



АКВИЛОН

АНАЛИТИЧЕСКОЕ И ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

ИНЖЕКТОР RHEODYNE 9740

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

2007

Оглавление

1. ВВЕДЕНИЕ.....	3
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ.....	3
2.1. Принцип работы.....	3
2.2. Внешний вид инжектора Rheodyne 9740.....	4
2.3. Устройство инжектора Rheodyne 9740.....	6
3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	9
4. КОМПЛЕКТАЦИЯ.....	9
5. УСТАНОВКА.....	10
5.1. Размещение на рабочем месте и условия окружающей среды.....	10
6. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ	10
6.1. Подсоединение коммуникаций.....	10
6.2. Настройка инжекторов Rheodyne 9740.....	10
6.3. Промывка перед первым запуском.....	10
7. ПОРЯДОК РАБОТЫ	11
7.1. Особенности работы с инжекторами.....	12
8. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА	13
8.1. Техническое обслуживание.....	13
8.2. Настройка инжекторов для работы при повышенном давлении.....	13
8.3. Консервация и транспортировка.....	14
9. ОСНОВНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	14

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство предназначено для персонала лабораторий при использовании ручных инжекторов Rheodyne 9740 (далее - инжектор). Руководство содержит описание процедур по обслуживанию, правила эксплуатации, хранения и транспортировки данных устройств.

Инжектор может быть использован как в составе изократических, так и в составе градиентных жидкостных хроматографов в качестве ручной системы ввода образца.

К работе с инжекторами допускается обслуживающий персонал, имеющий среднее специальное или высшее образование, изучивший техническую документацию, правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.019, правила по организации безопасности труда по ГОСТ 12.0.004 и методики выполнения измерений.

Настоящее руководство по эксплуатации распространяется на ручной инжектор для высокоэффективной жидкостной хроматографии Rheodyne 9740.

2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

Инжектор Rheodyne 9740 относится к инжекторам с внешним петлевым дозатором и вынесенным игловым портом.

Инжектор 9740 выполнен в полимерном исполнении – жидкостной тракт инжектора не имеет в своем составе металлических элементов, контактирующих с жидкостью.

Инжектор Rheodyne 9740 представляет собой шестиходовой кран для ручного ввода образца в линию высокого давления с загрузкой через вынесенный игловой порт без остановки потока подвижной фазы на входе в устройство. Данная модель инжектора не оборудована встроенным электрическим актуатором – устройством, позволяющим синхронизировать момент ввода образца со стартом сбора данных. Данное устройство устанавливается отдельно на крепежную планку инжектора (см. далее).

Инжектор во всех случаях устанавливается между системой подачи растворителя и системой разделения.

2.1. Принцип работы

Принцип работы инжектора основан на переключении направлений потоков жидкости, протекающей в каналах жидкостного тракта данного устройства. Переключение осуществляется поворотом вала на угол в 60° . Подключение гидравлических коммуникаций к портам инжектора, расположенным под углом 60° , осуществляется при помощи стандартных ВЭЖХ капилляров с внешним диаметром 1/16" и прижимных винтов с внешней резьбой 10-32 под феррулу. Внешний вид инжектора 9740 представлен на рис.1 и 2.

