Причина	Устранение
■ Неисправный термоэлемент ■ Не подключена печь ■ Повышенная температура в печи	■ Известить сервисную службу. ■ Подключить печь. ■ Известить сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	84: Communication error HT furnace temperature controller
Причина	Устранение
■ Ошибка связи	■ Известить сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	86: No external furnace found
Причина	Устранение
■ Отсутствие соединения с модулем твердых проб	■ Проверить соединительный кабель.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	111: Rotator error
Причина	Устранение
■ Неправильно установлен привод, например, зажат. ■ Неисправный привод.	■ Выполнить инициализацию анализатора. ■ Если устранить ошибку не удастся, обратиться в сервисную службу.

Код ошибки: Сообщение об ошибке	112: Swivel drive error
Причина	Устранение
■ Неправильно установлен привод, например, зажат. ■ Неисправный привод.	■ Выполнить инициализацию анализатора. ■ Если устранить ошибку не удастся, обратиться в сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	113: Lifting drive error / Sampler: z drive error (steps lost)
Причина	Устранение
■ Неправильно установлен привод, например, зажат. ■ Неисправный привод.	■ Выполнить инициализацию анализатора. ■ Если устранить ошибку не удастся, обратиться в сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	114: Rack detection error
Причина	Устранение
■ Планшет для проб установлен неправильно.	■ Переустановить планшет для проб, удостовериться, что зафиксировался со щелчком. ■ Выполнить инициализацию анализатора.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	115: Wrong rack
Причина	Устранение
■ Для настройки в программе выбран не тот планшет.	■ Проверить настройки программы. ■ При необходимости выбрать другой планшет.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	116: Unknown sampler command
Причина	Устранение
■ Ошибка связи	■ Известить сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	200: Restart computer in the analyzer
Причина	Устранение
■ Перезапуск внутреннего процессора ■ Перенапряжение ■ Кратковременное обесточивание	■ Если горит светодиод состояния, выполнить инициализацию анализатора. ■ При повторном возникновении ошибки тщательно проследить, в какой момент времени возникает ошибка. При этом обратить внимание на строку состояния.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	201: Restart the internal program
Причина	Устранение
■ Внутренняя ошибка программы	■ Выполнить инициализацию анализатора. ■ При повторном возникновении ошибки тщательно проследить, в какой момент времени возникает ошибка. Обратить внимание на строку состояния!
Код ошибки: Сообщение об ошибке	202: File method.txt not found
	203: File init.cnf not found
Причина	Устранение
■ Ошибка программы	■ Известить сервисную службу.

Код ошибки: Сообщение об ошибке	401: Syringe pump: Initialization 402: Syringe pump: invalid command 403: Syringe pump: invalid operand 404: Syringe pump: faulty command sequence
Причина	Устранение
■ Ошибка связи ■ Шприцевой насос неисправен	■ Выполнить инициализацию анализатора. ■ Известить сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	407: Syringe pump: syringe pump not initialized
Причина	Устранение
■ После включения анализатора его инициализация еще не выполнена. ■ Перезапуск шприцевого насоса	■ Выполнить инициализацию анализатора.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	409: Syringe pump: pump sluggish
Причина	Устранение
■ Засорение гибкой трубки	■ Выполнить поиск причины ошибки, устранить ошибку. ■ Почистить или заменить гибкую трубку. ■ Выполнить инициализацию анализатора.
■ Шприцевой насос неисправен	■ Известить сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	410: Syringe pump: valve sluggish
Причина	Устранение
■ Шприцевой насос неисправен ■ Клапан вышел из строя	■ Известить сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	411: Syringe pump: pump step not permitted 415: Syringe pump: invalid command
Причина	Устранение
■ Ошибка связи	■ Выполнить инициализацию анализатора.
■ Шприцевой насос неисправен	■ Известить сервисную службу.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	MESSx: Analyzer error: MESSx measurement is cancelled
Причина	Устранение
■ Ошибка прибора	■ Выполнить инициализацию анализатора. ■ Устранить ошибку. Следить за показанием в окне System state. ■ Выполнить поиск причины ошибки устройства и устранить ошибку.
Код ошибки: Сообщение об ошибке	Peltier temperature outside range
Причина	Устранение
■ Недостаточное охлаждение на основе эффекта Пельтье	■ Известить сервисную службу. ■ После произведенного ремонта заменить влагопоглотители.

Код ошибки: Сообщение об ошибке	Minimum sample volume > cup volume
Причина	Устранение
■ При вводе проб с помощью автосамплера: Выбран слишком большой объем пробы. Очень большое количество измерений	■ Проверить настройки в методе Объем пробы/объем для промывки. ■ Откорректировать количество измерений (повторных измерений) в соответствии с объемом вials.

