

Парофазный пробоотборник Agilent 8697

Эксплуатация



Примечания

© Agilent Technologies, Inc., 2021

Согласно законам США и международным законам об авторском праве запрещается воспроизведение любой части данного руководства в любой форме и любым способом (включая сохранение на электронных носителях, извлечение или перевод на иностранный язык) без предварительного письменного разрешения компании Agilent Technologies, Inc.

Номер руководства по каталогу

G4511-98004

Издание

Издание 1-е, февраль 2021 г.

Напечатано в США или Китае

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA (США)

安捷伦科技（上海）有限公司

上海市浦东新区外高桥保税区

英伦路 412 号

联系电话：（800） 820 3278

Гарантия

Приведенная в этом документе информация предоставляется «как есть» и может быть изменена в следующих редакциях без уведомления. Кроме того, в пределах допустимых действующим законодательством, компания Agilent отказывается от всех явных или подразумеваемых гарантийных обязательств в отношении данного руководства и любой содержащейся в нем информации, в том числе от подразумеваемой гарантии товарной пригодности и гарантии пригодности для конкретной цели. Компания Agilent не несет ответственности за ошибки, случайные или косвенные убытки, связанные с поставкой и эффективным применением на практике данного документа и любой содержащейся в нем информации. Если между компанией Agilent и пользователем подписано отдельное соглашение, условия гарантии которого не соответствуют условиям гарантий, содержащимся в данном документе, то силу имеют условия отдельного соглашения.

Предупреждающие сообщения

ВНИМАНИЕ!

Сообщение «ВНИМАНИЕ!» указывает на опасность. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к повреждению прибора или потере важных данных. Если в документе встречается сообщение «ВНИМАНИЕ!», не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.

ОСТОРОЖНО!

Надпись «ОСТОРОЖНО!» предупреждает об опасности. Это сообщение привлекает внимание к процедурам и приемам работы, несоблюдение или неправильное выполнение которых может привести к серьезным травмам или представлять угрозу для жизни. Если в документе встречается сообщение «ОСТОРОЖНО!», не следует продолжать выполнение действий до тех пор, пока указанные условия не будут полностью уяснены и выполнены.

Содержимое

1 Введение

- Введение 7
- Методы парофазного отбора проб 8
- Статический парофазный отбор проб с помощью крана и петли 9
- Парофазный пробоотборник Agilent 8697 12
- Сведения о данном руководстве 13
- Общее описание парофазного пробоотборника 14
 - Светодиодный индикатор состояния 15
 - Кнопка парковки и индикатор 15

2 Порядок работы

- Стандартный порядок работы 17
- Процедура разработки метода 18

3 Расходные материалы

- Расходные материалы для парофазного анализа 21

4 Вials для проб

- Типы виал для проб 25
- Септы и крышки виалы для проб 26
- Этикетки виал 27
 - Поддерживаемые штрих-коды 28
- Заполнение виал для проб 29
- Установка крышки на виале для проб 30
 - Установка крышки на виале для проб с помощью ручного кримпера 30
 - Проверка обжима 32
- Парковка лотка и снятие его с парковки 33
- Установка стойки для виал 34
- Загрузка пробы в лоток 35

5 Параметры метода ПП

- Параметры метода ПП 37
 - Локальный пользовательский интерфейс 37
 - Интерфейс браузера 39

Обзор параметров метода **40**

Определение времени цикла ГХ **42**

Определение времени цикла ГХ **42**

Проверка времени цикла ГХ **43**

6 Последовательности ПП

Что такое последовательность ПП? **45**

Последовательности, режимы отбора, прокалывание виал **46**

Последовательности и скорость обработки **47**

Первоочередные пробы **48**

Действия для последовательности в методе **49**

Типы проблем, которые можно решить при обработке
последовательности **49**

Доступные действия **50**

При использовании МС **50**

Действия для последовательности в интерфейсе браузера и системе
обработки данных **51**

Остановка, прерывание или приостановка выполняемой
последовательности **52**

Состояние виал **53**

7 Параметры

Параметры парофазного пробоотборника **55**

Параметры > Конфигурация > Парофаза **55**

Параметры > Калибровка > Парофаза **56**

Параметры > Сервисный режим > Парофаза **59**

Параметры > Расписание: Экономия ресурсов **59**

8 Принцип работы парофазного пробоотборника 8697

Как ПП обрабатывает виалу с пробой **61**

Как ПП уравнивает виалу **62**

Как ПП создает давление в виале **63**

Поток для создания давления **63**

Давление **63**

Постоянный объем **64**

Проверка динамических течей **64**

Как ПП заполняет пробоотборную петлю (отбирает пробу) **65**

Режим заполнения петли «По умолчанию» **65**

Режим заполнения петли «Индивидуальный»	65
Типы отбора и ввода, используемые в ПП	66
Стандартный отбор	67
Множественный парофазный отбор	68
Парофазный отбор с концентрированием	68
Сброс остаточного давления в виале	69
Как ПП уменьшает эффект переноса	69

9 Разработка метода

Обзор	71
Выбор пробы и матрицы	72
Теоретическая основа парофазного анализа	72
Важность коэффициента К и фазового отношения	73
Выбор канала ввода ГХ	75
Загрузка схожего метода	76
Редактирование нового метода	77
Температура	77
Время	77
Виала и петля	78
Режимы заполнения	78
Продувка и очистка	80
Другие параметры	81
Разработка и доработка метода	82
Прирост параметров	82
Размер виалы	84
Встряхивание виалы	84
Размер пробоотборной петли	84
Опрессовка виалы	84
Заполнение пробоотборной петли.	85
Режим отбора	88
Оптимизация скорости обработки	89
Отладка нового метода	90
Выполнение холостых циклов	91

10 Предупреждения о техобслуживании

Предупреждения о техобслуживании в ПП	93
---------------------------------------	----

Введение 7

Методы парофазного отбора проб 8

Статический парофазный отбор проб с помощью крана и петли 9

Сведения о данном руководстве 13

Общее описание парофазного пробоотборника 14

В данном разделе описан Парофазный пробоотборник Agilent 8697, включая его основные компоненты и общие методы парофазного отбора проб.

Введение

Парофазный анализ — это метод анализа летучих органических соединений с применением газовой хроматографии. В процессе парофазного анализа отбирается объем пара над матрицей пробы, в котором летучие соединения присутствуют в газообразном состоянии в прогнозируемой концентрации.

Парофазный анализ целесообразно применять в ситуациях, когда:

- исследуемый аналит пребывает в летучем состоянии при температуре до 300 °C;
- матрица пробы имеет твердую, пастообразную или жидкую форму, что затрудняет ее ввод в канал ввода ГХ;
- подготовить пробу для ее удобного ввода в жидком состоянии в данный момент затруднительно.

Парофазный анализ имеет несколько преимуществ перед традиционными способами ввода.

- Простой процесс подготовки пробы. Пробу не нужно переводить в пригодную для ввода жидкую форму.
- Быстрый анализ широкого диапазона матриц проб (жидких, твердых и пастообразных).
- Более продолжительный срок службы колонок при меньшей потребности в обслуживании. Паровая фаза над матрицей пробы чище, чем сама матрица. Благодаря тому, что в аналитическую колонку попадает меньше примесей, она дольше служит и реже требует обслуживания (обрезка, отжиг, замена предколонки и т. д.).
- Высокая точность.

Методы парофазного отбора проб

В настоящее время существует три основных способа выполнения парофазного анализа.

Динамический парофазный отбор. Этот метод (обычно как часть системы purge and trap) предполагает использование постоянного потока газа-носителя для выдувания всех летучих компонентов из матрицы пробы. Данные аналиты, как правило, улавливаются абсорбирующим материалом. По истечении заданного времени улавливатель нагревается и выпускает поглощенные соединения, которые затем переносятся в канал ввода ГХ.

Статический парофазный отбор. В этом методе используется закрытый контейнер с пробой и пробоотборная система. Матрица пробы, помещенная в запечатанную виалу, нагревается в течение заданного времени. Параллельно прибор может встряхивать виалу, чтобы ускорить извлечение летучих соединений из матрицы в паровую фазу. По прошествии заданного времени виала прокалывается, в ней создается давление, после чего часть парофазных испарений переносится и вводится в канал ввода ГХ.

Твердофазная микроэкстракция. При использовании этого метода зонд с абсорбентом помещается в виалу, которая содержит матрицу пробы. Исследуемые аналиты поступают в зонд для отбора проб. Различные абсорбенты позволяют проанализировать определенные исследуемые соединения (игнорируя при этом все остальные). По истечении заданного времени зонд нагревается и высвобождает аналиты, которые затем переносятся в колонку ГХ.

Статический парофазный отбор проб с помощью крана и петли

Есть два основных метода статического парофазного отбора: с *передачей давления* и с *использованием крана и петли*. (Третий метод, предполагающий ручной ввод с помощью газонепроницаемого шприца, не дает легко воспроизводимых результатов.)

Система крана и петли (как в модели 8697) также нагревается и встряхивает виалу в течение заданного времени. При этом в системе Agilent используется петля известного объема для отбора пробы. Далее перечислены этапы отбора пробы с помощью системы крана и петли.

1 Введение

Статический парофазный отбор проб с помощью крана и петли

- 1 Игла зонда прокалывает виалу.
- 2 Пробоотборник создает давление в виале с помощью газа. См. **Рис. 1**.

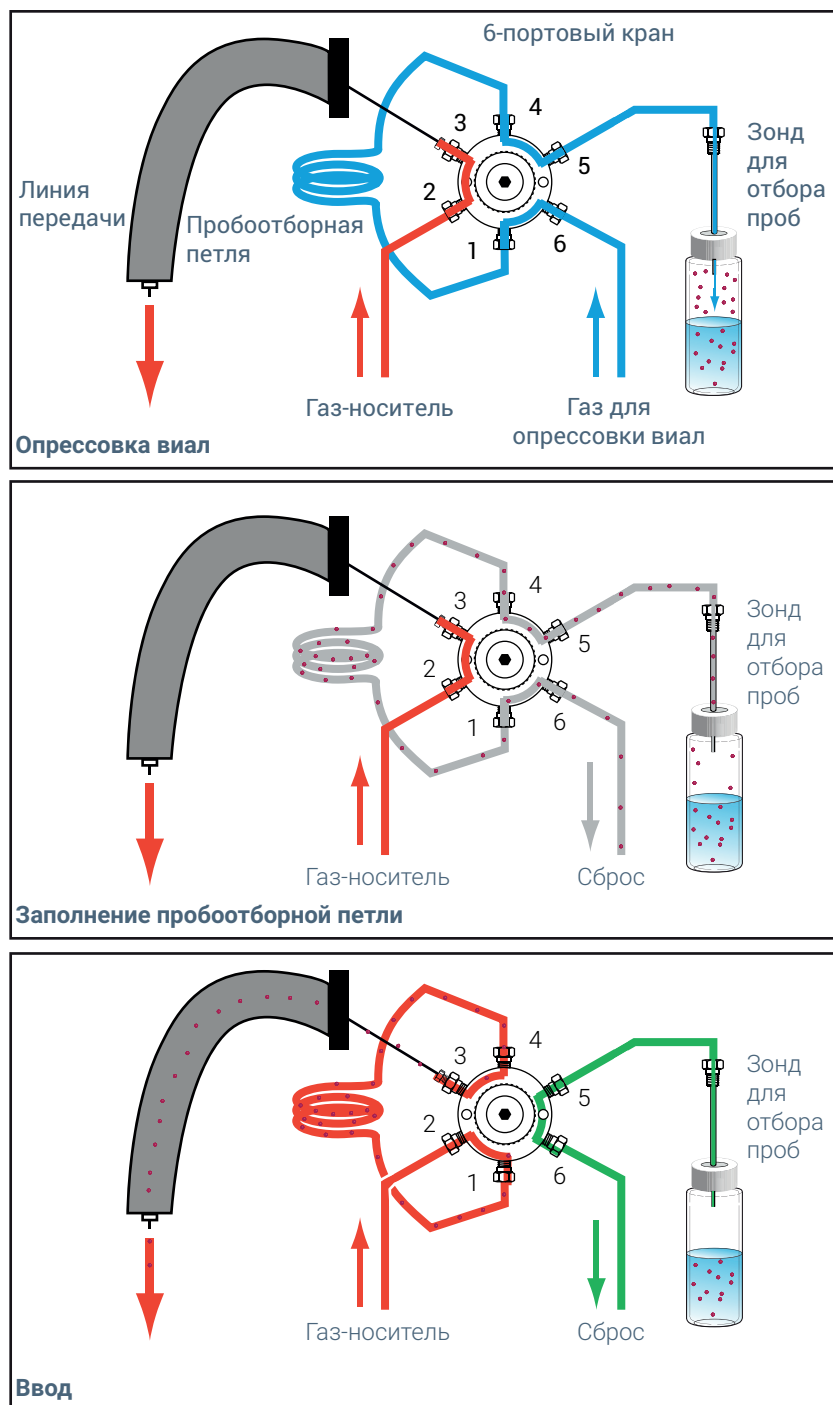


Рис. 1. Этапы отбора и ввода пробы с помощью системы крана и петли

1 Введение

Статический парофазный отбор проб с помощью крана и петли

- 3 После уравнивания давления газы из виалы, находящейся под давлением, выходят в пробоотборную петлю, заполняя ее пробой. Обратите внимание: в этом случае давление виалы сбрасывается до атмосферного давления, а не в высокого давления на входе в колонку. Кроме того, модель 8697 может регулировать поток газа, поступающий в пробоотборную петлю, таким образом, чтобы отбор пробы завершился до полного сброса давления в виале.
- 4 После уравнивания пробоотборной петли кран переключается и петля становится частью тракта потока, направленного в канал ввода ГХ. Газ-носитель переносит известный объем пробы в канал ввода ГХ для анализа.

Парофазный пробоотборник Agilent 8697

Парофазный пробоотборник Agilent 8697 (ПП) представляет собой систему парофазного отбора проб с применением крана и петли для 48 виал. В ПП используется термостат на 12 виал, позволяющий уравнивать температуру проб. Учитывая, что наибольшее время при парофазном анализе обычно затрачивается на уравнивание, термостат, способный вместить несколько виал, позволяет увеличить производительность ПП за счет одновременного уравнивания нескольких виал.

Управление ПП 8697 осуществляется через сенсорный экран ГХ, интерфейс браузера или подключенную систему обработки данных. Параметры ГХ при этом дополняются параметрами ПП, включая параметры методов, параметры конфигурации, параметры отслеживания предупреждений о техобслуживании, записи журналов, экраны текущего состояния и т. д. ПП 8697 считается компонентом ГХ.

Чтобы вы могли различать записи состояния ГХ и ПП, на сенсорном экране и в интерфейсе браузера к таким записям добавляются слова **парофазный пробоотборник**. Например, на сенсорном экране может отобразиться температура термостата ПП 8697 с надписью **Температура термостата парофазного пробоотборника**, а температура термостата ГХ будет отображаться без каких-либо уточнений. См. также пример на изображении ниже.

Method

Diagnostics

Maintenance

Logs

Settings

?

Parameter

Setpoint

Actual

+ Add

Headspace Oven Temperature

80.00 °C

80.00 °C

✕

Headspace Vial Flow

20.000 mL/min

20.001 mL/min

✕

Headspace Vial Pressure

0.384 psi

0.001 psi

✕

Headspace Aux Pressure

OFF

19.330 psi

✕

STATUS: READY

⬆

⬆

Sequence

Method

Sample

Est. Remaining

Рис. 2. Элементы экрана состояния для парофазного пробоотборника

Сведения о данном руководстве

В этом руководстве описываются основные понятия и процедуры, необходимые для стандартного применения парофазного пробоотборника, а также дополнительные функции, связанные с выполнением задач и разработкой методов.

Общее описание парофазного пробоотборника

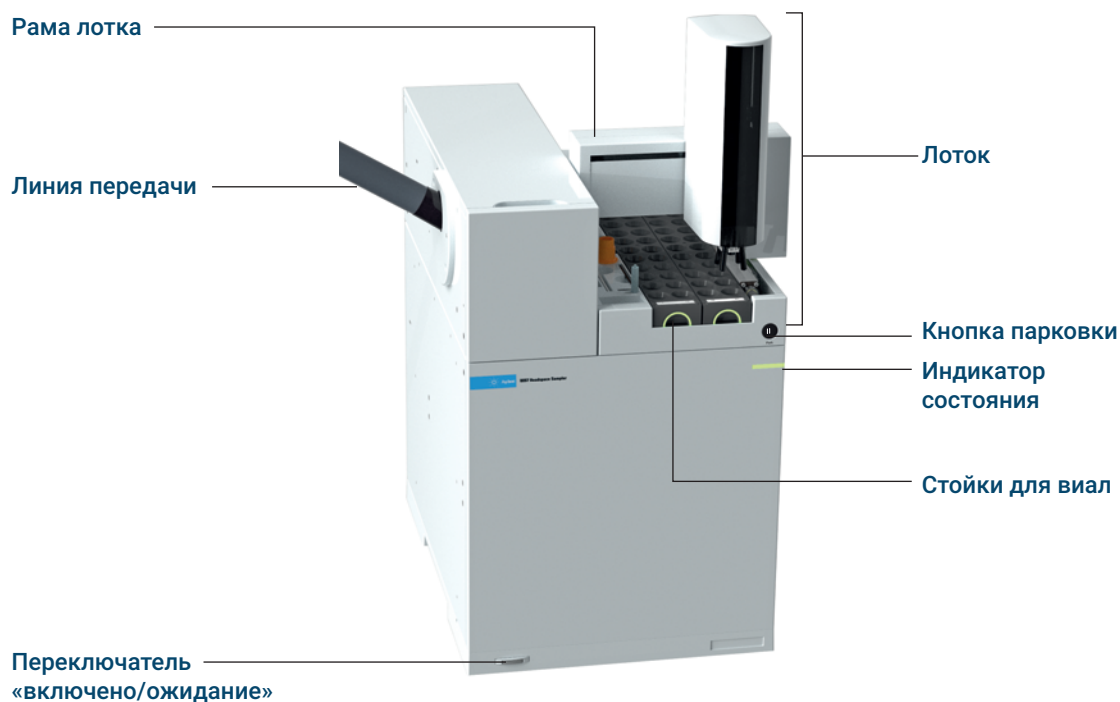


Рис. 3. Вид спереди

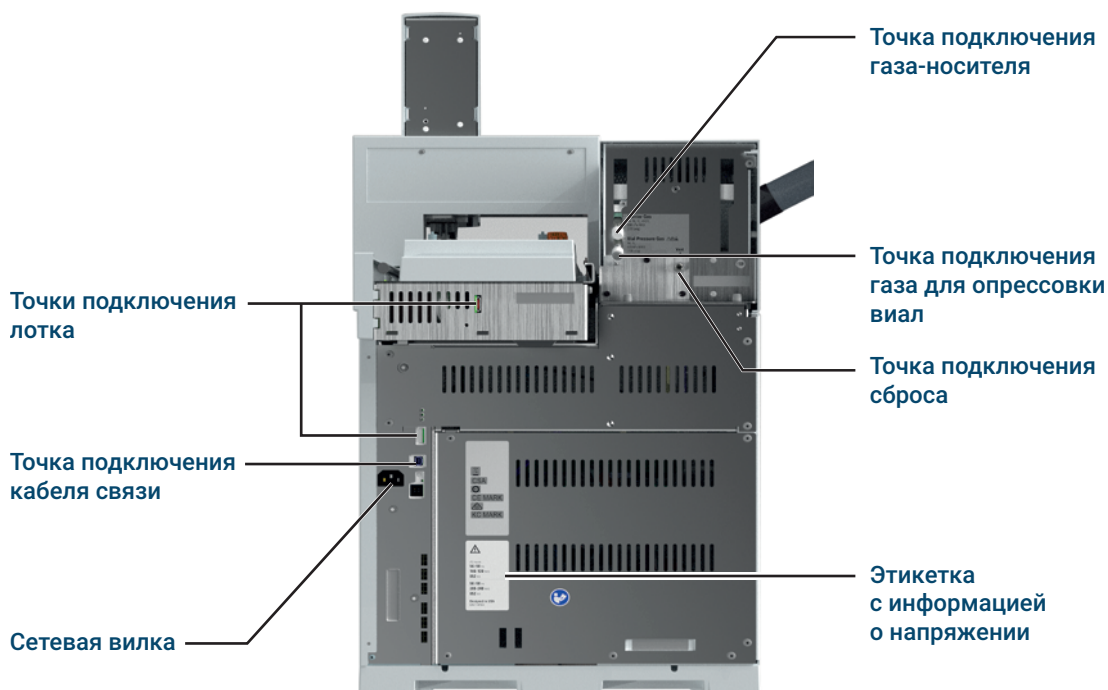


Рис. 4. Вид сзади

Светодиодный индикатор состояния

На передней панели ПП находится индикатор состояния, позволяющий быстро определить общее состояние и готовность прибора. Цвет индикатора меняется в зависимости от текущего состояния ПП.