2.2. Внешний вид инжектора Rheodyne 9740

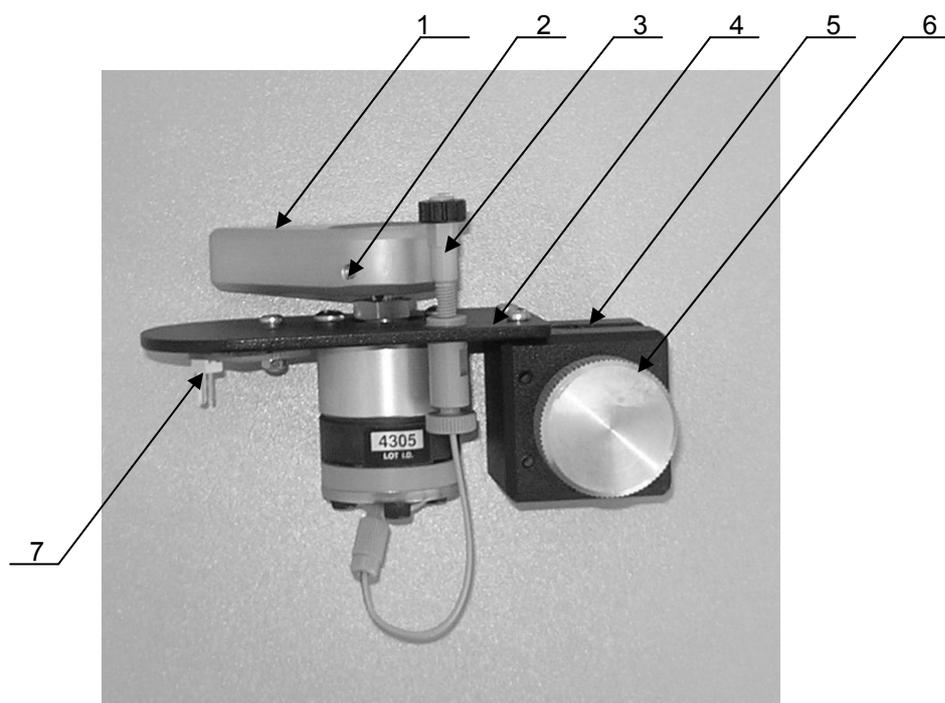


Рис.1. Внешний вид инжектора Rheodyne 9740 на планке с крепежным кронштейном и игловым портом

1. Ручка
2. Стопорный винт ручки
3. Игловой порт
4. Планка
5. Крепежный кронштейн
6. Фиксирующий винт крепежного кронштейна
7. Разъем актуатора (синхронизатора старта)

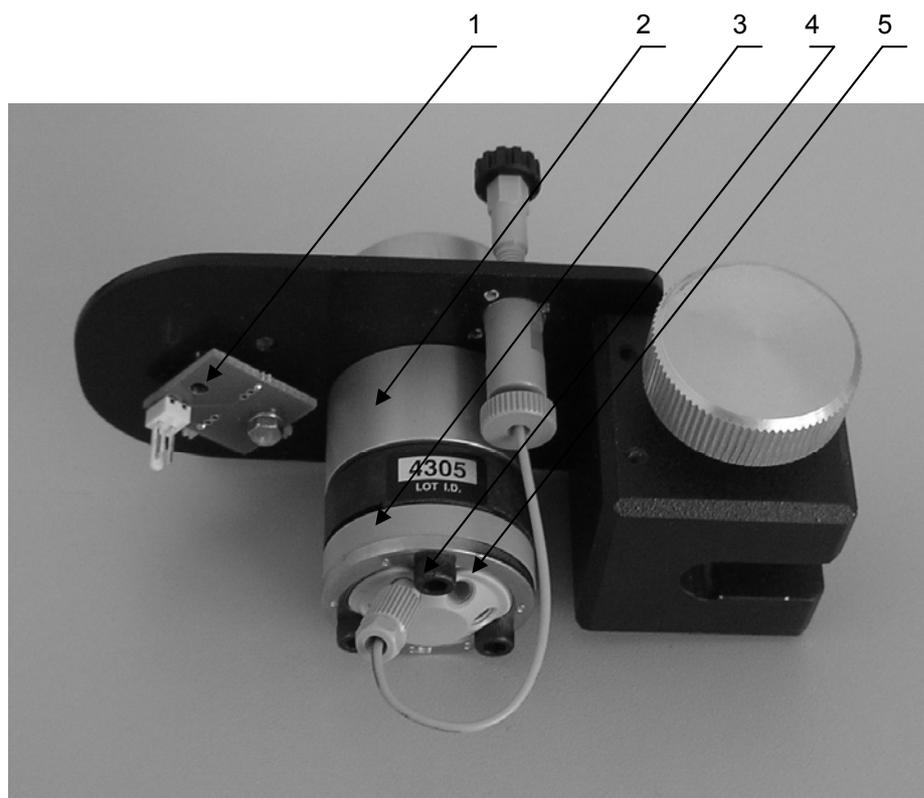


Рис.2. Внешний вид инжектора Rheodyne 9740 на планке с крепежным кронштейном и игловым портом (вид снизу)

1. Плата актуатора (синхронизатора старта)
2. Корпус
3. Статор
4. Крепежный винт статора
5. Порт

2.3. Устройство

Жидкость протекает в каналах, образованных между пластиной статора и канавками уплотнения ротора.

