



ООО «НПО АКВИЛОН»

Россия, 142103 Московская область
г. Подольск, Домодедовское шоссе, д.1

ИНН 5036084980 КПП 503601001

КОЛОНКА КАТИОНООБМЕННАЯ

Аквилайн С1Р-1

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

4215 003.30-81696414 РЭ

2017

Оглавление

1. ВВЕДЕНИЕ	3
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ	3
2.1. Принцип работы.....	4
2.2. Вид колонки А к в л а й н С 1 Р - 1	4
2.3. Вид предколонки и держателя предколонок	5
2.4. Вид колонки и предколонки в сборе.....	5
3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	6
4. КОМПЛЕКТАЦИЯ	7
5. УСТАНОВКА	8
6. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ	8
6.1. Приготовление подвижной фазы	8
7. ПОРЯДОК РАБОТЫ	9
7.1. Начало работы.....	9
7.2. Подготовка образца.....	9
7.3. Регенерация колонки.....	9
7.4. Завершение работы	10
8. КОНСЕРВАЦИЯ, ХРАНЕНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ОБСЛУЖИВАНИЕ	10
8.1. Перемывка и консервация колонки.....	10
8.2. Хранение колонки	10
8.3. Транспортирование колонки.....	10
8.4. Обслуживание	10
8.5. Гарантии производителя.....	11
8.6. Информация для заказа	11
9. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	12

1. ВВЕДЕНИЕ

Руководство содержит процедуры по обслуживанию, правила эксплуатации, хранения и транспортировки колонки **Аквилайн С1Р-1**

Колонки для ионной хроматографии серии **Аквилайн С1Р-1** заполнены специфическим катионообменным сорбентом на основе полидивенилбензола с привитыми сульфогруппами. Колонка предназначена для анализа катионов металлов первой группы (калия, натрия, лития) и аммония. Данные колонки отвечают всем современным требованиям метода ИХ, как с подавлением фоновой электропроводности подвижной фазы или без такового. При использовании кондуктометрических детекторов с большим диапазоном электронной компенсации возможно прямое детектирование разделяемых катионов (без применения систем химического подавления фоновой электропроводности подвижной фазы). Колонки поставляются длиной 30, 50, 100 и 150 мм с внутренним диаметром 4,6 мм и в корпусах в инертном исполнении (РЕЕК).

Сорбент **Аквилайн С1Р-1** обладает уникальной селективностью по отношению к иону аммония, что позволяет детектировать следовые количества аммония на фоне значительных количеств натрия без дополнительной пробоподготовки.

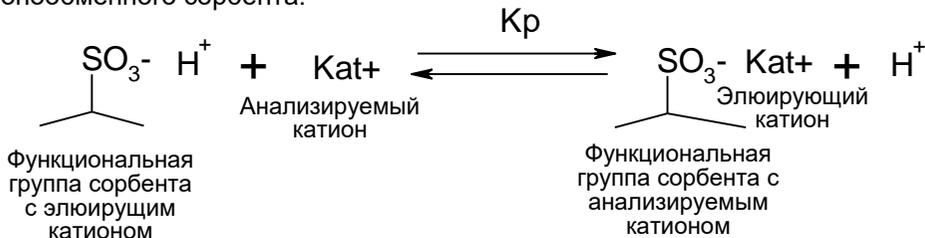
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

Колонка представляет собой цилиндр, заполненный специфическим катионообменным сорбентом, и ограниченный с обеих концов фритами. Фриты выполняют две функции; ограничивают пространство колонки, не позволяя сорбенту вымываться из колонки, и выполняют роль распределителя потока подвижной фазы, равномерно распределяя её по площади входного торца колонки. Вход и выход колонки оборудованы фитингами для подсоединения в гидравлический тракт хроматографа.

2.1. Принцип работы

Принцип работы колонки основан на процессе многократной сорбции-десорбции анализируемых ионов на поверхности и в порах катионообменного сорбента. В общем случае уравнение сорбции-десорбции описывается схемой 1.

Схема 1. Уравнение сорбции-десорбции на поверхности катионообменного сорбента.



Различные времена выхода анализируемых катионов, в основном, обусловлены различием в скорости сорбции-десорбции: чем выше скорость, тем меньше время удерживания катиона. За время пребывания в колонке каждый анализируемый катион многократно вступает в реакцию сорбции-десорбции.