- Зеленый: ПП готов к работе.
- Желтый: ПП не готов к работе. Питание включено и подается, но не для всех параметров достигнуты рабочие значения. Возможно появление предупреждения или другого сообщения. Дополнительную информацию см. на сенсорном экране ГХ.
- Красный: сбой или другая серьезная проблема. Возможно появление сообщения об ошибке или других сведений. Дополнительную информацию см. на сенсорном экране ГХ. ПП можно использовать только после устранения ошибки.

В дополнение к индикатору вы можете просмотреть сведения о состоянии на сенсорном экране подключенного ГХ, а также в интерфейсе браузера ГХ.

Кнопка парковки и индикатор

Кнопка парковки ПП имеет световой индикатор. Если он горит, значит лоток припаркован и ПП не готов к работе. Чтобы припарковать лоток или снять его с парковки, нажмите кнопку **Park**. См. [«Парковка лотка и снятие его с парковки»](#) на стр. 33.

Стандартный порядок работы 17

Процедура разработки метода 18

В данном разделе описан основной порядок работы с парофазным пробоотборником.

Стандартный порядок работы

На **Рис. 5** показаны этапы стандартной процедуры парофазного анализа. Предполагается при этом, что парофазный пробоотборник настроен, а методы и пробы определены.



Рис. 5. Стандартная процедура парофазного анализа

Процедура разработки метода

На **Рис. 6** показаны этапы разработки методов. Сведения о разработке методов см. в разделе «**Разработка метода**» на стр. 70.



Рис. 6. Процедура разработки метода

2 Порядок работы

Процедура разработки метода

Расходные материалы для парофазного анализа 21

В данном разделе перечислены компоненты, наиболее часто используемые при стандартной эксплуатации Agilent 8697 Парофазный пробоотборник (виалы, пробоотборные петли и т. д.). Процедуры замены этих компонентов см. в данном руководстве или в руководстве по **обслуживанию**.

Расходные материалы для парофазного анализа

В таблицах ниже перечислены наиболее часто используемые расходные материалы для парофазного пробоотборника и парофазного анализа. Наиболее актуальный перечень доступных компонентов см. на веб-сайте Agilent по адресу www.agilent.com/chem.

Таблица 1 Компоненты и образцы для парофазного пробоотборника

Описание	Каталожный номер
Набор для выявления течей. Включает в себя следующее. • Ферула без отверстия • Септа, 11 мм, низкий уровень фона, 5 шт. в упаковке • Виала для проверки течей • Заглушка нейлоновая для фитинга трубки, 1/8" • Заглушка с нулевым мертвым объемом (ZDV) из нержавеющей стали, 1/16" (для 6-портового крана)	G4556-67010
Септа линии передачи (9 мм)	5183-4801
Стойка лотка для виал, 8697 (2 стойки)	G4511-68940
Бирки стоек для виал	G4556-90500
Запасной фильтр Gas Clean, газ-носитель (используется для газа опрессовки виал)	CP17973
Универсальный внешний фильтр для сброса делителя потока, 3 картриджа, фитинг Swagelok 1/8"	RDT-1020
Пластина для резки колонки, керамическая	5181-8836
Зонд для отбора пробы, деактивированный	G4556-63825
Запасной ротор, 6-портовый кран, серия WT, 2068 кПа, 350 °C	1535-4952
Фиксатор пробоотборной петли, в комплекте: 1 шт., используется с пробоотборными петлями объемом 0,025 мл, 0,05 мл, 0,1 мл 2 шт., используются с пробоотборными петлями объемом 0,5 мл, 1 мл 1 шт., используется с пробоотборными петлями объемом 3,0 мл	G4556-20177
Фиксатор пробоотборной петли, в комплекте: 1 шт., используется с пробоотборными петлями объемом 0,025 мл, 0,05 мл, 0,1 мл	G4556-20178
Лайнер канала ввода для использования с линией передачи ПП	
Ультранинертный прямой лайнер, 2 мм	5190-6168
Стандартные образцы	
Стандартный образец для проверки работы парофазного пробоотборника ГХ, 1 x 1 мл	8500-4328
Образец для квалификации функционирования/проверки производительности (OQ/PV) парофазного пробоотборника	5182-9733

3 Расходные материалы

Расходные материалы для парофазного анализа

Таблица 2 Детали линии передачи для парофазного пробоотборника

Описание	Каталожный номер
Компоненты линии передачи	
Ферула из полиамида и графита, 5 шт./уп.	
0,53 мм, 1/32", для трубки с наружным диаметром 0,5 x 0,8 мм	0100-2595
Внутренний диаметр 0,4 мм, для колонок с наружным диаметром до 250 мкм	5190-1437
Гайка септы, линия передачи, для каналов ввода с/без деления потока и многорежимных каналов ввода	G3452-60845
Запирающая гайка, 1/16", нержавеющая сталь	01080-83202
Гайка и переходник для соединения 6-портового крана и линии передачи, 1/16" к 1/32"	0100-2594
Линии передачи	
Деактивированная кварцевая трубка, 250 мкм x 5 мм	160-2255-5
Деактивированная кварцевая трубка, 320 мкм x 5 мм	160-2325-5
Деактивированная кварцевая трубка, 450 мкм x 5 мм	160-2455-5
Деактивированная кварцевая трубка, 530 мкм x 5 мм	160-2535-5
Деактивированная трубка ProSteel из нержавеющей стали, длина 5 м	160-4535-5
Рукав для трубки ProSteel, длина 5 м	4177-0607
Компоненты для подключения к интерфейсу для летучих соединений	
Ферула, 0,4 мм, веспел/графит, внутр. диам. колонки 0,25 мм, длинная, 10 шт./уп.	5062-3508
Ферула, 0,5 мм, веспел/графит, внутр. диам. колонки 0,32 мм, длинная, 10 шт./уп.	5062-3506
Ферула, 0,8 мм, веспел/графит, внутр. диам. колонки 0,53 мм, длинная, 10 шт./уп.	5062-3538

3 Расходные материалы

Расходные материалы для парофазного анализа

Таблица 3 Пробоотборные петли для парофазного пробоотборника

Описание	Каталожный номер
Пробоотборные петли, инертные	
0,025 мл	G4556-80101
0,05 мл	G4556-80102
0,1 мл	G4556-80103
0,5 мл	G4556-80105
1,0 мл	G4556-80106
1,0 мл, сертифицированная	G4556-80126
2,0 мл	G4556-80107
3,0 мл	G4556-80108
3,0 мл, сертифицированная	G4556-80128
5,0 мл	G4556-80109

Таблица 4 Вials и крышки для парофазного пробоотборника

Описание	Каталожный номер
Сертифицированные вials с плоским дном	
Сертифицированные вials с плоским дном для парофазного пробоотборника, 20 мл, 100 шт. в упаковке	5182-0837
Сертифицированные вials с плоским дном для парофазного пробоотборника, 10 мл, 100 шт. в упаковке	5182-0838
Крышки для парофазного пробоотборника, 20 мм, с септой	
Сертифицированная обжимная крышка для парофазного анализа, алюминий, септа: тефлон/силикон, 20 мм, 100 шт. в упаковке	5183-4477
Наборы вials для парофазного пробоотборника	
Набор вials Вials с плоским дном для парофазного пробоотборника, 20 мл, цельная обжимная крышка с защитой, септа: фторопласт/силикон (белая), 100 шт. в упаковке	5182-0840
Устройства для установки и снятия крышек	
Электронный кримпер A-Line, для крышек размером 20 мм	5191-5615
Электронное устройство для снятия крышек A-Line, для крышек размером 20 мм	5191-5613
Эргономичный ручной кримпер для крышек 20 мм	5040-4669
Эргономичное ручное устройство для снятия крышек 20 мм	5040-4671

Типы виал для проб	25
Септы и крышки виалы для проб	26
Этикетки виал	27
Заполнение виал для проб	29
Установка крышки на виале для проб	30
Парковка лотка и снятие его с парковки	33
Установка стойки для виал	34
Загрузка пробы в лоток	35

В данном разделе представлены сведения о выборе виал для проб, а также о подготовке проб и обработке виал с помощью парофазного пробоотборника Agilent 8697.

Типы виал для проб

Парофазный пробоотборник рассчитан на использование виал объемом 10 мл, 20 мл, 22 мл. Размер виалы задается в методе. Размер виалы может отличаться в разных методах одной последовательности, но не должен отличаться в рамках одного метода. Несовпадение между используемым размером виалы и размером, указанным в методе, вызывает исключение процесса выполнения.

В парофазном пробоотборнике используются виалы для проб из прозрачного или янтарного стекла с обжимными или закручивающимися крышками. Для проб, чувствительных к свету, используйте виалы, изготовленные из темного стекла. Допускаются виалы как с плоским дном, так и с закругленным. Перечень допустимых типов виал см. в каталоге расходных материалов и компонентов Agilent или на веб-сайте Agilent по адресу www.agilent.com/chem. Несовместимость виал для проб может вызвать ошибки захвата.

Характеристики виалы должны соответствовать показанным на **Рис. 7**.



Рис. 7. Допустимые размеры виал

Не допускайте повторного использования виал. Если виала используется больше одного раза, возрастает риск ее повреждения.

Септы и крышки вials для проб

Для вials с обжимной и закручивающейся крышкой используются разные виды септы. Каждый вид септы имеет свои характеристики уплотнения и стойкости к воздействию растворителей.

Материал септы	Совместимость	Несовместимость	Повторное уплотнение	Максимальная температура*
Тefлон/бутилкаучук	До прокалывания —характеристики устойчивости тefлона. После прокалывания септа или лайнер приобретает характеристики, соответствующие каучуку (ацетонитрил, ацетон, диметилформамид, спирты, диэтиламин, диметилсульфоксид, фенолы)	Хлорсодержащие растворители, ароматические соединения, углеводороды, сероуглерод	Хорошее	< 125 °C
Тefлон/силиконовый каучук	До прокалывания —характеристики устойчивости тefлона. После прокалывания септа приобретает характеристики устойчивости силикона (спирт, ацетон, эфир, диметилформамид, диметилсульфоксид)	Ацетонитрил, тетрагидрофуран, хлороформ-бензол, пиридин, толуол, гексан, гептан	Среднее	< 180 °C
Высокая производительность				< 300 °C
* Приблизительное значение. См. рекомендации производителя.				

Крышки вials могут иметь или не иметь внутреннюю защитную функцию, которая позволяет сбросить внутренне давление вials, если оно превышает 310 кПа.

Старайтесь не допускать повторного использования обжимных крышек и септы для парофазного анализа.

Перечень допустимых типов вials см. также на сайте Agilent: www.agilent.com.

Этикетки виал

ВНИМАНИЕ!

Убедитесь, что качество этикеток и чернил не ухудшится при нагревании в термостате.

Если используются этикетки, их размеры должны соответствовать показанным ниже. Если дополнительно используется считыватель штрих-кодов (G4527A), этикетки со штрих-кодом должны иметь общие допустимые размеры и соответствовать условиям расположения (см. ниже).

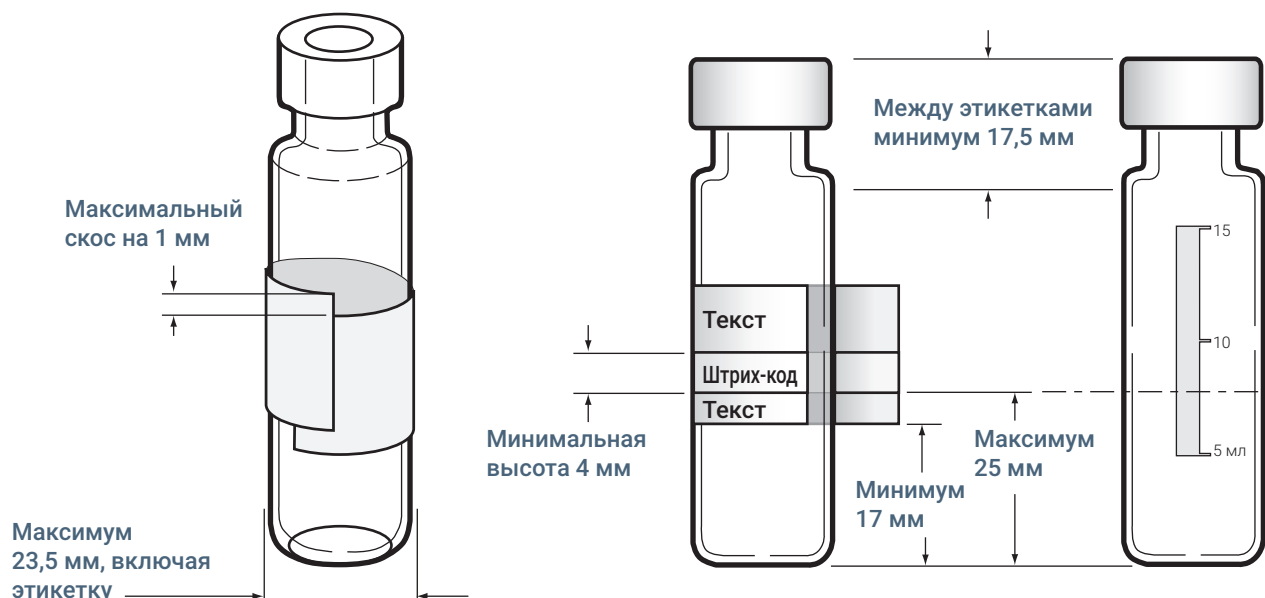


Рис. 8. Требования к этикеткам и штрих-кодам на виале (показана виала объемом в 20 мл)

ВНИМАНИЕ!

От правильных размеров виал для проб во многом зависит надлежащее функционирование захвата. Виалы и этикетки, не соответствующие вышеприведенным спецификациям, могут приводить к ошибкам в работе пробоотборника. Гарантия на прибор или договор на оказание сервисного обслуживания не предусматривают сервисное обслуживание и выполнение ремонтных работ, если потребность в них возникла в связи с несоответствием виал и этикеток приведенным здесь требованиям.

Чтобы проверить правильность расположения этикетки, поместите виалу с этикеткой в считыватель штрих-кода. Выберите **Диагностика > Парофаза > Ручные операции > Считать штрих-код**. Считыватель выполнит попытку чтения штрих-кода на виале.

Дополнительные требования к этикеткам со штрих-кодом.

- Теплостойкость (не должны портиться или обугливаться при нагреве).
- Матовое или другое неглянцевое покрытие. На глянцевых этикетках могут появиться блики от окружающего освещения, что помешает считывателю распознать штрих-код.

Поддерживаемые штрих-коды

Считыватель штрих-кодов может распознавать указанные ниже системы символов.

- Code 3 of 9
- Code 128
- Matrix 2 of 5
- Standard 2 of 5
- Interleaved 2 of 5
- UPC-A
- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC-E

Заполнение виал для проб

Согласно общей рекомендации, виалы следует заполнять пробой наполовину. Несмотря на то, что объем пробы может зависеть от типа анализа, не следует заполнять виалу выше уровня, показанного на **Рис. 9**. Правильный уровень заполнения виалы позволяет предотвратить контакт зонда для отбора проб с матрицей во время отбора. Если требуется больший объем пробы, воспользуйтесь более вместительной виалой или оптимизируйте метод для получения наиболее приемлемых результатов. Для получения дополнительной информации см. раздел «**Разработка метода**» на стр. 70.