Инжектор загружается через вынесенный игольный порт в положении «ЗАГРУЗКА» (**LOAD**). При этом игольный порт соединен с петлевым дозатором и через порт 6 со сливом. При повороте рукоятки на 60° устройство переключается из положения «ЗАГРУЗКА» (**LOAD**) в положение «ВВОД» (**INJECT**). При этом петлевой дозатор включается в поток подвижной фазы и образец уносится в систему разделения – хроматографическую колонку (см. рис. 4 и 5).

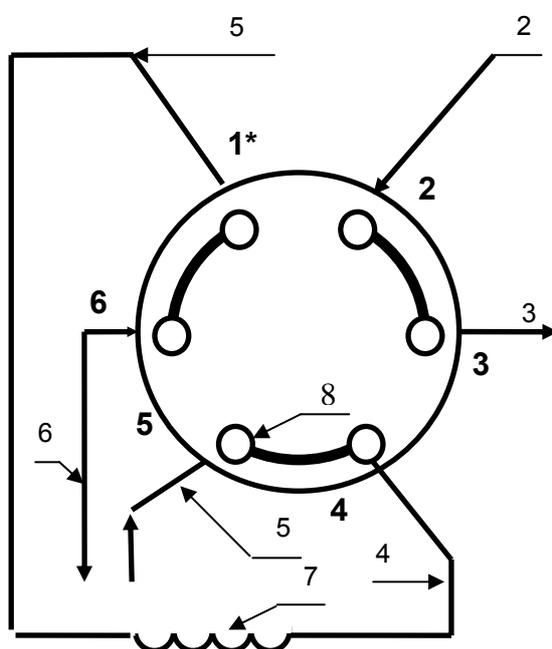


Рис.4. Диаграмма потоков инжектора Rheodyne 9740 в положении «ЗАГРУЗКА»

1. Входной порт петлевого дозатора
2. Входной порт от насоса
3. Выходной порт к аналитической колонке
4. Выходной порт петлевого дозатора
5. Входной порт игольного порта
6. Порт слива
7. Петлевой дозатор

* - цифры, обозначающие номера портов на статоре инжектора

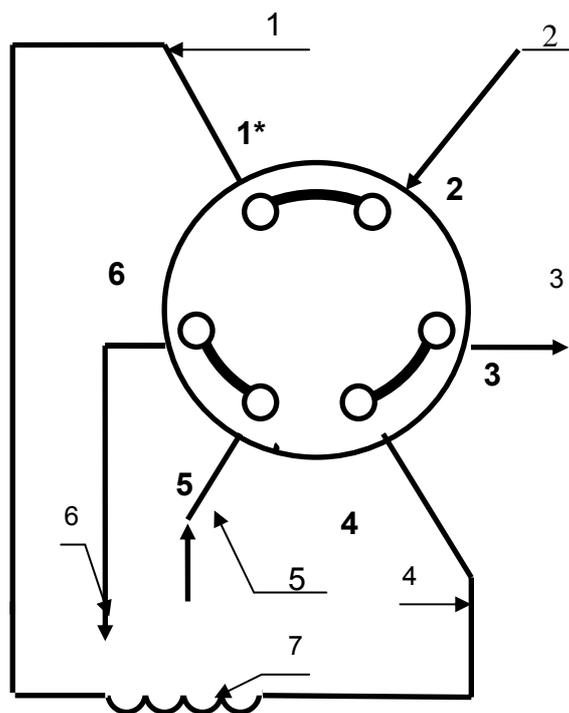


Рис.5. Диаграмма потоков инжектора Rheodyne 9740 в положении «ВВОД»

1. Входной порт петлевого дозатора
2. Входной порт от насоса
3. Выходной порт к аналитической колонке
4. Выходной порт петлевого дозатора
5. Входной порт иглового порта
6. Порт слива
7. Петлевой дозатор

* – цифры, обозначающие номера портов на статоре инжектора

Вынесенный игольный порт предназначен для ввода образца из шприца в инжектор.
 Устройство игольного порта представлено на рис.6.