2.2. Вид колонки Аквилайн С1Р-1

На рис. 1 представлена колонка **Аквилайн С1Р-1**

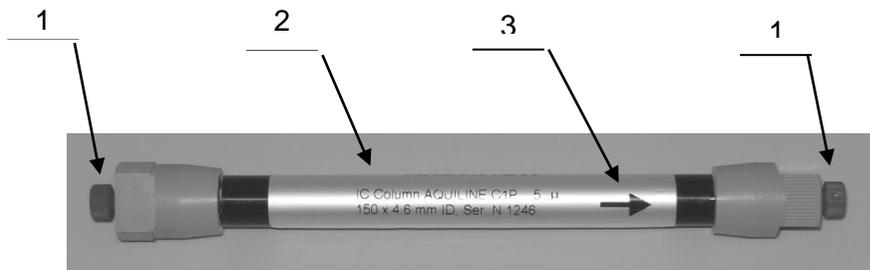


Рис. 1. Вид колонки

- 1 – Заглушка;
- 2 – Шильдик с указанием марки колонки и номера;
- 3 – Указатель направления потока подвижной фазы.

2.3. Вид предколонки и держателя предколонки

Предколоночная система **Аквилайн** состоит из держателя предколонки и предколонки размером 8 x 3 мм ID. Система представлена на рис. 2. Внешний вид предколонки и держателя предколонки представлен на рис. 2.

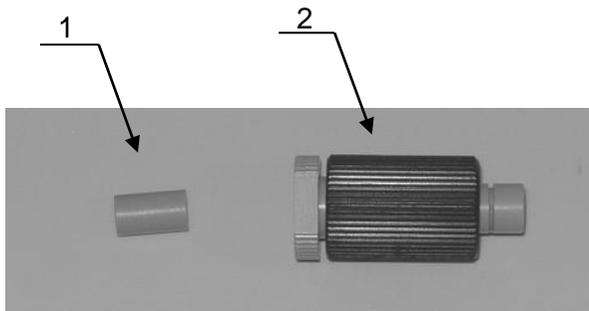


Рис. 2. Вид держателя предколонки и предколонки
Аквилайн

1 – Предколонка 3x8мм;

2 – Держатель предколонки;

2.4. Вид колонки и предколонки в сборе

На рис. 3 представлен внешний вид колонки и предколонки в собранном виде



Рис. 3. Колонка и предколонка Aquilone в собранном виде.

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

В таблице 1 приведены технические характеристики колонки **Аквилайн С1Р-1**, а в таб. 2.1. и 2.2. ориентировочные времена удерживания пиков в стандартных условиях разделения.

Таб. 1. Технические характеристики колонки **Аквилайн С1Р-1**.

№	Характеристика	Значение
1	Материал сорбента	полидивенилбензол
2	Форма сорбента	сферическая
3	Функциональные группы	Сульфогруппа
4	Зернение сорбента, мкм	5
5	Примерное рабочее давление на колонке без предколоники, бар	
5.1	150*4,6мм, бар	120
5.2	100*4,6мм, бар	80
5.3	50*4,6мм, бар	70
5.4	30*4,6мм, бар	50
6	Максимальная рабочая температура, С ⁰ , не более	60
7	Стандартные условия разделения:	
7.1	Состав подвижной фазы	4 ммоль/л р-р HNO ₃ в воде
7.2	Поток подвижной фазы в см ³ /мин	2
7.3.	Тип детектирования	Кондуктометрический без подавления
7.4	Объем дозатор петлевого мм ³	50
8	Ограничения в использовании растворителей	Не рекомендуется использовать органические растворители
9	Размер колонки (длина, диаметр) мм	Длина 150,100,50,30 Диаметр 4,6
10	Входной и выходной фитинги	Внутренняя резьба 10-32
11	Масса колонки с заглушками, кг, не более	0,04

Таб. 2.1. Ориентировочные времена удерживания Na⁺, Li⁺, K⁺, NH₄⁺ для колонки

Аквилайн С1Р-1 размером 100 x 4,6мм.

Подвижная фаза 4 ммоль/л HNO ₃ , Скорость потока 2 см ³ /мин, температура 25 °С			
№	Название	Концентрация мг/л	Время удерживания, мин*
1	Натрий	10	7,0
2	Литий	5	8,1
3	Калий	20	9,5
4	Аммоний	10	12,5

Таб. 2.2. Ориентировочные времена удерживания моноэтаноламина для колонки

Аквилайн С1Р-1 размером 30 x 4,6мм.

Подвижная фаза 4 ммоль/л HNO ₃ , Скорость потока 2 см ³ /мин, температура 25 °С			
№	Название	Концентрация мг/л	Время удерживания, мин*
1	моноэтаноламин	20	9,5

* В таблице приведены ориентировочные времена удерживания, которые могут различаться от колонки к колонке.

4. КОМПЛЕКТАЦИЯ

В таблице 3 приведена комплектация колонки

Таб. 3. Комплектация колонки **Аквилайн**

1	Колонка	1 шт.
2	Заглушки, установлены на фитингах колонки	2 шт.
3	Паспорт-хроматограмма тестовой смеси	1 шт.
4	Настоящее руководство по эксплуатации	1 шт.
5	Упаковка	1 комп.