7.2 Ошибки состояния

Ошибки состояния отображаются в окне **System state** в красном или желтом цвете.

Отображаемая ошибка	In 160 ml/min; Out < 150 ml/min
Причина	Устранение
■ Накидная гайка на трубке для сжигания или шлюзе плохо затянута (после замены катализатора). ■ Линия подачи газа-носителя неправильно соединена с головкой печи или шлюзом (после замены катализатора). ■ Уплотнительные кольца на трубке для сжигания с дефектом (сильная деформация) или их не надели (после замены катализатора). ■ Негерметичные быстроразъемные соединительные элементы конденсационного сосуда TIC ■ Ослабло соединение в системе с влагопоглотителями (после замены влагопоглотителей или обслуживания поглотителя галогенов)	■ Проверить резьбовые соединения на комплектность и деформацию. При необходимости подтянуть. ■ Проверить линию подачи газа-носителя, в частности, быстроразъемные соединительные элементы на стенке анализатора и резьбовое соединение на головке печи. ■ Проверить все точки соединений влагопоглотителей. При необходимости заменить быстроразъемные соединительные элементы.
■ Соединение между трубкой для сжигания и конденсационным змеевиком или резьбовые соединения не герметичны	■ Проверить соединение между трубкой для сжигания и конденсационным змеевиком, в частности, плотность посадки вильчатого зажима.
■ Трубка для сжигания с дефектами (трещины, сколы по краю) ■ Конденсационный сосуд TIC с дефектами (сколы в местах соединений)	■ Проверить стеклянные компоненты. При необходимости заменить.
■ Влагопоглотители с налетом ■ Гибкая трубка конденсатного насоса не герметична	■ Заменить влагопоглотители. ■ Проверить конденсатный насос. При необходимости заменить трубку.
Отображаемая ошибка	In 160 ml/min; Out < 150 ml/min; Out > 170 ml/min
Причина	Устранение
■ Неисправный MFM (массовый расходомер)	■ Для устранения ошибки по возможности проверить расход внешним массовым расходомером. ■ Известить сервисную службу.
■ Отработан ресурс наполнителя поглотителя галогенов.	■ Проверить поглотитель галогенов.

Отображаемая ошибка	In < 160 ml/min; Out < 150 ml/min
Причина	Устранение
- Отсутствие газа-носителя - Гибкая трубка не герметична	- Открыть подачу газа-носителя редуктором. - Выполнить поиск негерметичного места, устранить утечку.
Очень низкое давление на входе линии подачи газа-носителя	Правильно выставить давление газа-носителя на входе.
Сработал датчик давления в анализаторе, одновременно появилось сообщение об ошибке 10: Gas pressure error.	См. меры по устранению 10: Gas pressure error
Неисправный MFC	Известить сервисную службу.
Отображаемая ошибка	In < 160 ml/min; Out = 160 ± 5 ml/min
Отсутствие газа-носителя	Открыть подачу газа-носителя редуктором.
Очень низкое давление на входе линии подачи газа-носителя	Правильно выставить давление газа-носителя на входе.
Неисправный MFM	Известить сервисную службу.
Отображаемая ошибка	In 160 ml/min; Out > 170 ml/min
Причина	Устранение
Недостаточное охлаждение с использованием эффекта Пельтье, одновременно сообщение об ошибке Peltier temperature outside range.	Проверить на конденсационном сосуде TIC, начиная сверху, происходит ли охлаждение. Образование конденсата на блоке охлаждения свидетельствует, что система охлаждения работает.
Неисправный MFC	Известить сервисную службу.
Отображаемая ошибка	In; Out = 0 ml/min
Причина	Устранение
Засорение гибкой трубки	- Отсоединить и промыть засоренную гибкую трубку. Вновь подсоединить ее. - Заменить засоренную гибкую трубку.
Не загружен метод.	Загрузить метод.
Отображаемая ошибка	Значения детектора NDIR в Optical bench отображаются в желтом цвете.
Аналоговые значения детектора находятся на границе рабочего диапазона.	- Проверить поглотитель галогенов. При необходимости поменять наполнитель. - Обратиться к команде разработчиков и проконсультироваться относительно правил применения на случай сложной матричной основы пробы.

Аналоговые значения детектора NDIR, значения ADU можно проверить в программе, команда меню **Instrument | Component Test**, вкладка **Optical bench**.

Даже если значения ADU отображаются в желтом цвете, Вы можете продолжать измерение. Индикатор лишь обращает Ваше внимание на то, что детектор выходит за пределы оптимального рабочего диапазона.

Вследствие явлений старения значения ADU падают медленно. Если значения в пределах нескольких анализов падают, то это свидетельствует о повреждении детектора компонентами анализируемого газа!