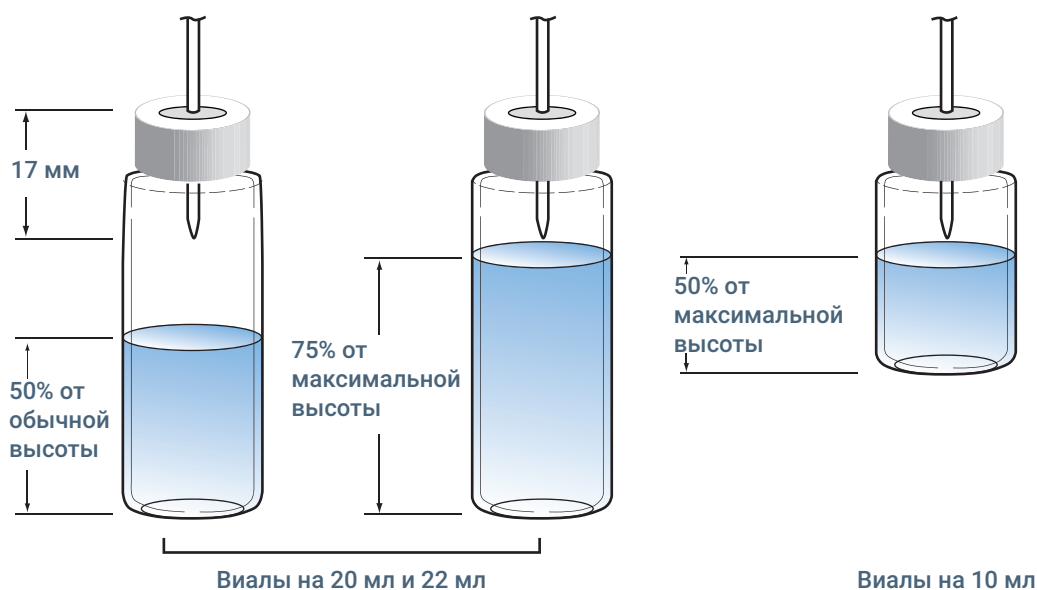


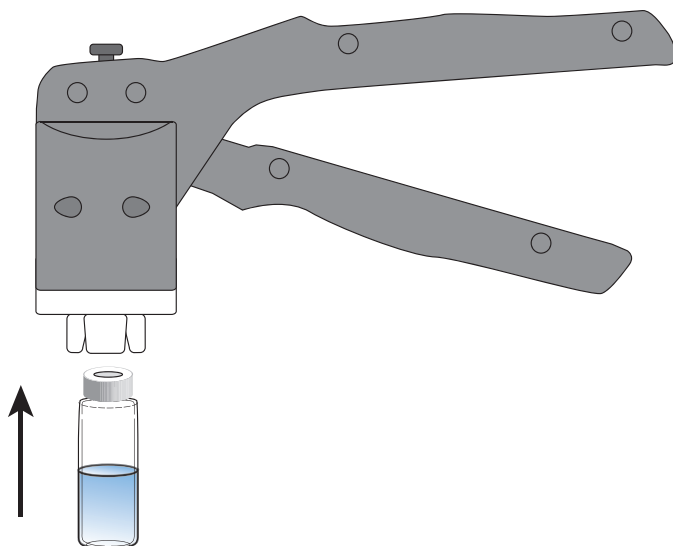
Рис. 9. Предельные уровни заполнения виал

Установка крышки на виае для проб

Виала должна быть герметично закрыта с целью предотвращения преждевременного выхода газовой фазы. В случае виалы с верхним краем для обжимных крышек, установите крышку с помощью кримпера, предназначенного для виал парофазного пробоотборника с крышками 20 мм. Также доступны для использования завинчивающиеся крышки и виалы с резьбой для завинчивающихся крышек. См. **«Расходные материалы для парофазного анализа»** на стр. 21.

Установка крышки на виае для проб с помощью ручного кримпера

- 1 Прежде чем начать, очистите внутреннюю поверхность обжимной части кримпера.
- 2 Если используются отдельные септа и крышка, разместите септу в крышке тефлоновой стороной к виале. Следите за тем, чтобы септа не загрязнилась.
- 3 Поставьте крышку в перевернутом положении на стол.
- 4 Наполните виалу пробой. (В большинстве случаев виала не должна быть заполнена больше чем на 50%, но для некоторых виал допускается заполнение на 75%. См. **«Заполнение виал для проб»**.)
- 5 Поместите крышку с установленной в нем септой сверху на горлышко виалы.
- 6 Поднимите виалу к обжимному кримперу.
- 7 Медленно и равномерно сожмите ручки кримпера, чтобы герметично закрыть виалу. (Сжимайте ручку до тех пор, пока она не коснется регулировочного винта.)



4 Вials для проб

Установка крышки на вiale для проб с помощью ручного кримпера

См. допустимую и недопустимую формы крышки на **Рис. 10**.

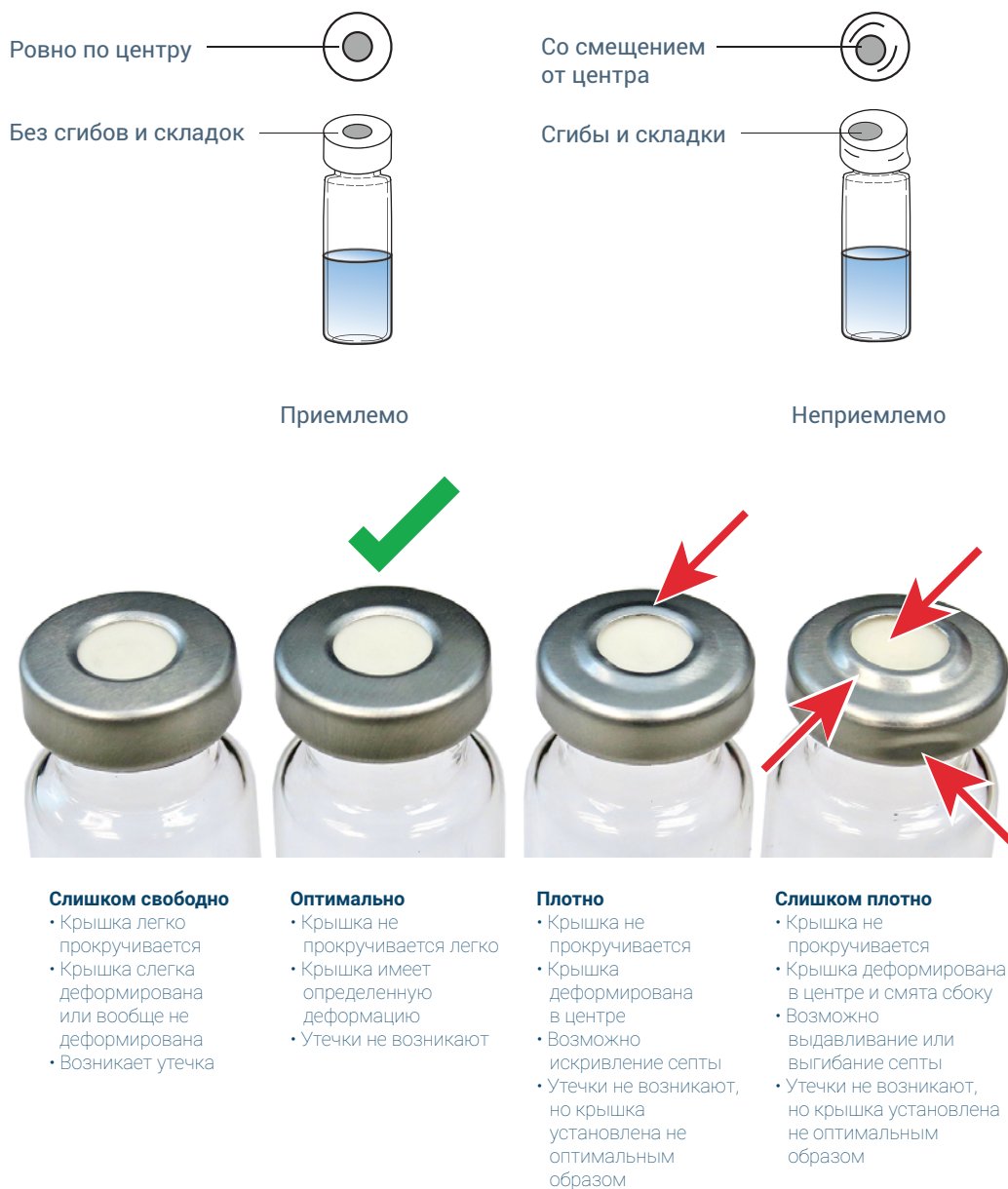


Рис. 10. Допустимая и недопустимая формы крышки вials

Проверьте правильность обжима каждой крышки:

- Убедитесь, что часть колпачка, загибающаяся под горлышком вials, не имеет сгибов и складок. Чтобы удалить сгибы или складки, наклоните вialу приблизительно на 10° и снова обожмите вialу. Отрегулируйте кримпер для более свободного обжима, повернув регулировочный винт по часовой стрелке.

- Крышка не должна прокручиваться вручную. Если крышка держится неплотно, отрегулируйте кримпер для более тугого обжима, повернув регулировочный винт против часовой стрелки. Еще раз обожмите крышку виалы. Если крышка слишком туго обжата, это может привести к сминанию септы и течи виалы.
- Убедитесь, что септа сверху каждой крышки плоская и выровнена по центру виалы.
 - Если септа не плоская, снимите крышку, поверните регулировочный винт кримпера по часовой стрелке и обожмите еще раз.
 - Если крышка обжата со смещением от центра, снимите ее и перед обжимом кримпером убедитесь, что новая крышка сверху виалы плоская.

Обратите внимание: чрезмерный обжим создает дополнительное давление на крышку и виалу.

Проверка обжима

Лучший способ проверить регулировку кримпера и положение крышек на виалах — выполнить тест, доступный на приборе.

- 1 Сначала установите крышку на виале, как описано в разделе **«Установка крышки на виале для проб с помощью ручного кримпера»**. Убедитесь, что крышка на виале выглядит правильно. Виала с крышкой должна выглядеть как оптимальный вариант, показанный на **Рис. 10**. Если это не так, отрегулируйте кримпер и обжимайте виалы, пока не получите оптимальный вариант для теста.
- 2 Подготовьте еще 4 такие виалы. Всего должно быть 5 виал, соответствующих оптимальному варианту.
- 3 На сенсорном экране ГХ или в интерфейсе браузера выберите **Диагностика > Тесты диагностики**, затем выберите **Пользовательская проверка течи виалы** в категории **Парофаза**.
- 4 Запустите проверку.
- 5 Следуя инструкциям на экране, загрузите виалы и запустите тест. Если виалы успешно пройдут тест, запишите параметры, которые были для них использованы, и используйте эти параметры для обжима виал с пробами. Если виалы не пройдут тест на течи, отрегулируйте кримпер, подготовьте новые тестовые виалы и выполните тест еще раз.

Если вы сменили устройство для обжима или если в новой партии виал, септах или крышках возникнут течи, выполните этот тест еще раз.

Парковка лотка и снятие его с парковки

Закрепление лотка означает перемещение рамы лотка в безопасное положение. Когда лоток закреплен, можно загружать вials в стойки, а также устанавливать стойки в ПП и извлекать их из него.

Чтобы припарковать лоток, нажмите кнопку парковки. Светящийся индикатор на кнопке парковки указывает на то, что лоток припаркован.

Чтобы снять лоток с парковки и подготовить его к использованию, нажмите кнопку парковки еще раз.

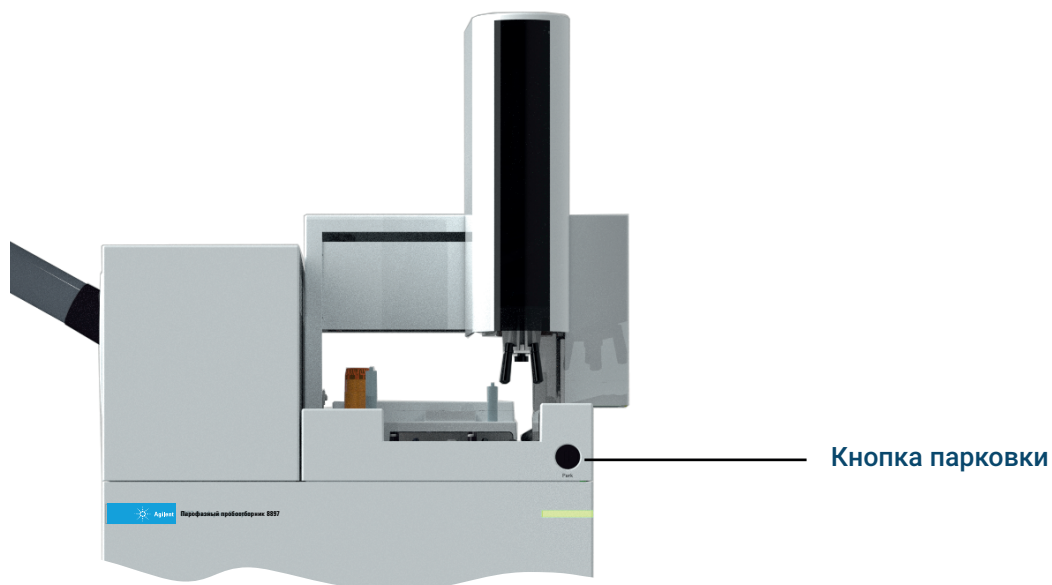


Рис. 11. Расположение кнопки парковки

Когда лоток закреплен, нельзя начать выполнение последовательности.

Если лоток закрепляется во время выполнения последовательности, эта последовательность приостанавливается. Обработка текущих вials продолжится, но следующие вials в обработку не поступят и никакие вials не будут удалены из термостата.

Установка стойки для виал

- 1 Нажмите кнопку парковки лотка, чтобы припарковать лоток (переместить раму в исходное положение, обеспечивающее удобный доступ к области стоек для виал). См. **Рис. 11** на стр. 33.

ВНИМАНИЕ!

При загрузке стойки лотка с наполненными виалами не допускайте чрезмерной тряски лотка. Если проба попадет на септу или на нежелательные участки виалы, может возникнуть искажение результатов.

- 2 Приподняв передний край стойки, продвиньте ее от себя и установите под крепежным зажимом в верхней части ПП. Затем опустите передний край стойки и установите его на место.

Когда установка будет выполнена надлежащим образом, загорится белый светодиодный индикатор на передней части стойки лотка.

- 3 Нажмите кнопку парковки лотка, чтобы подготовить лоток к использованию.

Загрузка пробы в лоток

- 1 Нажмите кнопку парковки, чтобы припарковать лоток (переместить раму в исходное положение, обеспечивающее удобный доступ к стойкам для виал).
- 2 Разместите закрытые крышками виалы с пробами в лотке необходимым образом. См. **Рис. 12**.

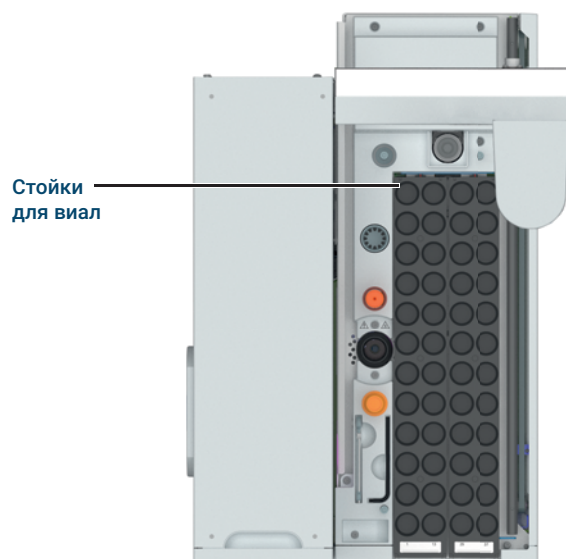


Рис. 12. Расположение виал в лотке

- 3 Нажмите кнопку парковки, чтобы подготовить лоток к использованию.

Параметры метода ПП 37

Обзор параметров метода 40

Определение времени цикла ГХ 42

В этом разделе описаны параметры метода, доступные для ПП. Все параметры методов задаются с помощью сенсорного экрана ГХ, интерфейса браузера или системы обработки данных. Сведения о разработке методов для ПП см. в разделе **«Разработка метода»** на стр. 70.

Параметры метода ПП

ПП 8697 добавляет свои параметры метода к методу ГХ. Получить доступ к ним можно так же, как к любым параметрам метода ГХ: через сенсорный экран ГХ, интерфейс браузера или систему обработки данных.

ПП добавляет к методу следующее:

- **температуру** виалы, пробоотборной петли и линии передачи,
- **время** уравнивания и ввода, а также время цикла ГХ (используется для расчета перекрытия проб и скорости обработки),
- параметры **виалы** — размер, наполнение, встряхивание, сброс давления после ввода.

Большинство параметров метода ПП можно просмотреть на вкладке **Методы** на сенсорном экране ГХ или в интерфейсе браузера. Несколько параметров отображаются в других местах на сенсорном экране или в интерфейсе браузера. Типы газов, размеры линии передачи, поток виалы в режиме ожидания и системы символов штрих-кодов показаны в разделе **Параметры** на сенсорном экране, а в интерфейсе браузера — в разделе **Метод > Конфигурация**.

См. также «**Параметры > Конфигурация > Парофаза**» на стр. 55. Обратите внимание: задать тип штрих-кода вы можете в методе или в параметрах конфигурации, однако инструкции по использованию штрих-кодов и решению связанных с ними проблем задаются только в системе обработки данных. Интерфейс браузера не поддерживает работу со штрих-кодами в рамках последовательностей.

Локальный пользовательский интерфейс

Headspace		
Temperatures		
	Setpoint	Actual
☒ Oven	80.00 °C	80.00 °C
☒ Loop	85.00 °C	85.02 °C
☒ Transfer Line	85.00 °C	85.00 °C
Times		
Vial Equilibration	2.000 min	
Injection Duration	0.500 min	
GC Cycle	9.00 min	

Рис. 13. Параметры метода парофазного пробоотборника, показанные в локальном пользовательском интерфейсе ГХ

5 Параметры метода ПП

Локальный пользовательский интерфейс

Тип линии передачи, объем пробоотборной петли, тип газа и прочие редко изменяемые параметры можно найти в разделе **Параметры > Конфигурация > Парофаза** на сенсорном экране.

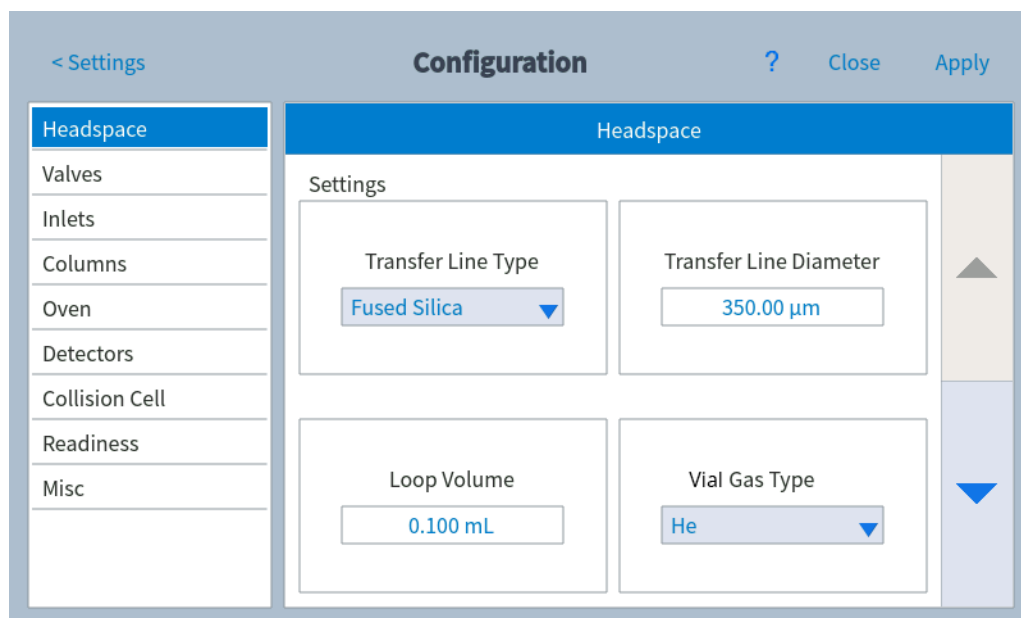


Рис. 14. Параметры метода парофазного пробоотборника, показанные в локальном пользовательском интерфейсе ГХ (ГХ 8890)

Интерфейс браузера

The screenshot displays the GX 8890 browser interface for configuring a headspace method. The sidebar menu on the left lists various components: Valves, Inlets (Front Inlet - MMI, Back Inlet - COC), Columns, Oven, Detectors (Front Detector - FID, Back Detector - NPD), Analog Out (Analog Out 1, Analog Out 2), Events, Signals, GC Performance (Front Detector - FID, Back Detector - NPD), and Configuration (Miscellaneous, Columns, Modules, Headspace, Readiness). The top navigation bar includes tabs for Method, Sequences, DA Express, Diagnostics, Maintenance, Logs, Settings, and Help. The main content area is divided into several sections: Temperatures (Oven, Loop, Transfer Line), Times (Vial Equilibration, Injection Duration, GC Cycle), and Vial and Loop (Vial Settings, Shake Value, Frequency, Acceleration). The status bar at the bottom indicates 'STATUS: READY' and shows a table with columns for Sequence, Method, Sample Name, and Est. Remaining (3.97).