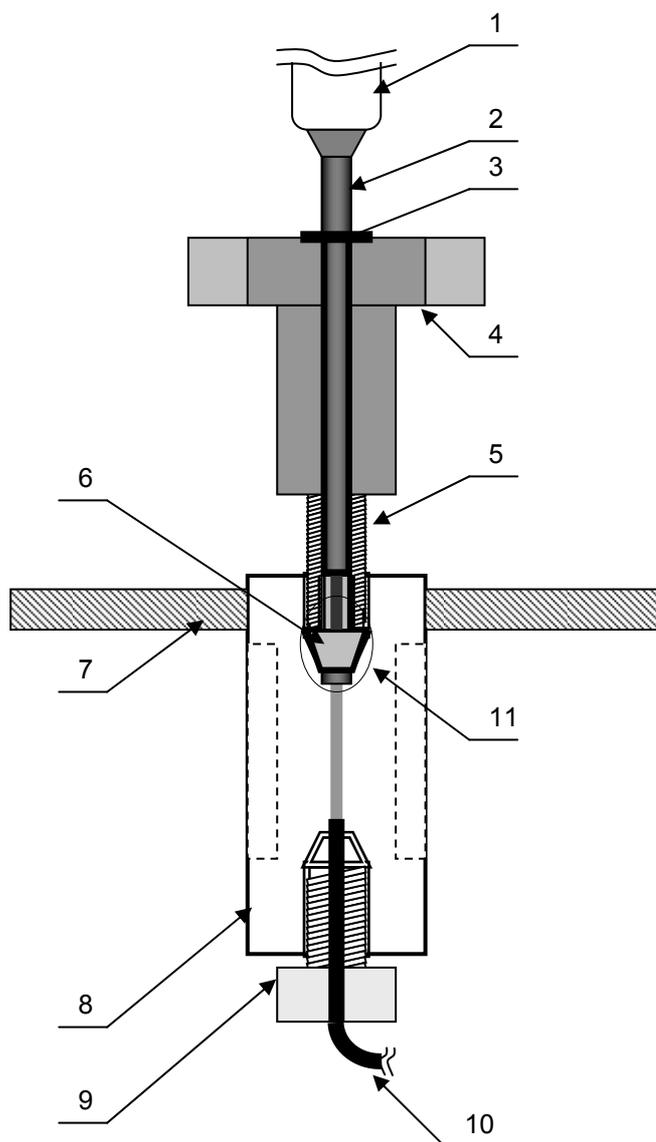


Рис.6. Конструкция игольного порта

1. Шприц
2. Игла (тип 3, для инжекторов Rheodyne)
3. Направляющая иглы
4. Игольный порт
5. Внешняя резьба 10-32
6. Специализированная (разрезная) феррула
7. Крепежная планка
8. Соединитель нулевого объема
9. Винт-феррула с внешней резьбой 10-32 (PEEK)
10. Выходной капилляр (к порту 5 инжектора)
11. Зона уплотнения иглы

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1. Технические характеристики инжектора Rheodyne 9740

	Характеристика	Значение
1	Материал жидкостного тракта	Керамика, PEEK
2	Рабочий диапазон давлений, бар (psi)	0-345 (0-5000)
3	Максимальная рабочая температура, °C	50
4	Диапазон объемов устанавливаемых петлевых дозаторов, мм ³	От 2 до 5000

4. КОМПЛЕКТАЦИЯ

Таблица 2. Комплектация инжектора Rheodyne 9740

1	Инжектор	1
2	Комплект крепежа с платой актуатора	1
4	Руководство по эксплуатации	1
9	Упаковка	1

5. УСТАНОВКА

5.1. Размещение на рабочем месте и условия окружающей среды

Инжектор устанавливается при помощи специального комплекта крепежа в вертикальном или горизонтальном положении на металлическую штангу (в комплект поставки инжектора не входит), закрепляемую параллельно со стойкой модулей жидкостного хроматографа. На крепежную планку также устанавливается игловой порт.

Инжектор поставляется установленным на планку, закрепленную на крепежном кронштейне. С обратной стороны на планке установлена плата актуатора. Для установки на штангу достаточно не до конца отвернуть крепежный винт кронштейна, установить сборку на металлическую штангу и затянуть крепежный винт (см. рис.1).

В случае необходимости установки инжектора на планку отверните на 2-3 оборота торцевым шестигранным ключом крепежные винты на ручке устройства, снимите ручку с вала, установите инжектор на планку и закрепите его, завернув соответствующие крепежные винты. Затем установите ручку на место, завернув винты крепления. Далее следуйте вышеописанным указаниям.