Внимание! Держатель предколонки и предколонка не входят в комплект поставки и заказываются отдельно.

5. УСТАНОВКА

Колонка собирается с предколонкой как показано на рис. 3 и устанавливается между инжектором и детектором. Соединение колонки и предколонки осуществляется с помощью прижимных винт-феррул и капилляров, входящих в комплект стартового набора хроматографа. Следует помнить, что использование предколонки значительно продлевает срок службы аналитической колонки.

Температура окружающего воздуха должна быть в пределах от +4 до +60 °С. С целью получения стабильных значений времён удерживания, колебания температуры не должны превышать $1 \div 2$ °С, для этого не располагайте колонку на прямом солнечном свете, вблизи тяги, или используйте термостат колонок.

6. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

6.1. Приготовление подвижной фазы

Для приготовления подвижной фазы возможно использование органических соединений (карбоновых кислот и их солей). Однако, основной рекомендуемой подвижной фазой является р-р азотной кислоты (см. таб. 1. поз. 7.1.) и растворы содержащие ион водорода.

Внимание! При приготовлении подвижной фазы нельзя применять органические растворители, так как это неизбежно приведет к выходу колонки из строя.

При приготовлении подвижной фазы следует использовать хроматографически чистые реактивы и деионизованную воду. После приготовления рекомендуется отфильтровать подвижную фазу через фильтр с диаметром пор 0,2-0,45 мкм. Перед применением необходимо продегазировать подвижную фазу. Допускается совмещать процедуру дегазации и фильтрации подвижной фазы перед применением.

Стабильность стандартной подвижной фазы составляет около 7 дней, однако, для лучшей воспроизводимости времён удерживания, следует хранить подвижную фазу под крышкой.

7. ПОРЯДОК РАБОТЫ

7.1. Начало работы

Установите необходимый расход подвижной фазы, не более 1,0 см³/мин, на насосе, включите поток подвижной фазы. Через 10 - 20 мин после получения стабильной базовой линии колонка готова к работе. Можно изменить расход подвижной фазы до рабочего.

Одним из критериев выхода колонки на режим является отсутствие случайных пиков и ровная базовая линия

Внимание! Максимальный расход для колонки составляет 3 см³/мин.

7.2. Подготовка образца

Перед введением образца в хроматограф рекомендуется отфильтровать образец через 0,2 ÷ 0,45 мкм фильтр. Материал фильтрующего элемента Ацетат целлюлозы (регенерированный) или нейлон. Вместо фильтрации, возможно использовать центрифугирование образца.

При большой концентрации анализируемых ионов, образец необходимо перед введением в хроматограф развести деионизованной водой.

В отдельных случаях образец может содержать компоненты, оказывающие негативное влияние на разделение и детектирование анализируемых катионов. Более чем 50-ти миллимолярная концентрация протонов в образце может привести к двоению пиков.

Ионы переходных металлов, взаимодействуя с сорбентом колонки, оказывают вредное влияние на работу изделия (снижаются основные параметры разделения). Кроме того, если в образце содержатся ионы, сорбирующиеся на колонке, десорбция которых затруднена, снижается емкость колонки и время удерживания целевых компонентов.

7.3 Регенерация колонки

При использовании для приготовления элюента не очень чистой воды, например, содержащей ионы щелочных и тяжелых металлов, которые могут блокировать центры сорбента, времена удерживания компонентов смеси могут уменьшаться. Тогда необходима регенерация колонки. Для этого колонку надо **ОБЯЗАТЕЛЬНО отсоединить от гидравлического тракта прибора,** подключить напрямую к насосу и промыть раствором 1М ацетата аммония либо 40мМ азотной кислотой в течение 2 часов, а затем в течение 1 часа деионизованной водой.

7.4. Завершение работы

Выключите поток подвижной фазы.

В подвижной фазе колонка может храниться не более двух дней.

Если перерыв в работе составит более двух дней необходимо перемыть и/или законсервировать колонку согласно п. 8.1.

8. КОНСЕРВАЦИЯ, ХРАНЕНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ОБСЛУЖИВАНИЕ

8.1. Перемывка и консервация колонки

Для консервации необходимо перемыть колонку с подвижной фазы на деионизованную воду. Для этого замените емкость с подвижной фазой на емкость с деионизованной водой и прокачайте с рабочим расходом в течение 15 минут. Колонка перемыта.

При значительных перерывах в работе с целью предотвращения высыхания сорбента колонки после перемывки колонки на деионизованную воду, отсоедините колонку от гидравлического тракта хроматографа и закройте заглушками входной и выходной фитинги колонки. Колонка законсервирована.