Рис. 15. Параметры метода парофазного пробоотборника, показанные в интерфейсе браузера (ГХ 8890)

При использовании интерфейса браузера следует помнить о том, что метод также включает в себя параметры конфигурации ПП, например тип газа для опрессовки виал.

The screenshot displays the GX 8890 browser interface for configuring the headspace method. The sidebar menu on the left lists various components: Oven, Detectors (Front Detector - FID, Back Detector - NPD), Analog Out (Analog Out 1, Analog Out 2), Events, Signals, GC Performance (Front Detector - FID, Back Detector - NPD, Detector Evaluation, Peak Evaluation), and Configuration (Miscellaneous, Columns, Modules, Headspace, Readiness). The top navigation bar includes tabs for Method, Sequences, Diagnostics, Maintenance, Logs, Settings, and Help. The main content area is divided into several sections: Headspace (General, Transfer Line, Standby Vial Flow) and Barcode Reader Symbolologies. The status bar at the bottom indicates 'STATUS: READY' and shows a table with columns for Sequence, Method, Sample Name, and Est. Remaining (3.97).

Рис. 16. Параметры конфигурации в методе ПП, показанные в интерфейсе браузера (ГХ 8890)

Обзор параметров метода

В данном разделе перечислены параметры метода, а также краткое описание каждого из них. Подробное описание режимов заполнения см. в разделе **«Разработка метода»** на стр. 70.

Таблица 5 Общие параметры методов

Путь	Параметр	Описание
Метод		
Температура	Термостат	Температура термостата для уравнивания виалы.
	Петля	Температура пробоотборной петли и крана.
	Линия передачи	Температура линии передачи (изотермический режим).
Время	Уравнивание виалы	Время для уравнивания виалы в термостате.
	Длительность ввода	Время, в течение которого пары из пробоотборной петли выдуваются в канал ввода ГХ.
	Цикл ГХ	Время выполнения цикла анализа в ГХ, включая время охлаждения и перехода в состояние готовности по завершении цикла.
Виала и петля	Размер виалы (мл)	Выбор размера для всех виал с пробой, которые обрабатываются на основе данного метода.
	Уровень встряхивания	Выбор уровня встряхивания для пробы во время уравнивания в термостате. Чем больше значение, тем сильнее встряхивание. В интерфейсе браузера также отображаются частота и ускорение встряхивания, соответствующие выбранному уровню.
Режим заполнения виалы	Режим заполнения виалы	Выбор способа опрессовки виалы. См. также «Опрессовка виалы» на стр. 84.
Давление	Время уравнивания давления	Время, в течение которого давление в виале стабилизируется после первоначальной опрессовки виалы.
	Давление заполнения	Заданное конечное давление в виале с пробой.
Поток к давлению	Время уравнивания давления	Время, в течение которого давление в виале стабилизируется после первоначальной опрессовки виалы.
	Давление заполнения	Заданное конечное давление в виале с пробой.
	Поток заполнения	Скорость потока для опрессовки виалы. По умолчанию. 50 мл/мин.
Постоянный объем	Время уравнивания давления	Время, в течение которого давление в виале стабилизируется после первоначальной опрессовки виалы.
	Fill volume, mL (Объем заполнения, мл)	Определенный объем газа, который используется для опрессовки виалы.
Режим заполнения петли	Скорость роста для петли	Как быстро заполняется пробоотборная петля.
	Конечное давление петли	Заданное конечное давление для заполненной пробоотборной петли.

5 Параметры метода ПП

Обзор параметров метода

Таблица 5 Общие параметры методов (продолжение)

Путь	Параметр	Описание
	Уравновешивание петли	Время, выделенное для стабилизации пробоотборной петли после опрессовки.
Режим отбора	Режим отбора	Выбор типа отбора для метода: разовый, множественный, с концентрированием. См. также « Режим отбора » на стр. 88.
	Количество отборов	Только в режиме Отборы с концентрированием : укажите количество отборов с концентрированием, которые нужно выполнить перед запуском цикла в ГХ.
Продувка и очистка		
	Сбросить давление виалы после последнего отбора	Сброс остаточного давления в виале в атмосферу после последнего отбора и во время переноса пробы в ГХ. (Только для режима множественного отбора или отборов с концентрированием.)
	Сбросить давление виалы между отборами проб	Продувка виалы между отборами с концентрированием. (Только для режима множественного отбора или отборов с концентрированием.)
	Режим потока продувки	
	Поток продувки	Продувка зонда для отбора проб и пробоотборной петли газом для опрессовки виал после отсоединения виалы от зонда.
	Время продувки	Период, в течение которого продувается петля или зонд для отбора проб.
Разное		
Динамическая проверка течей	Режим проверки течей	Включите этот режим, чтобы выявить течи в виале с пробой после создания в ней давления. Продолжительность проверки динамических течей равняется времени уравновешивания давления + 0,02 мин.
	Допустимый уровень течи	Уровень течи, допустимый для данной аналитической задачи. Значение по умолчанию — 0,5 мл/мин.
Действия последовательности		Выбор действий для ПП в случае непредвиденных проблем в ходе выполнения последовательности, например при отсутствии виалы или несоответствии ее размера.
	Отсутствует виала	ПП не может найти виалу с пробой в ожидаемой позиции.
	Неправильный размер виалы	ПП выявил, что размер виалы, обрабатываемой в лотке, не соответствует размеру, указанному в методе. Это может означать, что обрабатывается не та проба или что для последовательности задан не тот метод.
	Обнаружена течь	Виала с пробой не прошла проверку динамических течей.
	Система не готова	ПП обработал пробу, выполнил отбор и теперь готов передать пробу в канал ввода ГХ, однако ГХ не готов к запуску цикла.
Method development (Разработка метода)		Параметры для разработки методов. См. раздел « Прирост параметров » на стр. 82.

Метод > Конфигурация > Парофаза (интерфейс браузера). См. «**Параметры > Конфигурация > Парофаза**» на стр. 55.

Определение времени цикла ГХ

Время цикла ГХ — это время, которое требуется ГХ для выполнения цикла анализа и возвращения в состояние готовности к следующему вводу. Время цикла ГХ состоит из времени цикла анализа в ГХ и любого дополнительного времени, требуемого для выполнения последующих программ, охлаждения компонентов ГХ и их возвращения в начальное состояние, а также для возвращения ГХ и системы в состояние готовности.

В ПП используется параметр **Время цикла ГХ**, с помощью которого рассчитывается скорость обработки и различные значения времени. От точности параметра **Время цикла ГХ** во многом зависит оптимизация скорости и правильности обработки проб.

Слишком долгое **время цикла ГХ** может привести к описанным ниже последствиям.

- Понижение производительности. Вials ожидают обработки дольше, чем необходимо.

Слишком короткое **время цикла ГХ** может привести к описанным ниже последствиям.

- Сбои при выполнении последовательности. Вials могут слишком рано проходить обработку и слишком долго ожидать состояния готовности ГХ.

Слишком долгое время является более предпочтительным, чем слишком короткое, которое может привести к снижению качества анализа пробы.

Определение времени цикла ГХ

Порядок определения **времени цикла ГХ**.

- 1 Выполните последовательно пять циклов с использованием метода ПП и пустых виал (закрытых и запечатанных). Сначала рассчитайте время цикла ГХ, прибавив к времени программы термостата ГХ время всех обработок, следующих за циклом, и еще 10 минут. Это значение должно быть завышенным.
- 2 В качестве действия для последовательности при состоянии «Система не готова» выберите **Пропустить** или **Прервать**.
- 3 Запустите последовательность.
- 4 После завершения последовательности изучите журналы системы обработки данных. Найдите рассчитанное время цикла в журнале действий OpenLab CDS или в журнале последовательности OpenLab CDS Chemstation Edition, или в журнале MassHunter. Будут зафиксированы 4 значения времени цикла. Если вы используете интерфейс браузера, проверьте журнал последовательности.
- 5 Наиболее правильное **время цикла ГХ** — среднее время цикла + 0,2–0,5 минуты.

Можно также *рассчитать* **время цикла ГХ**, не выполняя цикл. Сложив продолжительность программы термостата ГХ и продолжительность всех программ после цикла, вы получите приблизительное время цикла. Такой расчет, однако, будет менее точным при программировании температуры и использовании криогенных операций. Добавьте дополнительное время, чтобы учесть охлаждение зон (например, термостата или канала ввода).

Если используется МС, также добавьте время, связанное с любыми другими факторами, способными повлиять на состояние готовности.

Следует также учесть время обработки данных. Обычно это незначительное время, но при высокой загрузке системы обработки данных может потребоваться дополнительное время между пробами.

Проверка времени цикла ГХ

Повторно запустите последовательность из трех или четырех пустых виал. Между последовательными виалами не должно больше возникать время ожидания.

ПП должен запускать ввод, когда достигает состояния готовности, и не должен дожидаться готовности ГХ.

Что такое последовательность ПП?	45
Последовательности, режимы отбора, прокалывание виал	46
Последовательности и скорость обработки	47
Первоочередные пробы	48
Действия для последовательности в методе	49
Действия для последовательности в интерфейсе браузера и системе обработки данных	51
Остановка, прерывание или приостановка выполняемой последовательности	52
Состояние виал	53

Последовательности проб можно создавать и запускать в интерфейсе браузера ГХ или в системе обработки данных Agilent. В данном разделе приведены примечания к использованию таких систем для обработки проб в рамках парофазных последовательностей, а также связанные с последовательностями функции ПП 8697, позволяющие оптимизировать скорость обработки.

Информацию об использовании интерфейса браузера или системы обработки данных для создания последовательностей и обработки проб см. в соответствующих разделах онлайн-справки.

Что такое последовательность ПП?

Последовательность в парофазном пробоотборнике 8697 — это упорядоченный набор виал с пробами, которые требуется подготовить и ввести на основе метода, заданного для подготовки каждой отдельной виалы.

- Обработка всех проб выполняется согласно порядку в последовательности. Обработка пробы запускается только после того, как определена последовательность.
- Позиции виал в последовательности могут пропускаться.
- Виалы в последовательности могут проходить обработку больше одного раза.
- Виалы в последовательности не требуется размещать в каком-либо определенном порядке. Последовательность виал, например, в позициях 1, 23, 5, 2, 3 и 40 допускается к обработке.

Последовательности, режимы отбора, прокалывание виал

В рамках последовательности одну и ту же виалу можно включить в любое количество строк. Способ обработки виалы в парофазном пробоотборнике зависит от заданного в методе режима отбора и от последовательности, как описано ниже.

- **Режим отбора — разовый.**

Если виала включена в последовательность больше одного раза или если указано количество вводов больше одного, такое же количество раз выполняется полная обработка этой виалы.

- **Режим отбора — множественный.**

Если задано больше одного ввода на виалу, ПП прокалывает виалу один раз, после чего выполняет отборы и вводы. ПП *не* выполняет множественное прокалывание виалы и *не* выполняет множественное уравнивание.

Если виала включена в последовательность больше одного раза подряд и для каждого включения задан один и тот же метод, ПП прокалывает виалу один раз, после чего выполняет отборы и вводы. ПП *не* выполняет множественное прокалывание виалы.

- **Режим отбора — с концентрированием.**

Если виала включена в последовательность больше одного раза подряд или если задано больше одного ввода, ПП выполнят только одно уравнивание и одно прокалывание виалы.

См. также «**Последовательности и скорость обработки**».

Последовательности и скорость обработки

ПП оптимизирует скорость обработки путем проверки методов, заданных для виал в текущей последовательности. Если для расположенных подряд виал задан один и тот же метод, ПП проверяет параметры времени для проб и рассчитывает наиболее оптимальное время для помещения каждой виалы в термостат. При таком подходе за раз выполняется уравнивание максимально возможного количества виал.

Виалы с отличающимися методами поступают в обработку только после вывода предшествующей пробы из термостата.

Чтобы получить дополнительную информацию, см. **«Оптимизация скорости обработки»** на стр. 89.

Первоочередные пробы

Внеочередная проба — это виала с пробой, которую необходимо обработать раньше некоторых остальных виал в выполняемой последовательности.

И в интерфейсе браузера, и в системе обработки данных Agilent есть возможность приостановить и отредактировать выполняемую последовательность, чтобы вставить в нее новую пробу. Поместите новую пробу в любую незанятую позицию в лотке. Приостановите последовательность и включите в нее новую виалу. Инструкции по редактированию выполняемой последовательности см. в справке интерфейса браузера или системы обработки данных.

Обратите внимание: пробы, обработка которых уже началась, не подлежат редактированию. ПП продолжит начатую обработку всех виал и только после этого перейдет к новой виале. Если для новой пробы используется тот же метод, она может быть помещена в термостат одновременно с другими обрабатываемыми пробами. Если используется другой метод, обработка пробы может начаться после вывода всех предыдущих проб из термостата.

Действия для последовательности в методе

ПП можно настроить так, чтобы при возникновении определенных проблем в ходе выполнения последовательности он пропускал виалу, продолжал процесс несмотря на проблему, приостанавливал последовательность, прерывал все действия или ожидал готовности системы. Параметры, определяющие поведение ПП при выполнении последовательности, называются *действиями для последовательности*. Эти действия являются частью метода, поэтому могут быть разными для каждой отдельной пробы в рамках одной последовательности. С помощью действий для последовательности вы можете указать, что именно ПП должен выполнять при возникновении таких проблем, как несоответствие размера виалы, отсутствие виалы и т. д. Действия для последовательности расширяют возможности решения относительно несерьезных проблем, позволяя уделять им ровно столько внимания, сколько требует ваш рабочий процесс. В случае появления одних проблем можно полностью остановить обработку последовательности, а в случае других — разрешить дальнейшую обработку. ГХ всегда фиксирует проблему и предпринятую меру.

Типы проблем, которые можно решить при обработке последовательности

Действия для последовательности позволяют осуществлять логическое управление действиями при возникновении проблем, описанных ниже. Возможные действия описаны в разделе «**Доступные действия**».

Отсутствует виала. Управление поведением ПП каждый раз, когда ему не удастся найти виалу с пробой (например, в лотке). Проблему «отсутствие виалы» могут вызвать, например, проблема оборудования, проблема последовательности или нахождение виалы не на своем месте.

Неправильный размер виалы. Для ПП задаются действия на случай, если ПП обнаруживает виалу с пробой и размер этой виалы не совпадает с размером, заданным в методе. Несоответствие размеров может, например, изменить результаты анализа или указать на то, что виала находится не на своем месте. Для определения размера виалы ПП измеряет высоту виалы, когда она находится в захвате. (Это означает, что ПП не различает виалы на 20 мл и виалы на 22 мл.)

Обнаружена течь. Для ПП задаются действия на случай, если виала с пробой не проходит проверку динамических течей. (Это относится только к ситуациям, когда включена функция проверки динамических течей.)

Система не готова. Для ПП задаются действия на случай, если ПП готов заполнять пробоотборную петлю, но ГХ еще не готов к запуску цикла. Когда ПП переходит в состояние готовности, он проверяет готовность ГХ. Если ГХ готов, ПП начинает заполнение пробоотборной петли для выполнения цикла ввода. Если ГХ не готов, ПП выполняет указанное действие. Проблема неготовности ГХ может указывать на короткое время «Цикл ГХ» в методе, на нормальные расхождения в значениях времени ГХ или на неисправность ГХ. Обратите внимание: некоторые системы обработки данных не могут собирать данные, если ГХ не находится в состоянии готовности на момент запуска цикла. (В этом случае не задавайте для последовательности действие **Продолжить**.)

Доступные действия

Доступность действий для каждой отдельной проблемы последовательности зависит от характера этой проблемы. (Например, вы не можете продолжить обработку отсутствующей виалы, но можете пропустить ее или прервать последовательность.)

- **Продолжить.** Обработка текущей виалы с пробой и последовательности не останавливается.
- **Пропустить.** Текущая виала с пробой пропускается, после чего обрабатывается следующая виала в последовательности. Текущая виала с пробой при необходимости немедленно возвращается в лоток. Система пропускает все вводы для этой виалы.
- **Приостановить.** Приостановить последовательность. Обработка виал в термостате, в том числе текущей виалы, будет продолжаться, если возможно. Никакие другие виалы не будут перемещаться в термостат для виал.

Восстановление после паузы. Поместите на заслонку отсутствующую виалу или виалу правильного размера. Извлеките не подходящую по требованиям виалу из

лотка, если она присутствует. Выберите  на сенсорном экране ГХ.

- **Прервать.** Прервать последовательность. ПП останавливает любые операции по обработке текущей и всех других виал с пробой. ПП возвращает все виалы с пробой в лоток, начиная с виалы, с которой возникла проблема. Для устранения проблемы определите проблемную виалу с помощью журналов. Решите проблему, затем создайте новую последовательность и выполните перезапуск.
- **Ожидание готовности.** ПП ожидает готовности ГХ. Такая настройка может привести к увеличению времени уравнивания виал, находящихся в термостате. ПП фиксирует фактическое время уравнивания в своих журналах. Обратите внимание: как только ПП начинает заполнять пробоотборную петлю, он также запускает цикл ввода — независимо от готовности ГХ. Если ГХ по какой-то причине не переходит в состояние готовности, ПП ожидает.

ПРИМЕЧАНИЕ

Действие Прервать останавливает только работу ПП. ГХ и система данных могут завершить обработку любой ранее введенной пробы.

Обратите внимание: действия для последовательности не решают другие возможные проблемы, которые могут прервать последовательность (например, сбой оборудования).