Температура окружающего воздуха должна быть в пределах от +15 до +35 °С, относительная влажность от 20% до 90%.

6. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

6.1. Подсоединение коммуникаций

После установки инжектора следует присоединить гидравлические коммуникации.

При присоединении гидравлических коммуникаций следует строго соблюдать нумерацию портов инжектора, нанесенную на статор. В порты 1 и 4 инжектора при помощи прижимных винтов и феррул (в комплект поставки не входят) установите петлевой дозатор. Допускается установка петлевых дозаторов объемом от 2 до 5000мм³, выполненных из капилляра с внешним диаметром 1/16". К порту 2 подключите выходной капилляр системы подачи растворителей, к порту 3 – капилляр, идущий к системе разделения (защитной и аналитической колонкам).

Соедините порт 6 инжектора при помощи аналогичного капилляра со сливной емкостью.

Инжекторы поставляются с уже подключенным к игловому порту портом 5. В противном случае соедините выход иглового порта с входным портом 5 инжектора капилляром с внешним диаметром 1/16". Рекомендуемый внутренний диаметр - 0.25 мм.

После установки линий нужно слегка потянуть за них и убедиться, что соединение надежно закреплено.

Присоедините к разъему актуатора кабель синхронизации старта внешнего аналого-цифрового преобразователя или иного устройства (детектора), отвечающего за синхронизацию сбора хроматографических данных. Это необходимо для синхронизации ввода образца с началом сбора данных. Полярность подключения не учитывается.

6.2. Настройка инжекторов Rheodyne 9740

Специальной настройки инжекторов не требуется.

6.3. Промывка перед первым запуском

ВНИМАНИЕ! При первичной промывке инжектора систему разделения следует отключить.

Так как инжектор поставляется не заполненным растворителем, промывка специальными растворителями перед работой данных устройств не требуется. После соединения всех коммуникаций, при отключенной колонке следует промыть инжектор в обоих положениях подвижной фазой, переключая его несколько раз из положения «ЗАГРУЗКА» в положение «ВВОД» и обратно. Затем переключите инжектор в положение «ЗАГРУЗКА» и подсоедините колонку.

ВНИМАНИЕ! При использовании буферных растворов для предотвращения кристаллизации растворенных солей, являющейся причиной повреждения уплотнения ротора, после работы обязательно промывайте инжектор.

7. ПОРЯДОК РАБОТЫ

Переключите инжектор в положение «ЗАГРУЗКА». Включите поток подвижной фазы и дождитесь достижения динамического равновесия в хроматографической системе. Введите образец в игловой порт при помощи микрошприца.

При вводе образца избегайте попадания в порт пузырьков воздуха, т.к. это негативно сказывается на воспроизводимости ввода.

Объем образца, вводимого в петлевой дозатор должен быть, по крайней мере, в два раза превосходящим суммарный объем петли и загрузочных коммуникаций. Для наилучшей воспроизводимости следует вводить объем образца, минимум в 5 раз превосходящий объем петлевого дозатора. Прежде всего, это связано с объемом капилляра, соединяющего игловой порт с портом 5 инжектора. Суммарный «мертвый» объем между игловым портом и петлевым дозатором при стандартной поставке устройства не превышает 10 мм³. Кроме того, следует учитывать распределение скорости жидкости по сечению капилляра петлевого дозатора в режиме ламинарного потока. В центре скорость потока максимальна, у стенок капилляра она стремится к нулю. Наглядно это представлено на рис.7.

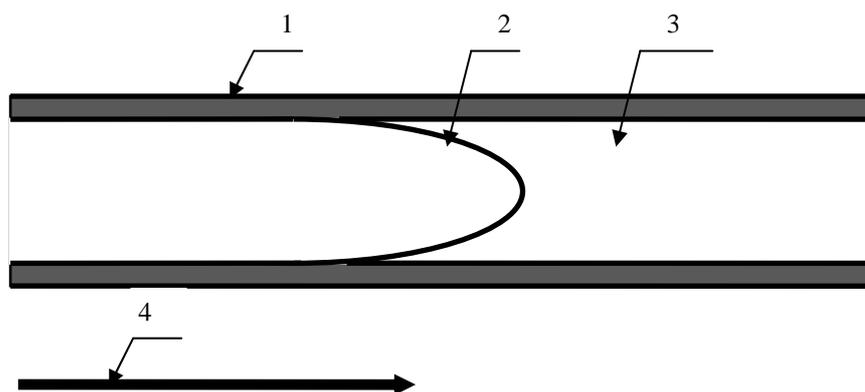


Рис.7. Распределение скорости потока образца по сечению капилляра петлевого дозатора