7.3 Ошибка прибора

В этом разделе описывается ряд ошибок устройства и аналитических проблем, некоторые из которых пользователь может устранить самостоятельно. Описанные ошибки устройства обычно легко распознаются. Аналитические проблемы обычно приводят к неправдоподобным результатам измерений. Если предложенные решения не устраняют проблему и если эти проблемы возникают часто, обратитесь в сервисную службу Analytik Jena.

Ошибка	Влагопоглотители с налетом
Причина	Устранение
- Истек срок службы влагопоглотителей. - Измерение проб с обильным образованием аэрозолей	Заменить влагопоглотитель.
Ошибка	Разброс значений измерений
Причина	Устранение
Израсходован ресурс наполнителя трубки для сжигания.	Поменять катализатор.
Неправильная дозировка.	Проверить дозировку.
Повреждение иглы.	Заменить иглу.
Неоднородные пробы	- Перед анализом холодных проб подвергнуть их темперированию. - Перед анализом проб профильтровать их.
Недостаточное перемешивание	Перемешать пробы, содержащие частицы. Для измерений с автосамплером настроить скорость перемешивания в методе.
Чувствительные пробы подвергаются влиянию окружающего воздуха.	- Исключить занос CO₂ или паров органических соединений из окружающего воздуха. - Проверить условия окружающей среды и устранить мешающие источники. - Накрывать вials для проб на автосамплере алюминиевой фольгой. - При измерении вручную барботировать незаполненное пространство над пробой.
Дрейф основания NDIR: Неудачные критерии интегрирования Программа преждевременно прерывает измерение.	- Проверить настройки метода. - При необходимости увеличить максимальное время интегрирования.
Ошибка	Игла с дефектом
Причина	Устранение
Коррозия инъекционной иглы, вызванная матричной основой пробы и температурой во время инъекции.	Игла функционирует нормально.
Засорилась игла.	Заменить иглу, если проба уже не дозируется в виде сплошной струи, а разбрызгивается.

Ошибка	Автосамплер не вводит пробу без пузырьков воздуха.
Причина	Устранение
■ Негерметичность на линии всасывания пробы	■ Проверить соединения гибких трубок. ■ При необходимости подтянуть ослабленные соединения гибких трубок с иглой или к клапаном шприцевого насоса.
■ Засорена игла для всасывания проб.	■ Снять иглу и почистить ее в ультразвуковой ванне. ■ Заменить иглу.
■ Негерметичный дозирующий шприц ■ Повреждены тефлоновые манжетные уплотнения поршня.	■ Демонтировать дозирующий шприц и проверить его. ■ Заменить дозирующий шприц.
Ошибка	Неполная дозировка в реакторах
Причина	Устранение
■ Негерметичность в линии дозировки	■ Проверить соединения гибких трубок. При необходимости подтянуть ослабленные соединения: между дозирующим шприцем и переключающим клапаном, переключающим клапаном и инъекционной иглой, переключающим клапаном и конденсационным сосудом TIC
Ошибка	Занос
Причина	Устранение
■ Неудовлетворительная промывка шприца	■ Перед очередной инъекцией промыть дозирующий шприц пробой. Для этого перейти в окно Редактирование метода – Rinse cycles и для первого измерения в столбце 1 внести значение 3, для всех остальных измерений, в большинстве случаев, промывка не требуется. Здесь внести в столбцы таблицы значение 0.
Ошибка	Низкие результаты анализа (в целом)
Причина	Устранение
■ Израсходован ресурс катализатора.	■ Поменять катализатор.
■ Утечка в системе	■ Проверить систему на герметичность.
■ Неправильное дозирование	■ Проверить дозировку.
■ Пробы, содержащие частицы, не перемешаны или плохо перемешаны.	■ Перемешать пробы, содержащие частицы.

Ошибка	Низкие результаты анализа для ТС, ТОС, NPOC, TNb (анализы TIC в норме)
Причина	Устранение
Израсходован ресурс катализатора.	- При применении платинового катализатора и для измерений в разностном режиме (пробы от нейтральных до слабощелочных): возможна регенерация катализатора. Шесть раз ввести подкисленную ультрачистую воду (pH <2). Рекомендация: На одну серию измерений измерить от одной до двух виал для проб с подкисленной ультрачистой водой. - Поменять катализатор. - После замены катализатора выполнить градуировку.
Ошибка	Низкие результаты анализа для TIC (анализ ТС, ТОС, NPOC в норме)
Причина	Устранение
В реактивной склянке отсутствует фосфорная кислота	Заполнить склянку.
Неправильная дозировка пробы	Проверить дозировку.
Ошибка	Низкие результаты анализа для TNb
Причина	Устранение
- Израсходован ресурс катализатора. - Концентрация пробы выше градуированного диапазона.	- Поменять катализатор. - Соблюдать диапазон градуировки. - Использовать квадратичный вид регрессии. - По возможности градуировать в зависимости от матричной основы. - При анализе неизвестных веществ по возможности использовать низкие концентрации. Если возможно, разбавлять пробу. - Использовать в качестве газа-носителя синтетический воздух.
Ошибка	Необычная форма пика при измерении ТС и TNb
Причина	Устранение
Израсходован ресурс катализатора.	Примечание: одновременно имеют место низкие результаты анализа. Выполнить регенерацию катализатора или поменять его.
Неудачные критерии интегрирования	Проверить критерии интегрирования в методе
Выход за пределы диапазона измерения для CLD	Разбавить пробу.
Неправильное дозирование	Для ручного ввода проб: Обеспечить равномерный ввод.