При использовании МС

Если используется МС, выберите вариант **Прервать**, **Пропустить** или **Ожидать готовности** в качестве действия для последовательности на случай ситуации **Система не готова**. При получении команды запуска система обработки данных МС не будет собирать данные, пока вся система не перейдет в состояние готовности. Действие **Продолжить** может привести к потере данных. Вы должны учесть во **времени цикла ГХ** все дополнительные периоды, обусловленные задержкой для растворителя МС и другими факторами.

Действия для последовательности в интерфейсе браузера и системе обработки данных

В интерфейсе браузера и системе обработки данных Agilent предлагаются дополнительные функции для реакции на непредвиденные события. Эти функции отображаются в разделе параметров последовательности и зависят от системы обработки данных. Например, в интерфейсе браузера и многих системах обработки данных доступен параметр для решения такой проблемы, как отсутствие виал в последовательности. В случае противоречия между параметром последовательности и параметром метода ПП для решения проблем, описанных в разделе **«Типы проблем, которые можно решить при обработке последовательности»** на стр. 49, применяется значение, заданное в методе ПП.

В системах обработки данных также могут быть доступны способы решения проблем считывателя штрих-кодов. Для получения более подробной информации см. справку системы данных.

Остановка, прерывание или приостановка выполняемой последовательности

Для управления выполняемой последовательностью можно использовать кнопку остановки на сенсорном экране ГХ либо интерфейс браузера или систему обработки данных на компьютере, с которого была запущена последовательность.

На сенсорном экране ГХ нажмите кнопку остановки (). На дисплее ГХ отобразится экран выбора действия: остановка цикла, остановка последовательности, отмена (отсутствие каких-либо действий).

- **Остановка цикла:** текущий цикл немедленно прекращается и прибор переходит к следующему циклу в последовательности. Оставшаяся часть последовательности завершается в обычном режиме.
- **Остановка последовательности:** текущий цикл немедленно прекращается и последовательность прерывается. Все виалы из термостата возвращаются в лоток через охлаждающую станцию, и система возвращается в состояние простоя.

В интерфейсе браузера и системе обработки данных предлагаются три варианта действий в отношении выполняемой последовательности.

- **Приостановка последовательности:** ПП завершает начатую обработку всех проб и ожидает дальнейших инструкций. Новые виалы не поступают в термостат. После возобновления последовательности обработка завершается в обычном режиме.

Приостановка позволяет внести изменения в последовательность, например пополнить или другим способом изменить список проб, обработка которых еще не началась. После возобновления последовательности ПП переходит к обработке той пробы, которая в данный момент является следующей в последовательности.

- **Остановка цикла:** текущий цикл немедленно прекращается и прибор переходит к следующему циклу в последовательности. Оставшаяся часть последовательности завершается в обычном режиме.
- **Остановка последовательности:** текущий цикл немедленно прекращается и последовательность прерывается. Все виалы из термостата возвращаются в лоток через охлаждающую станцию, и система возвращается в состояние простоя.

Дополнительные сведения о том, какие функции относительно последовательности доступны в интерфейсе браузера и системе обработки данных ГХ, см. в соответствующей справке.

Состояние виал

Просмотреть текущее состояние выполняемой последовательности можно на сенсорном экране ГХ или в интерфейсе браузера. На дисплее ГХ будет показано следующее.

- Температура термостата
- Температура петли
- Температура линии передачи
- Поток виалы
- Давление виалы
- Внешнее давление носителя
- Состояние виалы, включая показатели, отслеживаемые в реальном времени: уравнивание, опрессовка, отбор пробы, ввод пробы, возвращение в лоток

Параметры парофазного пробоотборника 55

Параметры > Конфигурация > Парофаза 55

Параметры > Калибровка > Парофаза 56

Параметры > Сервисный режим > Парофаза 59

Параметры > Расписание: Экономия ресурсов 59

Ниже описаны параметры и функции, доступные в разделе Параметры на ГХ.

Параметры парофазного пробоотборника

Параметры ПП, доступные на вкладке **Параметры**, применяются во всех стандартных ситуациях независимо от текущего метода. Если вы вносите изменение в оборудование, всегда проверяйте эти параметры и корректируйте их соответствующим образом (например, после смены типа газа для опрессовки виал, линии передачи или пробоотборной петли).

Параметры > Конфигурация > Парофаза

В таблице ниже приведены параметры конфигурации ПП.

Параметр	Описание
Канал ввода	Выберите канал ввода, подключенный к линии передачи. (Этот параметр доступен в ГХ, имеющем больше одного канала ввода.)
Тип газа	Тип газа для опрессовки виал.
Объем петли	Внутренний объем установленной пробоотборной петли.
Тип линии передачи	Выберите тип установленной линии передачи (кварцевый капилляр или DB-ProSteel).
Диаметр линии передачи	Внутренний диаметр линии передачи (мкм).
Поток виалы в режиме ожидания	В обычных ситуациях этот параметр должен оставаться включенным. Поток виалы в режиме ожидания продувает пробоотборную петлю и зонд для отбора проб между отборами и во время простоя. Если на ГХ используются функции экономии ресурсов, этот поток можно уменьшить, чтобы сэкономить газ для опрессовки виалы. По умолчанию. 20 мл/мин.
Очистка термостата при запуске	Когда этот параметр включен, при первом включении ПП проверяется наличие виал в термостате и все обнаруженные виалы возвращаются в лоток.
Активация контрольной суммы для штрих-кодов	Этот параметр доступен, если используется считыватель штрих-кодов. Некоторые штрих-коды могут содержать значение контрольной суммы, с помощью которого подтверждается их правильное считывание. В таких случаях следует включить этот параметр.
Система символов	Этот параметр доступен, если используется считыватель штрих-кодов. Выберите вариант Все , чтобы разрешить считывателю штрих-кодов проверять все доступные системы символов, или выберите конкретную систему, применяемую на этикетках виал. Ниже приведен полный перечень поддерживаемых систем символов.

Считыватель штрих-кодов может распознавать штрих-коды следующих типов (систем символов).

- 3 of 9
- Code 128
- Matrix 2 of 5
- Standard 2 of 5
- Interleaved 2 of 5

- UPC A
- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC E

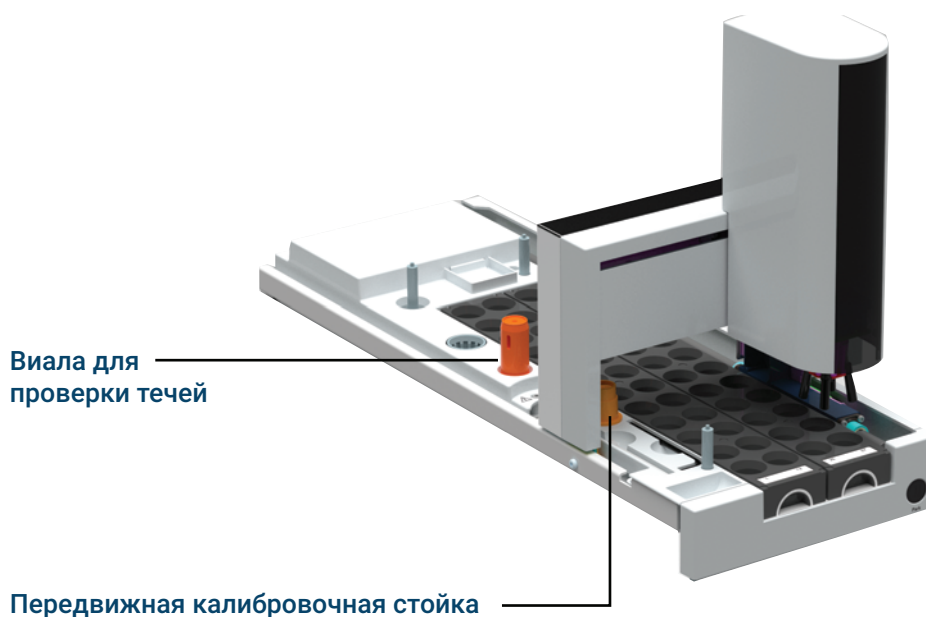
Параметры > Калибровка > Парофаза

ПП может выполнять калибровку лотка для обеспечения оптимальной обработки виал, а также калибровку потока газа и датчиков давления.

Калибровка лотка и захватов

Чтобы лоток всегда работал с оптимальной эффективностью, его можно регулярно калибровать. Такая калибровка обеспечивает плавное перемещение проб в захватах и рамке и предотвращает выпадение виал. Калибровку лотка можно выполнять после установки ПП, замены опор захвата или по запросу во время автоматического устранения неисправностей.

- 1 Перед началом калибровки извлеките все виалы из термостата и лотка.
- 2 Убедитесь, что передвижной калибровочный столбик и виала для проверки течей находятся в правильных позициях.



- 3 Выберите **Параметры > Калибровка > Парофаза**, затем **Старт калибровки** на странице параметров калибровки лотка.
- 4 Выполните инструкции.

Чтобы восстановить заводскую калибровку лотка, выберите **Параметры > Калибровка > Парофаза**, затем в разделе **Лоток** выберите **Начать заводскую калибровку**.

Калибровка захватов

ПП регулярно выполняет автоматическую калибровку захватов. Калибровка захвата выполняется с помощью виалы для проверки течей и передвижной калибровочной стойки.

Калибровка ЭКД для опрессовки виал

Модули контроля газа ЭКД содержат датчики потока и/или давления, которые калибруются на заводе. Чувствительность (наклон кривой) достаточно стабильна, но смещение нуля требует периодического обновления.

Вы можете сменить параметры калибровки или вручную выполнить калибровку датчика ЭКД для газа опрессовки виал с помощью сенсорного экрана ГХ или в интерфейсе браузера, выполнив перечисленные ниже действия.

- 1 Выберите **Параметры > Калибровка > Парофаза** и прокрутите страницу вниз до параметров калибровки ЭКД.
- 2 Выберите элемент **Вкл.** рядом с датчиком, чтобы обнулить его.
- 3 Для датчика потока выполните следующее. Убедитесь, что подсоединена подача газа, а поток идет (включен).
- 4 Для датчика давления выполните следующее. Отсоедините линию подачи газа на задней панели ПП. Не следует отключать ее, так как в клапане может быть небольшая течь.
- 5 Подключите все линии газа, отключенные в предыдущем шаге процедуры, и восстановите рабочие потоки.

Чтобы восстановить заводскую калибровку датчика ЭКД, выберите **Параметры > Калибровка > Парофаза**, затем в разделе **ЭКД** выберите **Сброс** для этого датчика.

Калибровка дополнительного датчика давления

Модули контроля газа ЭКД содержат датчики потока и/или давления, которые калибруются на заводе. Чувствительность (наклон кривой) достаточно стабильна, но смещение нуля требует периодического обновления.

Вы можете сменить параметры калибровки или вручную выполнить калибровку дополнительного датчика давления с помощью сенсорного экрана ГХ или в интерфейсе браузера, выполнив перечисленные ниже действия.

- 1 Выберите **Параметры > Калибровка > Парофаза** и прокрутите страницу вниз до параметров калибровки ЭКД.
- 2 Выберите элемент **Вкл.** рядом с датчиком, чтобы обнулить его.
- 3 Для дополнительного датчика давления выполните следующее. Отсоедините линию подачи газа на задней панели ПП. Не следует отключать ее, так как в клапане может быть небольшая течь.
- 4 Подключите все линии газа, отключенные в предыдущем шаге процедуры, и восстановите рабочие потоки.

Чтобы восстановить заводскую калибровку датчика ЭКД, выберите **Параметры > Калибровка > Парофаза**, затем в разделе **ЭКД** выберите **Сброс** для данного датчика.

Калибровка уровня течи

В редких случаях расширение некоторых растворителей, нагретых выше точки кипения, может привести к изменению динамического давления, которое сложно точно измерить с использованием временной шкалы обычного теста на динамические течи ПП. Чтобы не увеличивать заданное в методе время уравнивания давления и не замедлять тем самым обработку проб, рекомендуется учесть расширение растворителя путем калибровки измеренного уровня течи на основе заданного набора условий.

Если при проверке динамических течей минимум для трех виал был выявлен постоянный уровень течи, необходимо выполнить приведенную ниже процедуру калибровки уровня течи.

- 1 Убедитесь в отсутствии течей в системе.

Выберите **Диагностика > Тесты диагностики**, затем **Проверка течей и ограничений потока**. Выполните проверку с помощью виалы для проверки течей (каталожный номер G4511-20180) и улучшенной зеленой септы Agilent (каталожный номер 5183-4759). Температура прибора должна соответствовать заданным значениям аналитического метода.

В начале необходимо выполнить проверку на наличие течей в системе, чтобы подтвердить, что система не имеет течей, когда в ней нет растворителя.

- 2 Откалибруйте уровень течи.
 - a Если проверка на течи и ограничения потока пройдена успешно, выберите необходимый аналитический метод и проанализируйте шесть виал, содержащих растворитель, который используется во время циклов анализа.
 - b Запишите уровень течи для каждой виалы, затем рассчитайте их среднее значение и стандартное отклонение. В методе ПП для соответствующего анализа задайте такой допустимый/недопустимый уровень течи: средний уровень течи плюс стандартное отклонение, умноженное на три.

В **Таблица 6** приведен пример, в котором следует изменить предельный уровень течи для аналитического метода на 1,840 мл/мин.

Таблица 6 Пример расчета предельного уровня течи для метода

Виала	Уровень течи (мл/мин)
1	1,403
2	1,352
3	1,621
4	1,458
5	1,541
6	1,623
Среднее	1,500
Стандартное отклонение	0,114
3 * стандартное отклонение	0,341
Среднее + (3 * стандартное отклонение)	1,840

Параметры > Сервисный режим > Парофаза

В сервисном режиме для парофазы предлагаются текущие фактические значения различных параметров и датчиков, связанных с конфигурацией, температурой, пневматикой, электроникой и т. д.

Также можно выполнить сброс до заводских параметров. Обычно это следует делать только в случае крайней необходимости. При таком сбросе удаляются все пользовательские значения, сохраненные в ПП, начиная от калибровки потока и заканчивая серийным номером прибора.

При сбросе до заводских параметров:

- удаляются журналы обслуживания и записи событий,
- удаляется журнал обновления микропрограммного обеспечения,
- удаляются текущие параметры конфигурации и калибровки ПП,
- удаляются показатели и параметры EMF,
- в журнале фиксируется сброс до заводских параметров,
- ПП перезагружается.

Параметры > Расписание: Экономия ресурсов

ПП использует функции экономии ресурсов ГХ, при этом параметры методов ГХ для сна и пробуждения дополняются параметрами методов ПП. Поскольку ПП дополняет метод большим количеством новых параметров, некоторые из них можно использовать для экономии газов и электроэнергии. Большинство параметров ПП, однако, не относятся к методам сна, поскольку используются только при подготовке проб. При разработке метода сна примите во внимание следующие параметры ПП.

- **Поток виалы в режиме ожидания:** при необходимости его можно уменьшить. Компания Agilent не рекомендует выключать этот поток, так как он защищает пробоотборную петлю и зонд для отбора проб от загрязнений в результате контакта с атмосферой.
- Температуру термостата, пробоотборной петли и термостата для виал можно уменьшить на время простоя прибора.

Принцип работы парофазного пробоотборника 8697

Как ПП обрабатывает виалу с пробой 61

Как ПП уравнивает виалу 62

Как ПП создает давление в виале 63

Как ПП заполняет пробоотборную петлю (отбирает пробу) 65

Типы отбора и ввода, используемые в ПП 66

Как ПП уменьшает эффект переноса 69

В этой главе представлено расширенное описание принципов работы парофазного пробоотборника 8697. Данная информация предназначена для разработчиков методов.

Как ПП обрабатывает виалу с пробой

На Рис. 17 показан процесс обработки виалы в ПП.

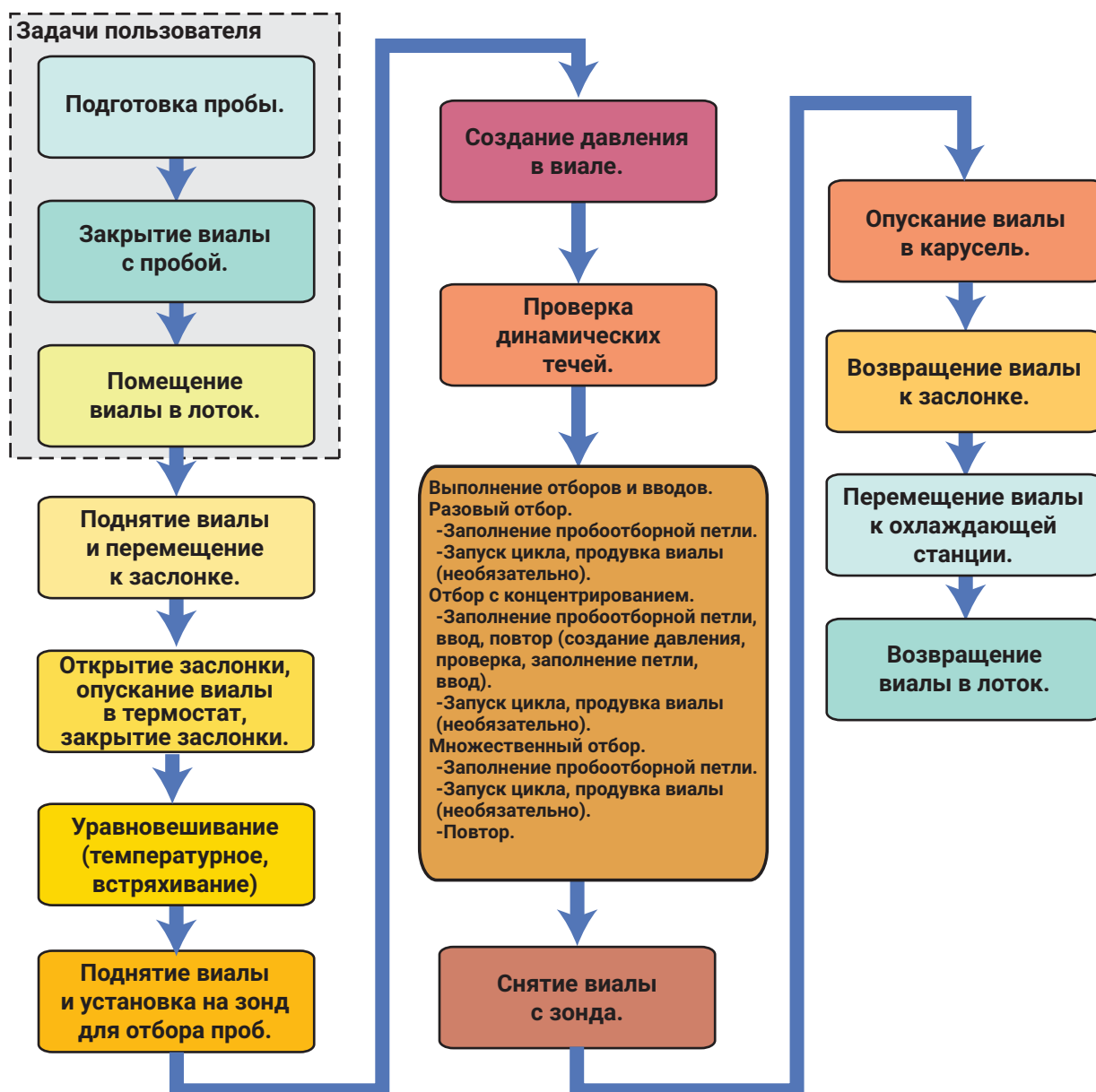


Рис. 17. Процесс обработки виалы в ПП 8697

Как ПП уравнивает виалу

ПП 8697 с лотком имеет термостат для виал, способный уравнивать максимум 12 виал при температуре до 300 °C. Кроме того, термостат может встряхивать виалы с 9 различными уровнями ускорения. Если виалы в рамках последовательности обрабатываются одним методом, ПП определяет, когда следует загружать последовательные пробы в термостат, чтобы увеличить скорость обработки, и автоматически загружает их. ПП оптимизирует скорость обработки независимо от режима отбора, режима заполнения петли и прочих параметров.