8.2. Хранение колонки

Хранить колонку рекомендуется законсервированной в холодильнике при температуре +3 - +7 °С

ВНИМАНИЕ! Колонку категорически запрещается замораживать т.к. это может привести к её необратимому повреждению.

8.3. Транспортирование колонки

Транспортировка колонки осуществляется после её консервации согласно п. 8.1. в транспортной упаковке предприятия – производителя или любой другой таре, исключающей механическое повреждение. Может перевозиться железнодорожным или автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах или авиационным транспортом в отопливаемых герметизированных отсеках.

8.4. Обслуживание

Обслуживание колонки заключается в проведении следующих процедур:

1. замена предколонок при превышении давления, указанного в таблице 1, более чем в 1,5 раза;

2. промывка колонки десятикратной концентрацией подвижной фазы, (40 ммоль/л HNO_3 в воде) в течение 1 ÷ 2 часов или 1М ацетата аммония

8.5. Гарантии производителя

Колонка относится к разряду расходных элементов, на которые распространяется ограниченная гарантия.

Гарантийный срок работы колонки составляет 2 месяца или 100 л. подвижной фазы, прокаченной через колонку, в зависимости от того, что наступит раньше. Гарантийный срок хранения колонки составляет 5 месяцев с момента отгрузки.

8.6. Информация для заказа

Название	Артикул
Колонка аналитическая катионообменная Аквилайн С1Р-1 150*4,6мм	АК-546-150
Колонка аналитическая катионообменная Аквилайн С1Р-1 100*4,6мм	АК-546-100
Колонка аналитическая катионообменная Аквилайн С1Р-1 50*4,6мм	АК-546-050
Колонка аналитическая/концентрирующая катионообменная Аквилайн С1Р-1 30*4,6мм	АК-546-030
Предколонки 3x8 мм Аквилайн С1Р	АК-546-К
Держатель предколонок (концентраторов)	АК-546-ДК

9. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

В таблице 4 приведён список возможных неисправностей колонки **Аквилайн С1Р-1** и способы их устранения.

Таб. 4. Возможные неисправности колонки **Аквилайн С1Р-1** и способы их устранения.

Вид отказа	Это может быть по след. причине	Возможные причины отказа	Что Вы должны сделать
1. Высокое давление на колонке и/или предколонке	1.1. Механическое загрязнение гидравлического тракта, или забился фрит предколонки	1.1.1. Образец не достаточно отфильтрован	1.1.1.1. Строго следуйте п.7.2. при приготовлении образца
		1.1.2. подвижная фаза недостаточно отфильтрована	1.1.1.2. Замените предколонку на новую
	1.2. Расход подвижной фазы выше 2 см ³ /мин		1.2.1. Неверно установленный расход подвижной фазы
		1.1.2.2. Замените предколонку на новую	
1.2.1.1. Установите расход подвижной фазы менее 2 см ³ /мин			
2. Времена выхода анализируемых катионов увеличились	2.1. Элюирующая способность подвижной фазы стала меньше	2.1.1. Подвижная фаза изменила свой состав при испарении	2.1.1.1. Приготовьте свежую подвижную фазу согласно п. 6.1.
3. Время выхода анализируемых компонентов уменьшилось	3.1. Элюирующая способность подвижной фазы выше	3.1.1. Неправильно приготовленная подвижная фаза	3.1.1.1. Приготовьте подвижную фазу заново согласно методики определения
	3.2. Загрязнена поверхность сорбента колонки	3.2.1. В образце содержатся нефтепродукты или ионы переходных металлов	3.2.1.1. Промойте колонку согласно п. 7.3
3.2.1.2. Обратитесь в сервисную службу			

4. Пики анализируемых компонентов стали уширяться и/или двоиться	4.1. Перегрузка колонки образцом	4.1.1. недостаточное количество функциональных групп для эффективного удерживания анализируемого иона	4.1.1.1. Разведите образец деионизованной водой.
	4.2. Высокое содержание протонов в образце	4.2.1. Элюирующая способность образца выше чем подвижной фазы	4.2.1.1. Разведите образец деионизованной водой.
			4.2.1.2. Добавьте буфер в образец для увеличения pH
	4.3. Загрязнение сорбента колонки	4.3.1. Подвижная фаза приготовлена на загрязнённой воде	4.3.1.1. Приготовьте подвижную фазу только на деионизованной или дистиллированной воде
4.3.1.1. Замените предколонку на новую			
4.4. Просадка сорбента в колонке	4.4.1. Превышение рабочего давления на входе в колонку	4.4.1.1. Замените колонку	
		4.4.1.2. Обратитесь в сервисную службу	