Ошибка	Ошибочные измерения TNb с CLD (измерения ТС в норме)
Причина	Устранение
■ Неправильное соединение гибких трубок между анализатором и детектором ■ Неисправный озонатор	■ Проверить соединение гибких трубок. ■ Известить сервисную службу.
Ошибка	Конденсатный насос или насос фосфорной кислоты негерметичны
Причина	Устранение
■ Места соединений гибкими трубками не герметичны ■ Насосная гибкая трубка с дефектами	■ Проверить точки подключения ■ Заменить гибкую трубку.
Ошибка	Контрольные индикаторы 5 V, 24 V светодиодной панели не горят.
Причина	Устранение
■ Ошибка блока питания или электроники	■ Проверить электрические соединения. ■ Проверить источник электропитания в лаборатории.
■ Перегорел предохранитель прибора	■ Известить сервисную службу.
Ошибка	Светодиод состояния на анализаторе не горит (Lockin).
Причина	Устранение
■ Не запущена внутренняя программа.	■ Выключить и снова включить анализатор главным выключателем.
Ошибка	Не горит контрольный индикатор Heating на светодиодной панели.
Причина	Устранение
■ Неправильные настройки температуры в программе	■ Проверить настройки температуры в Configuration Options, вкладка Analyzer components.
■ Неисправный термоэлемент (печи). Горит контрольный индикатор broken Thermocouple светодиодной панели.	■ Известить сервисную службу.
■ Неисправные компоненты блока электроники	■ Известить сервисную службу.
■ Печь для сжигания подключена неправильно.	■ Проверить подключение печи для сжигания.

8 Транспортировка и хранение

8.1 Транспортировка

Соблюдайте при транспортировке указания по технике безопасности, приведенные в разделе «Указания по технике безопасности».

Избегайте при транспортировке:

- Тряски и вибрации
Опасность повреждения из-за ударов, тряски и вибрации!
- Резких колебаний температуры
Опасность образования конденсата!

8.1.1 Подготовка анализатора к транспортировке



ОСТОРОЖНО

Нагретая до высокой температуры печь представляет опасность. Возможно получение ожога

После выключения устройства печь для сжигания еще очень горячая. Существует опасность получения ожога.

- Приступая к демонтажу печи для сжигания, дать устройству остыть.



ОСТОРОЖНО

Опасность получения травмы

При работе с компонентами из стекла существует опасность получения травмы вследствие повреждения стекла.

- Будьте особенно осторожны при работах с компонентами из стекла.



ПРИМЕЧАНИЕ

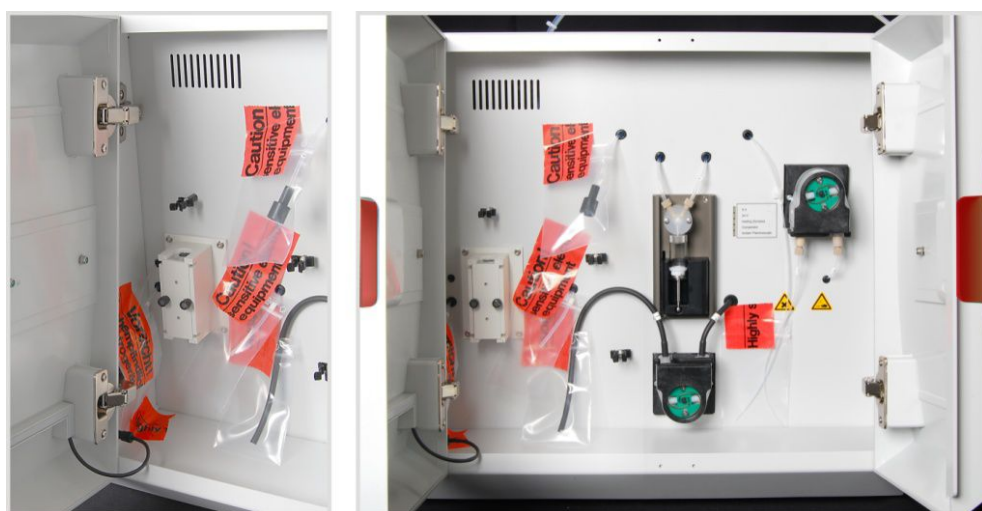
Опасность повреждения устройства из-за неподходящего упаковочного материала

- Транспортируйте устройство и его компоненты только в оригинальной упаковке.
- Перед транспортировкой устройства полностью опорожните его и закрепите все фиксаторы для транспортировки.
- Положите внутрь упаковки осушающее средство во избежание повреждений из-за воздействия влаги.