Как ПП создает давление в вiale

ПП использует несколько способов создания давления в вiale с пробой. Помимо простого нагревания вialы, которое само по себе может создать достаточное внутреннее давление, ПП может применять дополнительный поток газа, чтобы обеспечить отбор пробы. Этот газ поступает из фитинга **Давление вialы**, расположенного на задней панели ПП, и может отличаться от газа-носителя, используемого для переноса пробы в колонку. Обычно стандартного способа опрессовки вialы бывает достаточно, однако в некоторых случаях можно воспользоваться альтернативными методами. См. **Рис. 18** ниже.

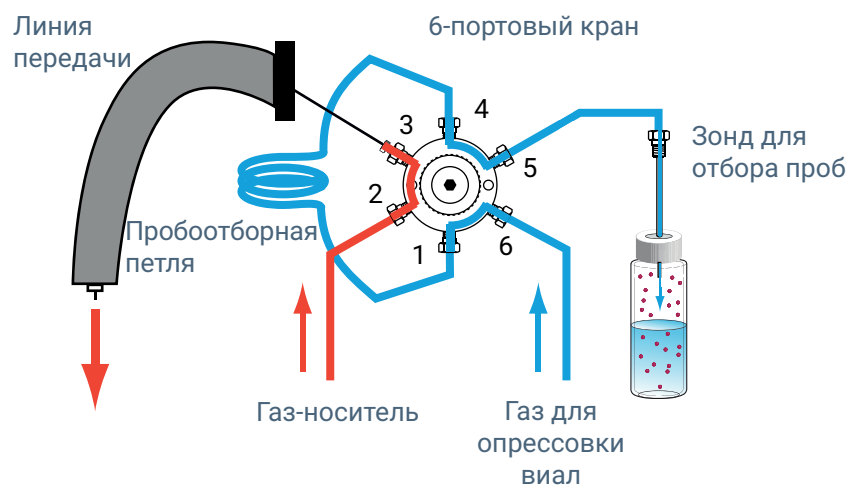


Рис. 18. Опрессовка вialы

Поток для создания давления

Это режим заполнения вialы по умолчанию. В этом режиме ПП подает с фиксированной скоростью газ-носитель в вialу, пока давление в ней не достигнет заданного значения для заполнения. ПП поддерживает это давление в течение периода задержки. По истечении периода задержки начинается заполнение пробоотборной петли.

Давление

В этом режиме ПП заполняет вialу как можно быстрее до заданного давления заполнения, а затем поддерживает это давление в течение указанного периода задержки. По истечении периода задержки начинается заполнение пробоотборной петли.

Постоянный объем

В этом режиме ПП создает давление в виале с пробой с использованием указанного объема газа-носителя, а затем поддерживает полученное давление в течение указанного периода задержки. Этот режим может быть полезен, если необходимо вычислить точный молярный объем пробы и газа-носителя в виале или пробоотборной петле.

Проверка динамических течей

По умолчанию после опрессовки виалы ПП проводит проверку на наличие течей. Пока зонд находится в виале, ПП может определить, есть ли в ней течь. Если ПП приходится постоянно добавлять газ для поддержания необходимого давления в виале, значит в виале есть течь. ПП фиксирует результаты проверки на наличие течей и применяет действие для последовательности, чтобы предпринять необходимые меры в отношении виалы с течью (например, пропустить ее или прервать обработку).

Продолжительность проверки динамических течей равняется времени уравнивания давления + 0,02 мин.

Как ПП заполняет пробоотборную петлю (отбирает пробу)

После опрессовки и стабилизации виалы ПП выполняет заданные отборы. 6-портовый кран переключается таким образом, чтобы проба под установленным давлением прошла через пробоотборную петлю. Когда заданные условия выполнены, петля считается заполненной. См. **Рис. 19** ниже.

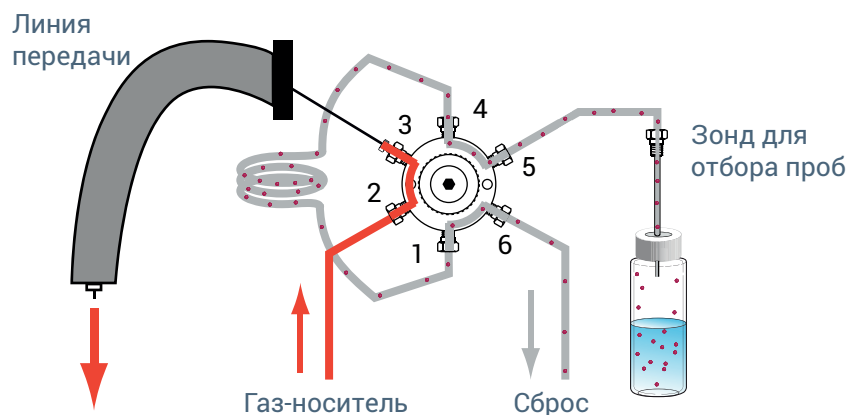


Рис. 19. Заполнение пробоотборной петли.

ПП поддерживает два режима заполнения пробоотборной петли: **По умолчанию** и **Индивидуальный**.

Режим заполнения петли «По умолчанию»

В этом случае ПП сбрасывает давление виалы с пробой в пробоотборную петлю с заданной скоростью, пока давление виалы не уменьшится на известное значение. ПП вычисляет конечное давление петли и время уравнивания на основании текущей конфигурации и метода ПП.

Режим заполнения петли «Индивидуальный»

В этом случае вы можете задать скорость заполнения петли, конечное давление петли и время уравнивания.

Типы отбора и ввода, используемые в ПП

ПП 8697 может выполнять разовый или множественный отбор и ввод пробы из одной виалы. В качестве дополнительного параметра ПП позволяет выбрать тип отбора. На **Рис. 20** показаны основные тракты потока во время цикла ввода. Содержимое пробоотборной петли при этом поступает в ГХ.

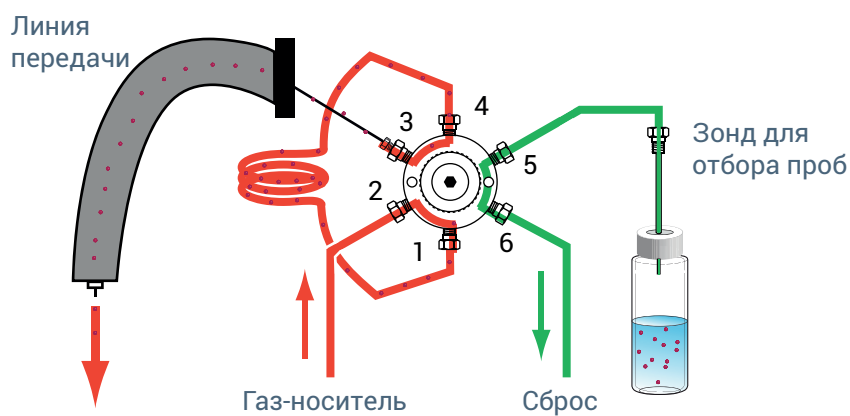


Рис. 20. Цикл ввода ПП

Обратите внимание: поток газа для опрессовки виалы всегда контролируется парофазным пробоотборником. Поток газа-носителя всегда контролируется модулем ЭКД в канале ввода ГХ.

На **Рис. 21** показана схема тракта потока в парофазном пробоотборнике.

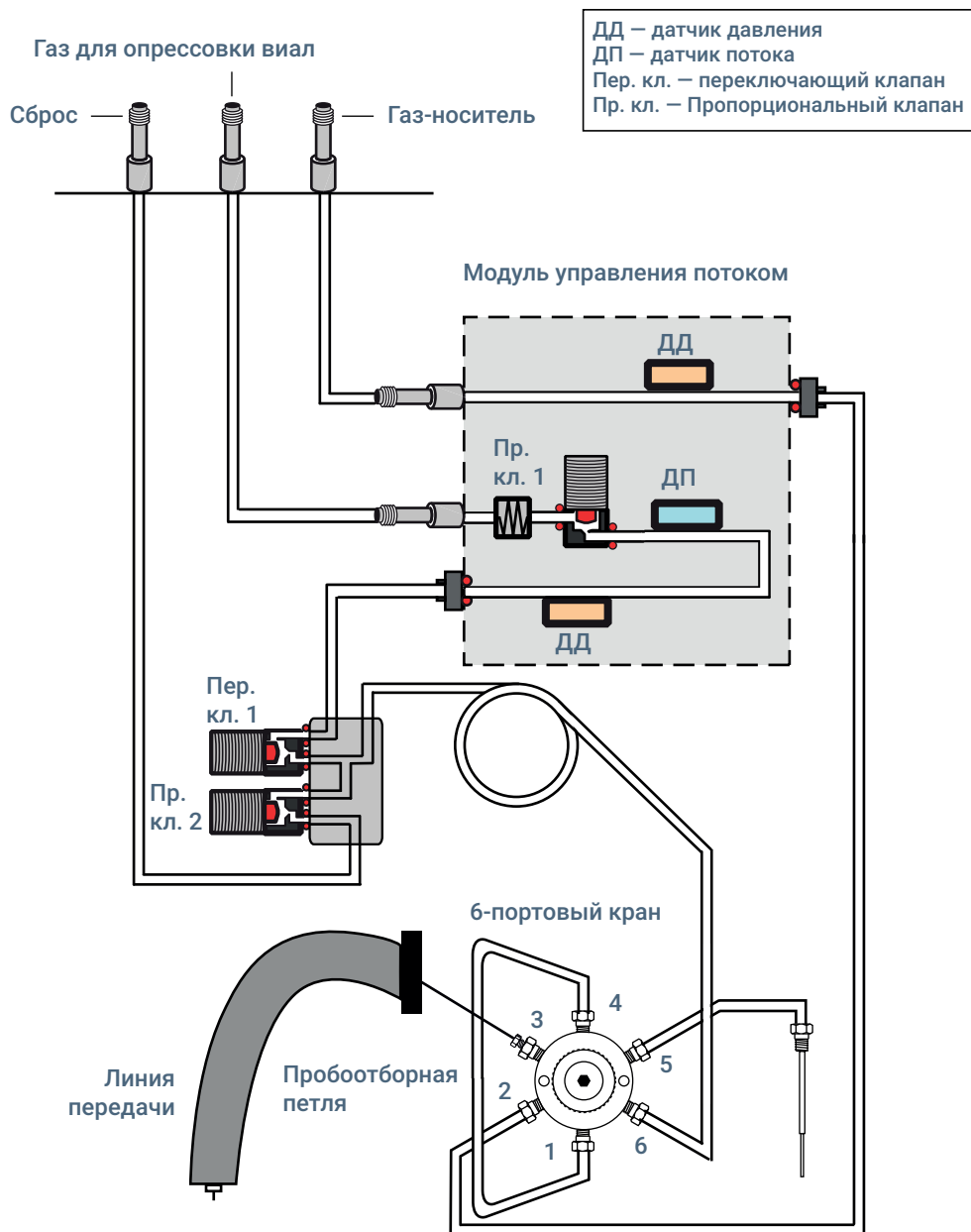


Рис. 21. Потоки в парофазном пробоотборнике

Стандартный отбор

В этом режиме ПП выполняет один отбор и один ввод после одного прокалывания виалы. После уравнивания виалы ПП проверяет готовность системы. Если система готова или если действие для последовательности, связанное с готовностью, предполагает продолжение работы, ПП прокалывает виалу. Затем ПП создает давление в виале и отбирает пробу из нее согласно параметрам метода.

См. **Рис. 18** и **Рис. 19**. После любого уравнивания пробоотборной петли 6-портовый кран ПП переключается в положение ввода, после чего ПП вводит пробу и отправляет на ГХ команду запуска. В это же время ПП сбрасывает остаточное давление в виале (если необходимо). По истечении времени ввода 6-портовый кран возвращается в исходное положение. Виала с пробой снимается с зонда и возвращается в карусель или лоток.

Множественный парофазный отбор

В этом режиме ПП выполняет несколько отборов и вводов после одного прокалывания виалы. См. **Рис. 19** и **Рис. 20**. После уравнивания виалы ПП проверяет готовность системы. Если система готова или если действие для последовательности, связанное с готовностью, предполагает продолжение работы, ПП прокалывает виалу. Затем ПП создает давление в виале и отбирает пробу из нее согласно параметрам метода. Сброс пробоотборной петли закрывается. Виала остается на зонде. После любого уравнивания пробоотборной петли 6-портовый кран ПП переключается в положение ввода, после чего ПП вводит пробу и отправляет на ГХ команду запуска. В это же время ПП сбрасывает остаточное давление в виале (если необходимо). По истечении времени ввода 6-портовый кран возвращается в исходное положение. Виала остается на зонде. По истечении времени **Цикл ГХ** ПП снова проверяет готовность системы. Если система готова или если действие для последовательности, связанное с готовностью, предполагает продолжение работы, ПП снова создает давление, отбирает пробу, вводит ее и запускает цикл. Этот процесс повторяется до тех пор, пока не будут выполнены все отборы и вводы.

После заключительного отбора и ввода виала с пробой снимается с зонда и возвращается в карусель или лоток.

Парофазный отбор с концентрированием

Этот режим позволяет накапливать пробу в ГХ. Как правило, он требует какой-либо ловушки для накопления пробы. (Ловушка может быть дополнительным внешним устройством или каналом ввода, таким как многорежимный канал ввода Agilent.) См. **Рис. 20** и **Рис. 21**.

После уравнивания виалы ПП проверяет готовность системы. Если система готова или если действие для последовательности, связанное с готовностью, предполагает продолжение работы, ПП прокалывает виалу. Затем ПП создает давление в виале и отбирает пробу из нее согласно параметрам метода. Виала остается на зонде. После любого уравнивания пробоотборной петли 6-портовый кран ПП переключается в положение ввода, после чего ПП вводит пробу в ГХ. ПП не отправляет на ГХ команду запуска. По истечении времени ввода 6-портовый кран возвращается в исходное положение. Виала остается на зонде. Давление в виале может быть сброшено (во время ввода) или сохранено. ПП повторно создает давление, отбирает пробу, вводит ее и, если необходимо, сбрасывает давление в виале — столько раз, сколько отборов указано в методе. Во время заключительного ввода накопленной пробы ПП отправляет на ГХ команду запуска. ПП сбрасывает давление в виале (если необходимо), снимает ее с зонда и возвращает в лоток или карусель.

Сброс остаточного давления в виале

При любом типе отбора ПП может сбрасывать остаточное давление в использованной виале с пробой через порт **Сброс** на задней панели ПП. Такой сброс позволяет предотвратить ситуацию, когда виала под давлением и с потенциально ядовитым содержимым остается забытой в лотке для проб или в другом месте в лаборатории. Давление сбрасывается во время ввода пробы при выполнении каждой записи последовательности. Эту функцию можно выключить.

При отборе с концентрированием можно дополнительно задать сброс давления в виале между отборами с концентрированием, а также во время заключительного ввода.

Как ПП уменьшает эффект переноса

ПП 8697 имеет две специальные функции для уменьшения эффекта переноса.

- После обработки каждой виалы ПП продувает пробоотборную петлю и зонд для отбора проб интенсивным потоком газа для опрессовки виалы (согласно параметрам метода). Этот поток называется **потоком продувки**. Вы можете изменять его скорость и продолжительность.
- Между всеми последовательностями ПП продувает пробоотборную петлю и зонд для отбора проб непрерывным слабым потоком для опрессовки виалы. Этот поток называется **потоком в режиме ожидания**. Вы можете изменять его скорость.

Обзор	71
Выбор пробы и матрицы	72
Выбор канала ввода ГХ	75
Загрузка схожего метода	76
Редактирование нового метода	77
Разработка и доработка метода	82
Оптимизация скорости обработки	89
Отладка нового метода	90
Выполнение холостых циклов	91

В этой главе описаны параметры методов. Данная информация поможет разрабатывать более эффективные методы с использованием функций парофазного пробоотборника 8697.

Обзор

На **Рис. 22** показан типовой процесс разработки метода для парофазного пробоотборника.



Рис. 22. Процедура разработки метода

В этой главе описаны способы создания и отладки методов на основе соответствующих параметров и функций в ПП 8697. Здесь описываются все доступные параметры методов и поясняется их влияние на анализ.

Выбор пробы и матрицы

Первый шаг в разработке метода — оценка пробы и матрицы.

Теоретическая основа парофазного анализа

Уравнения, описывающие парофазный анализ, основываются на трех законах физики, связанных с давлением пара, парциальным давлением и взаимосвязью между давлением пара аналита над раствором и концентрацией этого аналита в растворе.

Закон парциальных давлений Дальтона говорит о том, что общее давление смеси идеальных газов равно сумме парциальных давлений всех газов, входящих в эту смесь.

Закон Генри о разбавленных растворах говорит о том, что при постоянной температуре количество конкретного газа, растворенного в жидкости конкретного типа и объема, прямо пропорционально парциальному давлению этого газа в равновесной фазе над данной жидкостью.

Закон Рауля говорит о том, что парциальное давление растворенного вещества в паровой фазе пропорционально его мольной доле в растворе.