1. Стенка капилляра
2. Фронт потока образца
3. Подвижная фаза
4. Направление потока

После заполнения петли уверенным движением переключите инжектор в положение «ВВОД». При этом образец из петлевого дозатора с потоком подвижной фазы поступает в колонку. Для следующего ввода по окончании хроматограммы переключите инжектор в положение «ЗАГРУЗКА» и промойте петлю подвижной фазой, объем которой не менее чем в пять раз превышает объем петлевого дозатора. После этого устройство готово для ввода образца.

7.1. Особенности работы с инжектором

ВНИМАНИЕ! Для работы с инжектором используйте только тупые иглы (стиль 3) для инжекторов Rheodyne (50 мм x 0.77"OD). Применение игл другого типа может привести к повреждению иглового порта.

ВНИМАНИЕ! При работе с петлевыми дозаторами объемом более 100 мм³. соблюдайте осторожность, берегите глаза. При переключении инжектора из положения «ВВОД» в положение «ЗАГРУЗКА» происходит гидравлический удар за счет резкого падения давления в петлевом дозаторе, и жидкость из сливного порта выбрасывается наружу. Например, петля, объемом 1см³ при декомпрессии 200 бар (20Мпа) расширяется на 20 мм³.

Помните, что если концы капилляров от порта 6 и игловой (загрузочный) порт находятся на разных уровнях относительно пола, то возможна частичная потеря образца из-за эффекта сообщающихся сосудов.

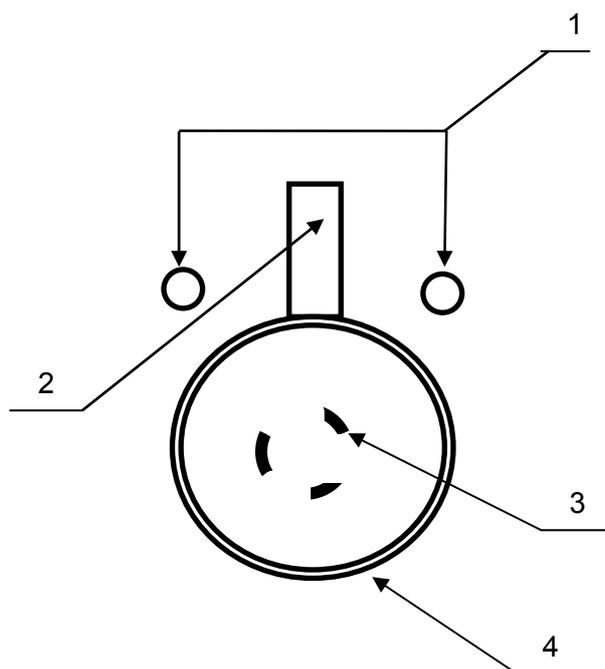


Рис.8. Уплотнение ротора инжекторов Rheodyne 9740 (вид сверху)

1. Упоры поворота
2. Фиксатор ротора
3. Каналы протока жидкости
4. Уплотнение ротора

8. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА

8.1. Техническое обслуживание

Инжектор относится к разряду обслуживаемых устройств. В период эксплуатации устройства замене подлежит уплотнение ротора. Срок периодичности замены уплотнения ротора не регламентирован. Данный элемент подлежит замене по мере выхода из строя.

Для замены уплотнения ротора отверните три крепежных винта на статоре инжектора (см. рис.3), отсоедините статор и снимите заднюю черную цилиндрическую часть корпуса.

При этом удалите ротор с фиксирующих его относительно вала 4-х штифтов. При этом опорное кольцо и изоляционное уплотнение обычно остаются внутри демонтированной задней части корпуса. Если этого не произошло, при монтаже устройства будьте внимательны, соблюдая обратный порядок сборки: сначала установите в заднюю часть корпуса устройства упорное кольцо, затем изоляционное уплотнение. Затем установите на место заднюю часть корпуса инжектора. Если при демонтаже опорное кольцо и изоляционное уплотнение остались на месте, также установите на место заднюю часть корпуса. Установите на четыре фиксирующих штифта уплотнение ротора рабочей поверхностью (поверхностью с канавками) в направлении пластины статора. Установите статор при помощи двух фиксирующих штифтов на место. Заверните три крепежных винта статора при помощи торцевого гаечного ключа 9/64” до легкого сопротивления. Поочередно подтягивая каждый из этих трех винтов на 1/15-1/10 оборота, затяните инжектор, не применяя слишком больших усилий.