Порядок подготовки анализатора к транспортировке:

- ▶ Промыть насос фосфорной кислоты и соответствующие гибкие трубки ультрачистой водой. Опорожнить компоненты.
- ▶ Включить анализатор главным выключателем. Дать устройству остыть.
- ▶ Отключить подачу газа. Извлечь штепсельную вилку из розетки.

- ▶ Отсоединить все кабели и газовые трубки на задней панели анализатора.
- ▶ Открыть дверцы анализатора.
- ▶ Убрать реактивную склянку и поддон, а также другие принадлежности. Протереть трубку/ трубки чистой бумажной салфеткой.
⚠ ОСТОРОЖНО! Трубки содержат остатки кислоты.
- ▶ Снять с трубок иглы. Упаковать иглы в упаковку для игл.
i ПРИМЕЧАНИЕ! Упаковывать иглы осторожно. Они подвержены деформации.
- ▶ Отсоединить гибкие трубки от точек подключения поглотителя галогенов. Извлечь поглотитель галогенов из зажимов.
- ▶ Снять и опорожнить конденсационный сосуд TIC.
- ▶ Упаковать открытые концы трубок в защитные пакеты и зафиксировать их на анализаторе, например, скотчем.



Изобр. 75 **Зафиксированные для транспортировки компоненты за передней дверцей**

- ▶ Открыть левую боковину:
 - Выкрутить четыре крепежных винта. Винты не выпадают и остаются в панели.
 - Отсоединить заземляющий провод. Отложить боковину в надежное место.
- ▶ Осторожно извлечь конденсационный змеевик из держателя, опорожнить его и аккуратно положить в надежное место.
- ▶ Демонтировать трубку для сжигания.
- ▶ Демонтировать печь для сжигания.
- ▶ Упаковать свободные концы гибких трубок во внутреннем пространстве устройства в защитный пакет и зафиксировать пакет скотчем на анализаторе.
- ▶ Закрыть левую боковину анализатора:
 - Подсоединить заземляющий провод к контакту на боковине.
 - Вкрутить винты сначала в нижней, а затем в верхней части. Поочередно затянуть винты.
- ▶ Установить верхнюю панель и зафиксировать ее скотчем.
- ▶ Закрыть передние дверцы анализатора.
- ▶ Тщательно упаковать принадлежности. Следить за тем, чтобы стеклянные компоненты были в защитной упаковке.

- ▶ Аккуратно упаковать анализатор и принадлежности в оригинальную упаковку.
 - ✓ Анализатор надежно упакован для транспортировки.

См. также

📖 Техническое обслуживание и уход [▶ 91]

8.1.2 Подготовка автосамплера AS vario

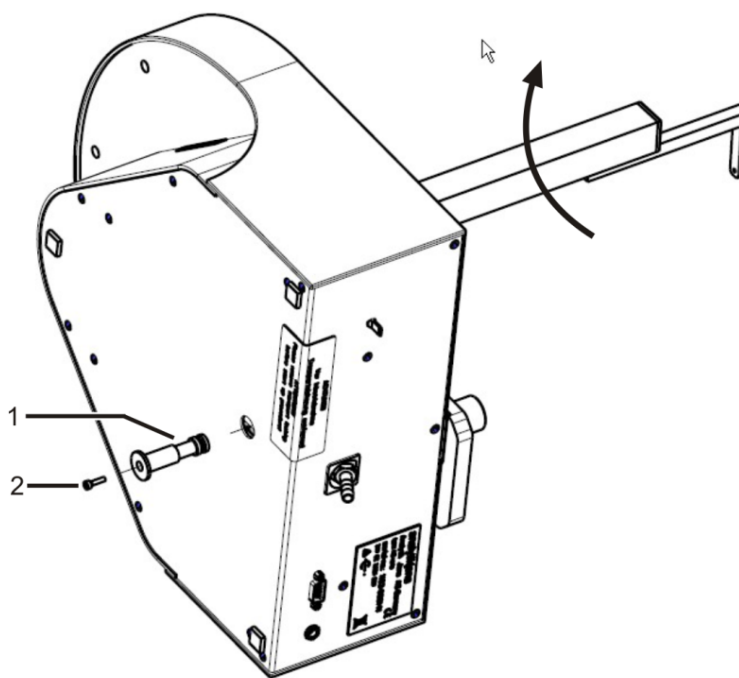


ПРИМЕЧАНИЕ

Повреждения устройства при транспортировке без транспортировочного фиксатора

При транспортировке без транспортировочного фиксатора возможны повреждения устройства.