Концентрация аналита в паровой фазе пробы определяется на основе баланса массы:

$$C_0 V_L = C_G V_G + C_L V_L$$

где:

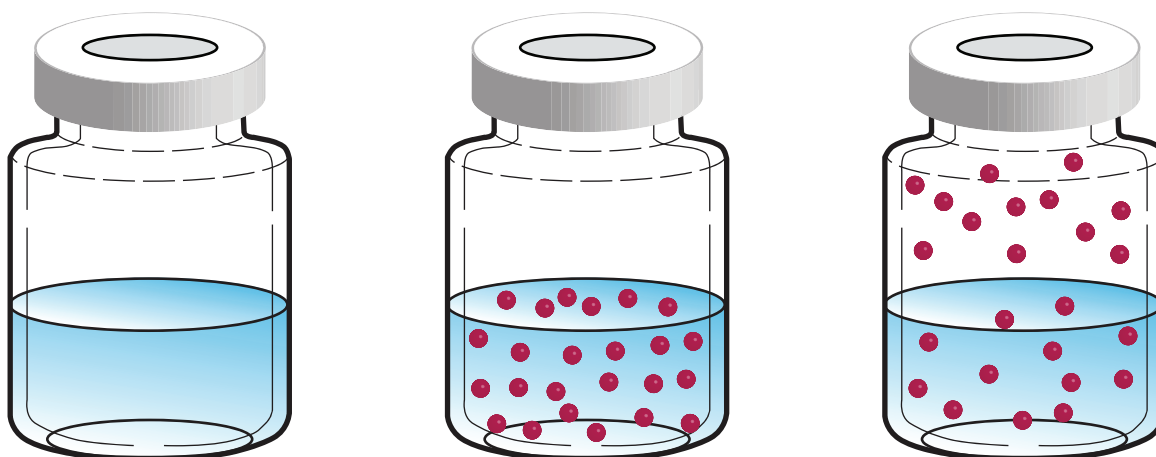
C_G — концентрация аналита в паровой фазе

C_0 — концентрация аналита в исходной пробе

V_G — объем газа вials с пробой

V_L — объем пробы

K — коэффициент распределения,
 C_L/C_G при равновесии V_G/V_L



Если переформулировать, получаем следующее:

$$C_G = \frac{C_O}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

где:

К — коэффициент распределения,
 C_L/C_G при равновесии

V_G/V_L также называется фазовым отношением

Уравнение позволяет сделать два важных заключения.

- Для получения надежного результата соотношение V_G/V_L должно оставаться неизменным. Это означает, что объем пробы и размер виалы не должны изменяться.
- При уменьшении коэффициента распределения (К) концентрация паров пробы в паровой фазе увеличивается.
- Уменьшение соотношения V_G/V_L приводит к увеличению концентрации искомого летучего аналита в паровой фазе.

Важность коэффициента К и фазового отношения

Концентрация аналита в паровой фазе зависит от множества факторов, включая объем пробы, исходную концентрацию аналита в пробе, имеющийся объем паровой фазы, температуру и общее давление в виале. Некоторые факторы могут изменяться посредством пробы и матрицы, а другие можно контролировать через парофазный пробоотборник.

Управление коэффициентом К

При оптимизации парофазного анализа прежде всего необходимо учесть коэффициент распределения растворителя. В таблице ниже перечислены значения К для нескольких распространенных растворителей (при 25 °C).

Аналит	Растворитель	К (25 °C)
Толуол	Декан	~3000
Толуол	Вода	~4
Этанол	Декан	~60
Этанол	Вода	~5000
Этанол	Вода, насыщенная Na ₂ SO ₄	~300

При повышении температуры коэффициент К уменьшается. При 40 °C значение К для этанола в воде составляет ~1350. При 80 °C значение К уменьшается до ~330.

Из таблицы видно, что коэффициент К зависит как от аналита, так и от матрицы. Обратите внимание на различие значений К для смеси этанола с водой и аналогичной смеси, насыщенной Na_2SO_4 .

Таким образом, для повышения концентрации аналита в паровой фазе следует нагреть пробу. При необходимости можно сменить раствор (если это возможно) или добавить неорганическую соль, чтобы уменьшить коэффициент К для раствора.

Еще один фактор, который можно изменять для повышения чувствительности, — фазовое отношение V_G/V_L . Вспомним уравнение, описывающее концентрацию для паровой фазы:

$$C_G = \frac{C_O}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

При невысоком значении К уменьшение фазового отношения приведет к увеличению концентрации аналита в паровой фазе. Модель 8697 позволяет использовать различные виалы для проб. Выберите необходимую виалу и объем пробы для достижения высокой концентрации аналита.

При высоком значении К уменьшение фазового отношения не даст существенного увеличения концентрации.

Управление фазовым соотношением

Еще один фактор, который можно изменять для повышения чувствительности, — фазовое отношение V_G/V_L . Вспомним уравнение, описывающее концентрацию для паровой фазы:

$$C_G = \frac{C_O}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

При невысоком значении К уменьшение фазового отношения приведет к увеличению концентрации аналита в паровой фазе. Модель 8697 позволяет использовать различные виалы для проб. Выберите необходимую виалу и объем пробы для достижения высокой концентрации аналита.

При высоком значении К уменьшение фазового отношения не даст существенного увеличения концентрации.

Выбор канала ввода ГХ

Обычно канал ввода обусловлен конфигурацией ГХ. Однако в тех каналах ввода, где аналитическая колонка входит непосредственно в 6-портовый кран парофазного пробоотборника, эта колонка не полностью находится в термостате ГХ. Формы пиков могут меняться.

При любом типе канала ввода ПП поддерживает только режимы ввода с делением потока без каких-либо модификаций. Режимы ввода без деления потока поддерживаются, однако требуют обновленной микропрограммы (констант PID) для модуля ЭКД в канале ввода.

Загрузка схожего метода

Для разработки нового метода используйте метод со схожим типом пробы.

Если установлена система обработки данных Agilent, можно воспользоваться мастером создания метода и мастером преобразования метода. Мастер создания метода предлагает безопасные начальные значения температуры и других параметров для жидких и твердых веществ, используя перечень типов растворителей (с учетом пользовательских значений). Мастер также учитывает точки кипения аналитов.

Редактирование нового метода

После загрузки схожего метода внесите в него необходимые изменения с учетом новой пробы. В этом разделе описаны первоначальные значения, а в последующих разделах — режимы отбора и другие параметры.

Температура

Выберите **Метод > Парофаза**, прокрутите страницу до параметров температуры и введите необходимые значения для термостата с виалами, пробоотборной петли, линии передачи.

Таблица 7 Температурные параметры

Параметр	Комментарии
Термостат	Для начала установите температуру термостата на 15 °C ниже точки кипения растворителя.
Петля	Для начала установите здесь такую же температуру, как для термостата. Во избежание конденсации пробы температура пробоотборной петли и крана никогда не должна опускаться ниже температуры термостата.
Линия передачи	Для начала установите здесь температуру на 15 °C выше температуры термостата. Во избежание конденсации пробы температура линии передачи никогда не должна опускаться ниже температуры пробоотборной петли и крана.

Время

Выберите **Метод > Парофаза**, прокрутите страницу до параметров времени и введите необходимые значения для ПП.

Таблица 8 Параметры времени

Параметр	Комментарии
Цикл ГХ	Общее время, необходимое системе ГХ (или ГХ/МС) для возвращения в состояние готовности после выполнения цикла анализа. См. раздел Определение времени цикла ГХ в руководстве по эксплуатации.
Уравновешивание виалы	Время, необходимо для уравновешивания температуры виалы в термостате, включая полное время встряхивания. Обычно, если оценочное время неизвестно, следует начинать минимум с 15 минут.
Длительность ввода	Время вывода пробы из пробоотборной петли и ее прохождения через линию передачи в ГХ. Время ввода по умолчанию составляет 0,5 мин.

ПП использует эти параметры для определения скорости обработки. Наиболее важное время для последовательности проб — **Цикл ГХ**. Если оно слишком короткое, пробы будут подготавливаться до наступления готовности ГХ или ГХ/МС. В зависимости от заданных действий для последовательности, это может привести к прерыванию обработки проб или неожиданным результатам. Если время **Цикл ГХ** слишком длинное, скорость обработки может снизиться, но ПП продолжит обработку проб в соответствии с методом.

Есть также другие значения времени, которые ПП учитывает при загрузке виал в термостат, например:

- время ожидания (30 секунд) стабилизации температуры всех нагреваемых зон,
- фиксированные периоды ожидания таких действий, как перемещение лотка, карусели, подъемного устройства,
- фиксированные периоды ожидания переключения крана,
- другие периоды времени, связанные с внутренними процессами.

ПП учитывает все эти значения времени, а также последовательность заданных значений метода, чтобы определить наиболее эффективный порядок обработки виал с пробами.

Виала и петля

Выберите **Метод > Парофаза**, затем прокрутите страницу до параметров виалы и петли.

Таблица 9 Параметры виалы и петли

Параметр	Комментарии
Размер виалы	Выберите размер виалы: 10 мл, 20 мл или 22 мл.
Уровень встряхивания	Доступны 9 уровней встряхивания. См. Встряхивание виалы . Введите значение (от 1 до 9), чтобы установить уровень, или введите 0 для отключения этого параметра. В интерфейсе браузера отображаются частота (количество встряхиваний за минуту) и ускорение встряхивания виалы для каждого отдельного уровня.

Режимы заполнения

Выберите **Метод > Парофаза**, затем прокрутите страницу до параметров режима заполнения. Обратите внимание: доступные параметры зависят от режима заполнения.

Таблица 10 Параметры режима заполнения

Параметр	Комментарии
Режим заполнения виалы	• По умолчанию. Поток к давлению • ПП определяет способ заполнения пробоотборной петли. Для получения дополнительной информации см. раздел «Опрессовка виалы».

Таблица 10 Параметры режима заполнения (продолжение)

Параметр	Комментарии
Давление заполнения для виалы	Конечное давление в виале с пробой, необходимое для отбора пробы. - Давление в виале должно быть достаточным для прохождения пробы через пробоотборную петлю. - Для парофазного отбора некоторых проб достаточно давления, полученного во время уравнивания. - Не должно быть превышено предельное давление для виалы. - Не следует устанавливать значение ниже давления, получаемого во время уравнивания. Для получения дополнительной информации см. раздел «Опрессовка виалы».
Поток заполнения виалы	Не задавайте высокую скорость потока, если между естественным давлением внутри виалы, полученным в результате уравнивания, и конечным давлением не возникает большой разницы. Для получения дополнительной информации см. раздел «Опрессовка виалы».
Объем заполнения	Этот параметр используется только в том случае, когда для параметра Режим заполнения установлено значение Постоянный объем. Это конкретный объем газа для опрессовки виалы.
Время уравнивания давления	Время, необходимое для уравнивания давления виалы во время опрессовки. Время по умолчанию составляет 0,50 мин.
Режим заполнения петли	- Если выбрано значение По умолчанию, ПП выбирает подходящие значения для других параметров петли. - Если выбрано значение Индивидуальный, другие параметры петли становятся доступными для редактирования Для получения дополнительной информации см. раздел «Заполнение пробоотборной петли».
Скорость роста для петли	Если выбрано значение Индивидуальный, избегайте высокой скорости заполнения при небольшой разнице между давлением виалы и давлением петли. Значение по умолчанию: 20 psi/мин.
Конечное давление петли	Если выбран Индивидуальный режим, установите конечное давление пробоотборной петли. Если выбран режим По умолчанию, будет отображено конечное давление. Для получения дополнительной информации см. «Заполнение пробоотборной петли».
Уравнивание петли	Если выбран Индивидуальный режим, значение по умолчанию составляет 0,05 минуты.

Продувка и очистка

Между обработками виал с пробам ПП продувает зон для отбора проб, пробоотборную петлю и сброс. См. **Рис. 23**. Поток продувки по умолчанию имеет скорость 100 мл/мин и продолжительность 0,5 мин.

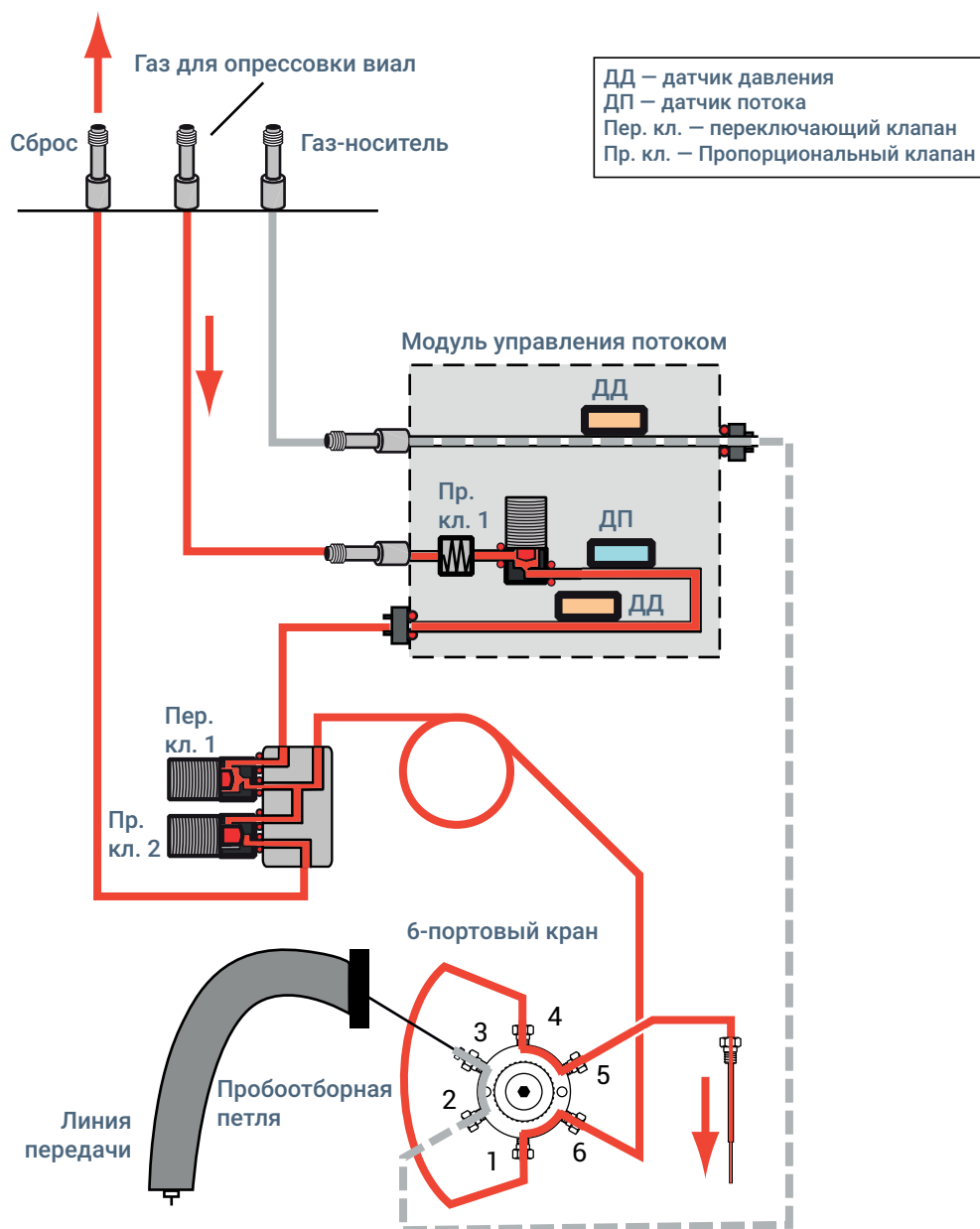


Рис. 23. Тракт потока при продувке

Для установки сброса давления и продувки выберите **Метод > Парофаза**, затем прокрутите страницу до соответствующих параметров. Эти параметры применяются только при режиме отбора, отличном от разового. В случае разового отбора давление виалы всегда сбрасывается при выполнении цикла ввода.

Таблица 11 Параметры сброса давления и продувки

Параметр	Комментарии
Сбросить давление виалы после последнего отбора	Во время выполнения цикла ввода, с которого начинается анализ ГХ, сбрасывается остаточное давление виалы. Для последующего отбора пробы в виале снова создается давление.
Сбросить давление виалы между отборами проб	Давление виалы сбрасывается после каждого отбора пробы. Для последующего отбора пробы в виале снова создается давление.
Режим потока продувки	По умолчанию. ПП продувает пробоотборную петлю, сброс и зонд для отбора проб газом для опрессовки виал со скоростью 100 мл/мин в течение 1 минуты. Индивидуальный. Укажите свою скорость и время продувки. Выкл.: Не рекомендуется. ПП не выполняет продувку между отборами пробы.
Поток продувки	Время, необходимое для уравнивания давления виалы во время опрессовки. Время ввода по умолчанию составляет 0,5 мин.
Время продувки	Время, в течение которого продувается петля, зонд для отбора проб и сброс.

Если наблюдается эффект переноса, попробуйте увеличить скорость или время продувки, чтобы эффективнее вычищать остатки паров пробы из системы.

Обратите внимание: обычно ПП продувает зонд для отбора проб (включая петлю) и сброс в течение первой половины отведенного для продувки времени, а затем закрывает клапан сброса и продувает только зонд для отбора проб (и петлю). Если время продувки составляет от 0,1 мин до 0,2 мин, первые 0,1 мин продуваются сброс и зонд для отбора проб, а в оставшееся время продувается только зонд. Если время продувки составляет меньше 0,1 мин, ПП продувает и зонд для отбора проб, и сброс в течение всего времени.

Другие параметры

В дополнение к описанным выше, в последующих разделах рассматриваются прочие параметры метода для парофазного пробоотборника:

Режим отбора

Проверка динамических течей

Обзор параметров метода

Sequence Actions

Приrost параметров

Если используется считыватель штрих-кодов, укажите используемые типы штрих-кодов в разделе **Параметры** на сенсорном экране. См. **«Параметры > Конфигурация > Парофаза»** на стр. 55. В интерфейсе браузера эти параметры отображаются в разделе **Метод > Конфигурация > Парофаза**.

Разработка и доработка метода

В данном разделе описаны способы усовершенствования метода с помощью различных функций ПП 8697. Здесь приведены полезные советы и дополнительные сведения, которые помогут вам в разработке методов с использованием ПП. Этот раздел не включает в себя общее описание парофазного хроматографического анализа, а скорее позволяет расширить возможности применения ПП 8697.

Прирост параметров

Цель первоначального метода — надежно получить *любые возможные* результаты. После того как вы убедились в том, что с помощью метода удастся извлечь достаточный объем пробы для анализа в ГХ (или ГХ/МС), следует эмпирическим путем определить температуру для уравнивания, а также значения времени и уровня встряхивания для получения наилучшего решения конкретной аналитической задачи.

Для этого используется функция прироста параметров в ПП. Она повышает температуру термостата, время уравнивания виалы и уровень встряхивания виалы на заданную величину с каждым последующим циклом.

Чтобы воспользоваться функцией прироста параметров, выполните следующее.