Подключите инжектор к хроматографу, как описано в п. 5, и проверьте герметичность устройства, создав на нем перепад давления не менее чем в 200 бар.

ВНИМАНИЕ! Замену уплотнения ротора и последующую регулировку инжекторов настоятельно не рекомендуется проводить самостоятельно. Разборка инжектора неквалифицированными лицами запрещается.

8.2. Настройка инжекторов для работы при повышенном давлении.

Инжекторы Rheodyne 9740, поставляемые потребителю настроены для работы при давлениях, не превышающих 345 бар (34,5 МПа). Если необходимо использовать эти устройства при больших значениях давления, а также в случае нарушения герметичности между пластиной статора и уплотнением ротора возможна дополнительная затяжка инжектора по процедуре, описанной ниже.

ВНИМАНИЕ! Помните, что дополнительная затяжка крепежных винтов статора увеличивает нагрузку на пружину и уплотнение ротора, сокращая срок их службы. Поэтому без необходимости не проводите данную операцию.

Нарушение герметичности связано с недостаточным усилием затягивания крепежных винтов статора инжектора. Для герметизации устройства следует при рабочем давлении затянуть торцевым шестигранным ключом 9/64” три крепежных винта статора на 1/8 оборота. Затяжку следует производить аккуратно, не допуская перекоса.

Если после проведенной процедуры герметизация устройства не происходит или нарушается нормальная работа инжектора, то это свидетельствует о возможном выходе из строя уплотнения ротора.

8.3. Консервация и транспортировка

При перерывах в работе более двух дней не следует оставлять инжектор заполненным водой или водными растворами. Добавьте в подвижную фазу органический растворитель или соединение, препятствующее бактериальному росту.

При значительных перерывах в работе или транспортировке заполните жидкостной тракт инжектора изопропиловым спиртом. Закройте крышкой игловой порт во избежание попадания в него пыли.

Транспортировка инжектора должна осуществляться согласно ТУ 4215-003/10-18294344-06 в упаковке фирмы-производителя или в упаковке, удовлетворяющей нормам ТУ 4215-003/10-18294344-06.

9. ОСНОВНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Таблица 3. Основные неисправности инжектора и способы их устранения

Неисправность	Возможная причина		Способ устранения
1. Нет воспроизводимости ввода образца	1.1. Устройство не герметично – недостаточно затянуты крепежные винты статора 1.2 Повреждено уплотнение ротора 1.3 Неправильное подключение 1.4. Объем вводимого образца недостаточен для полного заполнения петлевого дозатора	1.1.1. Протечка между статором и задней частью корпуса 1.2.1. Течь из иглового порта 1.3.1. Нет отклика на хроматограмме 1.4.1. Образец не полностью (невоспроизводимо) заполняет петлю	1.1.1.1. Затяните торцевым шестигранным ключом 9/64” три крепежных винта статора на 1/8 оборота. 1.2.1.1. Замените уплотнение ротора 1.2.1.2. Обратитесь в сервисную службу 1.3.1.1 Подключите гидравлические линии согласно п. 6.1. 1.4.1.1. Вводите объем образца, минимум в 5 раз превышающий объем петлевого дозатора.
2. Течь иглового порта независимо от положения переключения инжектора	2.1 Повреждено уплотнение ротора 2.2 Неправильное подключение	2.1.1. Протечка в канавках шайбы ротора 2.2.1 Иглового порт соединен непосредственно с системой подачи растворителей, в системе не устанавливается рабочее давление	2.1.1.1. Замените уплотнение ротора 2.1.1.2. Обратитесь в сервисную службу 2.2.1.1 Подключите гидравлические линии согласно п. 6.1.
3. Нет синхронизации ввода образца со стартом сбора данных.	3.1 Кабель синхронизации не подключен	3.1.1. Кабель синхронизации подключен неправильно или не работает устройство сбора данных	3.1.1.1. Подключите кабель, как описано в РЭ устройства сбора данных