- Перед транспортировкой всегда устанавливать транспортировочное крепление.



Изобр. 76 Фиксация автосамплера для транспортировки

1 Фиксатор для транспортировки

2 Винт M3x12

- ▶ Повернуть автосамплер на бок и положить в устойчивое положение.
- ▶ Повернуть кронштейн автосамплера до упора по часовой стрелке.
 - ✓ Приводы располагаются в правильном положении.
- ▶ До упора вставить фиксатор для транспортировки в отверстие в днище.
- ▶ Закрепить фиксатор для транспортировки винтом и торцовым шестигранным ключом, входящим в комплект поставки.
- ▶ Упаковать автосамплер в оригинальную упаковку.
 - ✓ Автосамплер подготовлен для безопасной транспортировки.

8.1.3 Перемещение прибора в лаборатории



ОСТОРОЖНО

Опасность получения травмы при транспортировке

При падении прибора существует риск получения травмы и повреждения прибора.

- Будьте осторожны при перемещении и транспортировке прибора. Поднимайте и перемещайте прибор только вдвоем.
- Прибор поднимают, надежно захватывая его под низ обеими руками.

При перемещении устройства в лаборатории учитывайте следующее:

- Компоненты, не зафиксированные в установленном порядке, представляют опасность — возможно получение травм!
Прежде чем приступить к перемещению устройства, уберите из него все незакрепленные компоненты и отсоедините все соединения.
- По технике безопасности для перемещения прибора требуется два человека — по одному с каждой стороны прибора.
- Так как прибор не оборудован ручками для переноса, беритесь крепко за его нижнюю сторону двумя руками. Устройство необходимо поднимать одновременно.
- Соблюдайте ориентировочные значения и предписанные законом предельные значения для подъема и перемещения грузов без вспомогательных средств.
- Учитывайте условия на новом месте установки.

8.2 Хранение



ПРИМЕЧАНИЕ

Опасность повреждения прибора под влиянием факторов окружающей среды

Факторы окружающей среды и образование конденсата могут стать причиной повреждения отдельных компонентов прибора.

- Храните прибор только в помещениях с кондиционированным воздухом.
- Следите за тем, чтобы среда не содержала пыли и агрессивных паров.

Если прибор не устанавливается сразу после поставки или не будет использоваться в течение длительного периода, храните его в оригинальной упаковке. В упаковку или внутрь прибора необходимо поместить подходящее осушающее средство во избежание повреждений из-за воздействия влаги.

Требования, предъявляемые к климатическим условиям на месте установки, приведены в спецификациях.

9 Утилизация

Сточные воды	Во время работы образуется отработанная вода, в состав которой входят кислота и проба. В соответствии с установленными законом предписаниями отправляйте нейтрализованные отходы на специализированное предприятие по утилизации.
Поглотитель галогенов	В состав поглотителя галогенов входит медь и латунь. По вопросу ее утилизации обращайтесь в соответствующие организации (учреждения или предприятия по обработке отходов). Эти предприятия предоставляют сведения о порядке утилизации или уничтожении таких материалов.
Катализатор	В состав специальных катализаторов входят $Pt(Al_2O_3)$ или CeO_2. Отправляйте отработанный катализатор на специализированное предприятие по утилизации в соответствии с установленными законом предписаниями. Analytik Jena принимает обратно специальные катализаторы на утилизацию. Обратитесь в сервисную службу. Адрес см. на обратной стороне титульного листа.
Анализатор	Прибор и его электронные компоненты следует утилизировать по истечении срока службы согласно действующим законоположениям в отношении электронного мусора.