- 1 Откройте экран подключения к ГХ в интерфейсе браузера.
- 2 Выберите вкладку **Метод** и загрузите необходимый метод.
- 3 Найдите раздел **Разное (разработка метода)**.
- 4 Активируйте параметр **Хотите увеличивать параметры метода при последующих циклах?**.
- 5 Выберите параметр **Температура**, **Встряхивание виалы** или **Время задержки для уравнивания виалы**.
- 6 Введите необходимые значения. Подробные сведения см. в разделе **«Температура термостата»**, **«Время уравнивания виалы»** или **«Уровень встряхивания виалы»** ниже.
- 7 Сохраните метод.
- 8 Определите необходимое количество виал с пробами.
 - Значение параметра будет увеличиваться, пока не достигнет заданного верхнего предела. (Пример см. в **Таблица 12.**)
 - Разделите весь диапазон на величину прироста и округлите полученный результат.
- 9 Подготовьте виалы с пробами и загрузите их в лоток (или карусель).
- 10 Создайте последовательность для обработки каждой виалы на основе метода с приростом параметров.
- 11 запустите последовательность.
 - ПП запустит последовательность и будет обрабатывать пробы по очереди, с каждым циклом увеличивая выбранные параметры, пока не будет достигнут заданный верхний предел каждого такого параметра.

- Просматривать текущие параметры метода можно на экране состояния. Когда ПП увеличивает параметр метода для очередной новой виалы, новое значение отображается как заданное значение температуры, времени или уровня встрахивания виалы.

Температура термостата

При увеличении температуры термостата необходимо учесть следующее.

- При увеличении температуры обычно улучшаются площади пиков.
- Температура не должна превышать точку кипения растворителя (или аналита).
- При увеличении температуры может увеличиться скорость обработки.
- Для всех зон нагрева температура увеличивается с одинаковой скоростью. Если в зоне нагрева достигнута (или превышена) максимальная температура, предусмотренная для этой зоны, она будет сохраняться до конца обработки всех оставшихся виал. Например, предположим, что начальная температура термостата составляет 175 °C, линии передачи — 200 °C, а пробоотборной петли — 190 °C. При шаге увеличения в 10 °C к пятому циклу температура пробоотборной петли составит 230 °C, а термостата — 215 °C. Поскольку это превысит максимальную температуру пробоотборной петли, в течение пятого и шестого циклов температура будет оставаться на уровне 225 °C. См. пример в **Таблица 12** ниже.

Таблица 12 Пример значений температуры (в °C) при приросте параметра с шагом 10°C

Термостат	Линия передачи	Пробоотборная петля
175	200	190
185	210	200
195	220	210
205	230	220
215	240	225
225	250	225

- Виалы в данном случае обрабатываются сериями. Перекрытие не возникает, так как для каждой виалы температура термостата отличается.
- Размер серии не должен превышать количество доступных виал в лотке.

Время уравнивания виалы

При увеличении времени уравнивания виалы необходимо учесть следующее.

- Увеличивать время уравнивания следует в тех случаях, когда рост температуры может привести к увеличению количества растворителя в противовес аналиту или к разложению пробы.
- В этом случае может возникнуть перекрытие виал.
- Размер серии не должен превышать количество доступных виал в лотке.

Уровень встряхивания виалы

При увеличении времени встряхивания виалы необходимо учесть следующее.

- Виалы должны обрабатываться сериями, так как уровень встряхивания для каждой виалы отличается.
- Встряхивание наиболее полезно при использовании аналитов с высокой диэлектрической проницаемостью, больших объемов жидких проб, а также жидких проб с повышенной вязкостью.

Размер виалы

ПП определяет размер виалы с помощью захвата или во время перемещения виалы на зонд для отбора проб.

Встряхивание виалы

ПП может встряхивать виалы в термостате с 9 уровнями интенсивности. Введите **0**, чтобы отключить встряхивание, или укажите уровень в виде значения от **1** до **9** (9 означает наиболее интенсивный уровень встряхивания).

Высокая интенсивность встряхивания может привести к увеличению площади пиков при заданной температуре термостата.

Размер пробоотборной петли

Всегда указывайте правильный размер пробоотборной петли. ПП управляет некоторыми рабочими параметрами, например заполнением пробоотборной петли, на основе заданного объема петли.

Большой объем петли может помочь при выполнении анализа остаточных количеств в пределах обнаружения.

Небольшой объем петли может улучшить точность воспроизведения пиков при прямом подключении к колонке ГХ.

Опрессовка виалы

Как указано в разделе **«Статический парофазный отбор проб с помощью крана и петли»** на стр. 9, ПП создает давление в виале, а затем сбрасывает его в атмосферу через пробоотборную петлю. ПП может управлять скоростью прохождения газа через петлю, а также регулировать начальное давление нагнетания в виале и остаточное давление в виале после отбора пробы.

- Чтобы получить хорошо воспроизводимые результаты, убедитесь, что виала имеет достаточное внутреннее давление для продвижения потока через пробоотборную петлю больше одного раза. Если во время теплового уравнивания в виале создается давление менее 70 кПа (10 psi.), попробуйте добавить газ, чтобы увеличить это давление. Низкое давление в виале может привести к проблемам воспроизводимости или уменьшению площадей пиков (из-за того, что в пробоотборную петлю попадает недостаточное количество пробы).

- ПП может создавать давление в виале в трех разных режимах. Выберите режим, подходящий для вашей пробы.
- Задайте целевое давление виалы, превышающее давление, полученное в результате теплового уравнивания. (В противном случае вы можете случайно выпустить пробу наружу!)

Поток для создания давления

Это стандартный режим опрессовки виалы, который подходит для большинства аналитических задач. ПП использует фиксированную скорость потока для создания заданного давления в виале. Это позволяет более «мягко» воздействовать на виалу.

- Не устанавливайте высокую скорость потока, если перепад давления в виале небольшой.
- В данном режиме доступны индивидуальные параметры заполнения пробоотборной петли.

Давление

В этом режиме ПП создает в виале заданное давление с максимальной скоростью. Используется та же процедура, что и в предыдущих моделях парофазного пробоотборника Agilent (G1888 и 7694). В данном режиме доступны индивидуальные параметры заполнения пробоотборной петли.

Постоянный объем

В этом режиме в виале создается естественное внутреннее давление. После этого ПП вводит в нее фиксированный объем газа. В данном случае фактическое конечное давление виалы неизвестно, так как оно зависит от начального давления и сжимаемости вводимого газа.

Поскольку внутреннее давление виалы неизвестно, в этом режиме нельзя использовать расширенные параметры заполнения пробоотборной петли. ПП определяет наиболее оптимальные параметры для заполнения петли.

Этот режим полезен в тех случаях, когда важны точные молярные объемы.

При использовании данного режима может создаваться недостаточное давление виалы. Если конечное давление виалы после отбора пробы составляет < 1 psi (около 7 кПа), ПП останавливает отбор проб при достижении пробоотборной петли/виалой давления 1 psi.

Заполнение пробоотборной петли.

ПП поддерживает два режима заполнения пробоотборной петли: **По умолчанию** и **Индивидуальный**. В **Индивидуальном** режиме вы можете контролировать давление виалы, используемое для заполнения петли, с помощью конечного остаточного давления пробоотборной петли (виалы) и скорости роста для заполнения пробоотборной петли.

В любом режиме давление виалы должно быть создано или увеличено до необходимого уровня перед заполнением пробоотборной петли. Заполнение петли зависит от разницы давления в виале и петле (это давление сбрасывается

9 Разработка метода

Заполнение пробоотборной петли.

в атмосферу). См. **Рис. 24**. При очень низком начальном давлении виалы, например 7 кПа (1 psi.), проба поступает в петлю скорее за счет диффузии, чем за счет потока газа. Это негативно скажется на результатах.

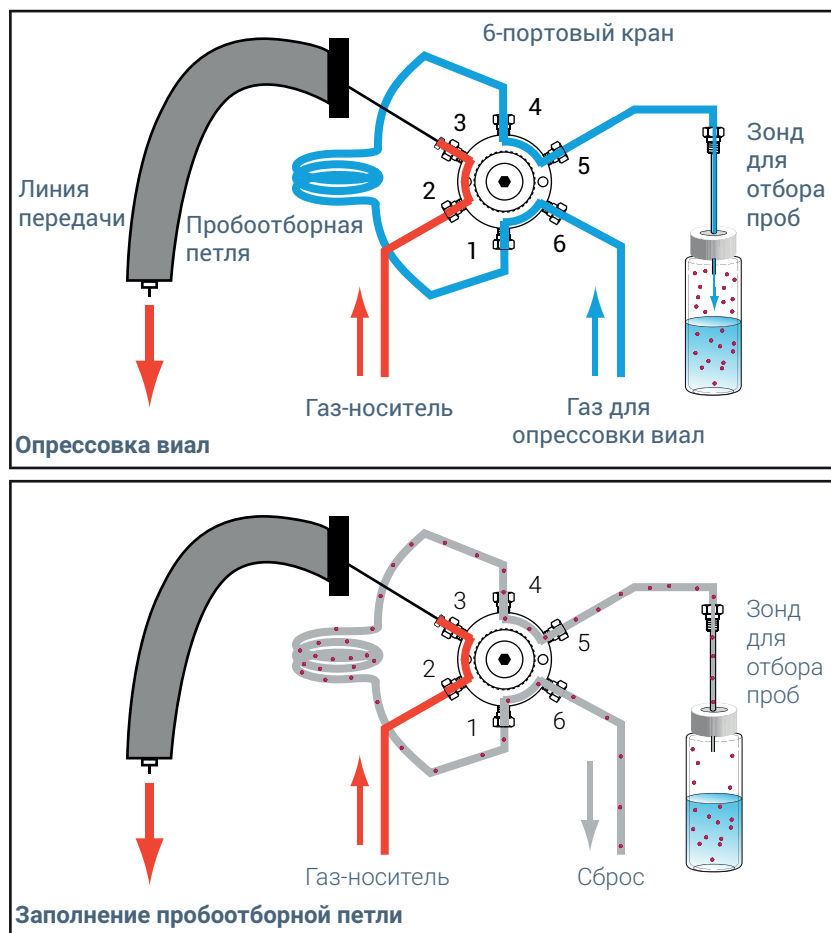


Рис. 24. Заполнение пробоотборной петли

Чтобы достичь хорошо воспроизводимой передачи пробы в петлю, следует создать или увеличить давление виалы до необходимого уровня.

Если начальное давление виалы было низким (< 70 кПа/10 psi), попробуйте увеличить его. Если результаты или воспроизводимость улучшились, значит давление было недостаточным для заполнения пробоотборной петли.

По умолчанию

Этот режим, как правило, подходит для большинства аналитических задач. На основе начального давления виалы (которое известно во всех режимах, кроме режима опрессовки виалы **Постоянный объем**), ПП рассчитывает оптимальную скорость потока и конечное давление виалы для заполнения пробоотборной петли. ПП заполняет петлю пробой из виалы, корректируя скорость потока, пока проба не пройдет через петлю минимум один раз.

Если начальное давление виалы низкое, ПП корректирует параметры.

- Конечное давление виалы не может быть меньше 1 psi (6,9 кПа) при нормальных условиях.
- При использовании режима заполнения виалы с постоянным объемом может создаваться недостаточное давление виалы. Если давление виалы на момент начала отбора не позволяет достичь конечного давления пробоотборной петли/виалы на уровне 1 psi (~7 кПа) или выше, ПП останавливает отбор проб при достижении пробоотборной петлей/виалой давления 1 psi.

Как ПП рассчитывает стандартные параметры заполнения пробоотборной петли: при расчете стандартного объема для пробоотборной петли ПП учитывает размер виалы и атмосферные условия.

Размер виалы	Абсолютное давление	Скорость роста
10 мл	Конечное давление — 2/3 начального давления	40 psi.
20 мл	Конечное давление — 5/6 начального давления	20 psi.

В качестве нормальных условий на приборе отображается абсолютное давление — 1 стандартная атмосфера.

Индивидуальный

В этом режиме вы можете задать скорость заполнения пробоотборной петли, конечное давление петли и время, необходимое для уравнивания петли после заполнения. См. **Рис. 24**.

Скорость роста для петли: скорость снижения давления при прохождении потока от виалы через петлю. Если вы подозреваете, что при заполнении петли теряется слишком большая часть пробы, снизьте скорость потока.

Конечное давление петли: поскольку пробоотборная петля и виала соединены друг с другом, это давление также является конечным для виалы. ПП не может создавать вакуум для виалы.

- В обычной ситуации следует задать значение > 7 кПа (1 psi).
- Конечное давление должно обеспечивать достаточный перепад относительно начального значения, чтобы пробоотборная петля заполнилась.
- Если задать **0**, ПП будет регулировать заполнение пробоотборной петли, пока давление петли (и виалы) не достигнет 1 psi (около 6,9 кПа). После этого клапан сброса будет полностью открыт. На этом этапе ПП не контролирует систему отбора пробы. Когда давление достигнет 0 относительно атмосферного, клапан сброса закроется. При таком значении результаты могут быть невоспроизводимыми.
- Если задано значение от 0 до 1 psi (6,89 кПа), появится предупреждение. ПП попытается отрегулировать сброс в соответствии с данным значением, однако при этом может ухудшиться воспроизводимость результата или качество пробы.

Уравнивание петли: задайте время стабилизации пробоотборной петли после заполнения.

Возможные проблемы

- Если при небольшом размере пробоотборной петли площади пиков малы, это может указывать на выдувание пробы из петли. Если разница между начальным и конечным давлением виалы слишком велика с учетом свойств пробы и размера петли, через петлю к сбросу может проходить слишком большой объем пробы. Попробуйте уменьшить давление виалы или разницу между начальным и конечным давлением (это сократит время прохождения паровой фазы через пробоотборную петлю).
- Если при большом размере пробоотборной петли площади пиков малы, это может указывать на недостаточный объем пробы, поступающий в петлю. Попробуйте увеличить давление виалы или уменьшить конечное давление петли (это увеличит время передачи паровой фазы в пробоотборную петлю).

Режим отбора

Доступны три (3) режима отбора: **Разовый**, **Множественный** и **Концентрированный**. Подробное описание действий ПП при каждом режиме приведено в разделе **«Последовательности, режимы отбора, прокалывание виал»** на стр. 46.

Разовый отбор

В этом режиме ПП уравнивает виалу, прокалывает ее один раз, заполняет пробоотборную петлю (один отбор), затем запускает цикл, выполняя ввод пробы в ГХ.

Если виала появляется в последовательности больше одного раза, она заново проходит все этапы обработки (как в автономном режиме, так и при использовании системы обработки данных Agilent).

Множественные отборы

Множественные отборы обычно используются в двух случаях — при кинетических исследованиях и калибровке.

Обратите внимание: виала при таких отборах прокалывается только один раз.

Отборы с концентрированием

Этот режим может оказаться полезным при анализе остаточных количеств.

Он позволяет накапливать пробу в канале ввода ГХ или другом улавливателе перед ее передачей в колонку ГХ. Для этого режима требуется многорежимный канал ввода или другой тип улавливателя.

Оптимизация скорости обработки

ПП автоматически рассчитывает время, чтобы максимально увеличить скорость обработки загруженных проб. При запуске последовательности он сравнивает методы, заданные для каждой виалы, затем определяет, как и когда лучше разместить каждую виалу в термостате для уменьшения времени простоя между циклами ГХ. Анализ прибора зависит от следующих факторов.

- Параметры расчета времени ПП (время ожидания, время уравнивания и т. д.)
- Точность введенного времени цикла ГХ
- Количество смежных проб в последовательности, которые используют одинаковый метод
- Разница в параметрах ПП между методами
- Любая разница между фактическим временем цикла ГХ и введенными значениями для параметров ПП, например программ потока газа-носителя или давления

Анализ скорости обработки ПП не учитывает другие параметры ГХ, такие как изменения температуры термостата или канала ввода ГХ. ПП не может контролировать время задержки для растворителя МС и другие внешние события, которые происходят после завершения цикла ГХ. Если подобные несоответствия во времени могут иметь значение, их необходимо учесть при установке параметра **Цикл ГХ**. Например, выполняется программирование температуры канала ввода. Канал ввода должен остыть перед следующим циклом. Это занимает определенное время, во время которого ГХ находится в состоянии «Не готов», а в термостате ПП могут находиться пробы. Если охлаждение занимает очень много времени, пробы будут оставаться в термостате ПП слишком долго и это запустит действие, заданное для последовательности на случай ситуации **Система не готова**. В этом случае может потребоваться увеличить значение **Цикл ГХ**.

Меры, которые могут повысить скорость обработки

- Групповые пробы, которые используют одинаковую температуру термостата ПП и встряхивание.
- Упорядочивание проб с целью предотвращения нагревания, а затем охлаждения термостата ПП. Анализ проб в порядке повышения температуры термостата ПП.

Действия, которые могут снизить скорость обработки

- Введение в последовательность последовательных строк, которые изменяют параметры термостата ПП или встряхивания.
- Введение в последовательность последовательных строк, которые требуют охлаждения термостата ПП, затем нагревания и повторного охлаждения.

Отладка нового метода

ПП может выполнять последовательности, включающие в себя различные методы, однако во всех методах, используемых в одной последовательности ПП, должны быть заданы:

- одинаковый размер пробоотборной петли,
- одинаковые типы газов.

Все другие параметры, включая размер виалы, могут отличаться в зависимости от пробы в рамках одной последовательности.

Проба, требующая отдельного размера пробоотборной петли или типа газа, не может быть обработана одновременно с пробами, для которых задан другой метод. В этом случае необходимо установить соответствующее оборудование и переконфигурировать ПП.

Выполнение холостых циклов

Всегда выполняйте несколько холостых циклов после разработки метода. Такие циклы позволяют выявить эффект переноса. Если эффект переноса выявлен, его необходимо устранить. См. руководство по *устранению неполадок*.

Предупреждения о техобслуживании

Предупреждения о техобслуживании в ПП 93

В данном разделе описаны доступные в ПП функции предупреждений о техобслуживании.

Предупреждения о техобслуживании в ПП

К параметрам предупреждений о техобслуживании ГХ (доступны в разделе **Обслуживание > Парофаза** на сенсорном экране ГХ или в интерфейсе браузера) добавляется несколько счетчиков ПП. В **Таблица 13** ниже указаны расходные материалы, отслеживаемые в ПП, а также типы событий, с помощью которых ПП контролирует их состояние. Например, ПП контролирует использование линии передачи, подсчитывая циклы ввода.

Таблица 13 Счетчики в 8697

Элемент	Счетчик
Опоры захвата	Перемещения захвата лотка
Время включенной парофазы	Время работы прибора
Счетчик циклов парофазы	Циклы ввода
Зонд	Циклы ввода
Пробоотборная петля	Циклы ввода
Ротор 6-портового крана	Циклы ввода
6-портовый кран	Циклы ввода
Линия передачи	Циклы ввода
Калибровка лотка	Время работы прибора
Трубка сброса	Циклы ввода
Клапан сброса	Циклы ввода

Перед запуском последовательности ГХ проверяет счетчики предупреждений о техобслуживании ПП, чтобы оценить доступный эксплуатационный ресурс. Если в результате запуска последовательности один из счетчиков вызовет предупреждение об обслуживании, на дисплее ГХ отобразится предупреждающее сообщение, но выполнение последовательности продолжится.

Установка, сброс и отключение предупреждений о техобслуживании для ПП выполняются так же, как для ГХ. Дополнительные сведения об использовании функций предупреждений см. в справке ГХ.