10 Характеристики

10.1 Технические характеристики

Общие характеристики	Обозначение/тип	multi N/C 3100 multi N/C 3100 pharma multi N/C 3100 duo
	Размеры базового устройства (Ш x В x Г)	513 x 464 x 550 mm
	Масса базового устройства	30 kg
Характеристики процесса	Принцип разложения	Термокаталитическое окисление
	Температура разложения	До 950 °C, в зависимости от катализатора
	Метод измерения	ТС, ТИC, ТОС (разностный метод), NPOC, DOC, TN _b , POC
	Подача пробы	Проточная инъекция
	Объем пробы	100 ... 1000 µl
	Проницаемость частиц	Согласно DIN EN 1484
	Принцип обнаружения углерода	NDIR (вместе с методом VITA)
	Диапазон измерения ТС, ТОС, NPOC, ТИC	0 ... 30000 mg/l
	Диапазон измерения ТС, ТОС в твердых пробах (с модулем анализа твердых проб HT 1300)	0 ... 500 mg
Обнаружение азота	Принцип обнаружения азота (опция)	CLD ChD
	Диапазон измерения TN _b (CLD)	0 ... 20000 mg/l
	Диапазон измерения TN _b (ChD)	0 ... 10000 mg/l
Управление процессом	Аналитическое программное обеспечение	multiWin
	Объем функций программы	Графика в реальном масштабе времени, отображение состояния во время анализа, отображение результатов измерения в виде графика, распечатка результатов Целостность данных и соответствие требованиям фармацевтических директив 21 CFR Part 11 и EudraLex Volume 4 Annex 11 в фармацевтической программе

Газоснабжение	Опция 1	Кислород	≥4.5
	Опция 2	Синтетический воздух (из газового баллона)	Без содержания углеводородов и CO ₂
	Опция 3	очищенный сжатый воздух (подаваемый через газогенератор ТОС)	CO ₂ <1 ppm Углеводороды (в качестве CH ₄) <0,5 ppm
	Давление на входе	400 ... 600 kPa	
	Скорость потока	15 l/h, в зависимости от режима измерения	
	Поток анализируемого газа	160 ml/min	
	Продувочный поток NPOC	50 ... 160 ml/min	

Электрические характеристики

Напряжение	115/230 V
Частота	50/60 Hz
Предохранитель	2 T6,3 A H
Среднее типичное энергопотребление	400 VA
Максимальное энергопотребление	500 VA
Разъем для ПК	USB 2.0
Интерфейс для подключения модулей/принадлежностей	RS 232

Используйте только оригинальные предохранители компании Analytik Jena!

Условия окружающей среды

Рабочая температура	+10 ... 35 °C (рекомендуется кондиционирование воздуха)
Максимальная влажность воздуха	90 % при 30 °C
Атмосферное давление	0,7 ... 1,06 bar
Температура хранения	5 ... 55 °C
Влажность воздуха при хранении	10 ... 30 % (используйте средство для осушения)
Высота эксплуатации (максимальная)	2000 m

Минимальные требования к управляющему компьютеру

Процессор	Мин. 3,2 GHz
Жесткий диск	Мин. 40 GB
RAM	Мин. 4 GB
Разрешение дисплея	Мин. 1280 x 780
Интерфейс USB	Мин. интерфейс 1 USB 2.0, для подключения базового устройства
CD/DVD-привод	Для установки программного обеспечения
Операционная система	Windows 10 или выше, поддерживается Windows 7/8.1, 32 или 64 бит

10.2 Нормы и директивы

Класс и вид защиты	Прибор относится к классу защиты I.
Безопасность устройства	Устройство соответствует следующим стандартам безопасности ■ EN 61010-1 ■ EN 61010-2-081 ■ EN 61010-2-010 ■ EN 61010-2-051 (для ввода проб с помощью автосамплера)
Электромагнитная совместимость	Прибор проверен на эмиссию электромагнитных помех и устойчивость к электромагнитным помехам. Прибор соответствует требованиям, предъявляемым к эмиссии электромагнитных помех, согласно ■ EN 61326-1 (EN 55011 Группа 1, класс B) Прибор соответствует требованиям, предъявляемым к устойчивости к электромагнитным помехам, согласно ■ EN 61326-1 (требования к использованию в исходной среде)
Влияния окружающей среды	Устройство испытано с моделированием воздействий окружающей среды в условиях использования и транспортировки и соответствует требованиям согласно: ■ ISO 9022-2 ■ ISO 9022-3
Директивы ЕС	Прибор соответствует требованиям Директивы 2011/65/EU. Прибор изготовлен и испытан в соответствии со стандартами, которые соблюдают требования Директивы ЕС 2014/35/EU и 2014/30/EU. Устройство покидает завод в идеальном техническом состоянии. Для сохранения этого состояния и обеспечения безопасной эксплуатации пользователь должен соблюдать указания по технике безопасности и эксплуатации, приведенные в данном руководстве пользователя. Для всех входящих в объем поставки дополнительных принадлежностей и системных компонентов других производителей применяются их руководства по эксплуатации.
Директивы для Китая	Устройство содержит вещества, обращение с которыми регулируется на законодательном уровне (согласно директиве GB/T 26572-2011). Компания гарантирует, что при использовании прибора по назначению эти вещества не попадут в окружающую среду в течение ближайших лет и, следовательно, в течение этого периода не будут представлять никакой опасности для окружающей среды и здоровья.

Список рисунков

Изобр. 1	Анализатор, передние дверцы открыты	17
Изобр. 2	Анализатор, открыта левая боковина	18
Изобр. 3	Шприцевой насос	18
Изобр. 4	Схема соединений трубок.....	19
Изобр. 5	Настройка продувочного потока NPOC	20
Изобр. 6	Конденсатный насос.....	20
Изобр. 7	Насос фосфорной кислоты	20
Изобр. 8	Быстроразъемный соединительный элемент	21
Изобр. 9	Соединительный узел Fingertight	21
Изобр. 10	Печь для сжигания	22
Изобр. 11	Конденсационный змеевик.....	22
Изобр. 12	Конденсационный модуль TIC	23
Изобр. 13	Влагопоглотители.....	24
Изобр. 14	Поглотитель галогенов	24
Изобр. 15	Светодиод состояния	26
Изобр. 16	Блок светодиодных индикаторов (правая дверца открыта)	26
Изобр. 17	Задняя панель устройства	27
Изобр. 18	Принцип работы	29
Изобр. 19	Занимаемая площадь multi N/C 3100 с модулями	40
Изобр. 20	Требуемая площадь для модульной аналитической системы multi N/C 3100 duo	41
Изобр. 21	Занимаемая площадь multi N/C pharma HT с модулями.....	41
Изобр. 22	Задняя панель устройства	43
Изобр. 23	Автосамплер AS 10e	45
Изобр. 24	Автосамплер AS 21hp	46
Изобр. 25	Параллельная продувка (слева) и последовательная продувка (справа)	47
Изобр. 26	Автосамплер, прикрепленный к анализатору с помощью держателя	47
Изобр. 27	Разъемы на нижней стороне автосамплера	49
Изобр. 28	Держатель.....	49
Изобр. 29	Соединительный узел Fingertight.....	50
Изобр. 30	Окно Alignment - sampler	51
Изобр. 31	Параллельная продувка (слева) и последовательная продувка (справа)	52
Изобр. 32	Устройство автосамплера AS vario	54
Изобр. 33	Устройство автосамплера AS vario ER	55
Изобр. 34	Фиксатор для транспортировки.....	55
Изобр. 35	Втулка с двумя иглами для одновременного продувания	56
Изобр. 36	Соединительный узел Fingertight.....	57
Изобр. 37	Система промывки игл в модели AS vario ER	58
Изобр. 38	Активация системы промывки игл в методе.....	59
Изобр. 39	Автосамплер EPA Sampler	60

Изобр. 40	Автосамплер POC Sampler	61
Изобр. 41	Обратная сторона автосамплера	61
Изобр. 42	Электрические соединения	62
Изобр. 43	Фиксатор для транспортировки.....	62
Изобр. 44	Монтаж скобы мешалки	63
Изобр. 45	Положение игл для измерений NPOC с одновременным (слева) и неодновременным (справа) выдуванием.....	64
Изобр. 46	Соединительный узел Fingertight.....	64
Изобр. 47	Модуль POC для ручного режима работы.....	66
Изобр. 48	Модуль POC для автоматического режима работы	67
Изобр. 49	Хемилюминесцентный детектор (CLD)	71
Изобр. 50	Точки подключения на задней панели модуля анализа твердых проб.....	73
Изобр. 51	Параметры новой градуировки	77
Изобр. 52	Текущие данные пробы	79
Изобр. 53	Параметры проводимой градуировки.....	80
Изобр. 54	Привязка градуировки к методу (3 диапазона градуировки)	82
Изобр. 55	Планшет для разбавления	87
Изобр. 56	Планшет для разбавления	89
Изобр. 57	Юстировка автосамплера	93
Изобр. 58	Юстировочные точки на планшете для проб	94
Изобр. 59	Установка игл (здесь: 2 иглы для одновременного продувания)	95
Изобр. 60	Юстировка автосамплера	96
Изобр. 61	Юстировка позиции 1	96
Изобр. 62	Юстировка иглы и прижима	98
Изобр. 63	Юстировка автосамплера	98
Изобр. 64	Юстировка позиции 1	99
Изобр. 65	Юстировка иглы на POC-реакторе	99
Изобр. 66	Подсоединение защитного провода к боковине	100
Изобр. 67	Настройка продувания.....	101
Изобр. 68	Настройка продувочного потока NPOC	102
Изобр. 69	Быстроразъемный соединительный элемент, уголковый.....	105
Изобр. 70	Замена соединительного узла Fingertight	106
Изобр. 71	Замена влагопоглотителей на передней панели	118
Изобр. 72	Замена влагопоглотителей на газовом боксе	119
Изобр. 73	Замена поглотителя галогенов	121
Изобр. 74	Замена картриджа адсорбера	123
Изобр. 75	Зафиксированные для транспортировки компоненты за передней дверцей.....	138
Изобр. 76	Фиксация автосамплера для транспортировки.....	139