



АКВИЛОН

АНАЛИТИЧЕСКОЕ И ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

МОДУЛЬ РАЗДЕЛЕНИЯ/КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

4215-003.20-81696414-РЭ

2007

Оглавление

1. ВВЕДЕНИЕ	3
2. УСТРОЙСТВО	3
2.2. Внешний вид модуля.....	6
2.2.1. Вид модуля спереди	6
2.2.2. Вид модуля сбоку	6
3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ.....	8
4. КОМПЛЕКТАЦИЯ	8
5. УСТАНОВКА	9
6. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ.....	10
7. ПОРЯДОК РАБОТЫ.....	10
7.1. Порядок работы с петлевым дозатором.....	10
7.2. Порядок работы с концентрирующей колонкой	10
7.3. Завершение работы.	11
8. ОБСЛУЖИВАНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВКА И ХРАНЕНИЕ	11
8.1. Обслуживание.....	11
8.2. Консервация.....	11
8.3. Транспортировка	11
9. ОСНОВНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ.....	12
Приложение 1.....	13

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство предназначено для персонала лабораторий при использовании модуля разделения/концентрирования (далее модуль). Руководство содержит описание процедур по обслуживанию, правила эксплуатации, хранения и транспортировки модуля.

Модуль предназначен для работы в режиме in-line концентрирования и прямого ввода образца при анализе особо чистых водных сред. Использование модуля позволяет существенно повысить точность анализа за счет исключения загрязнений в процессе in-line концентрирования образца. Модуль позволяет перейти к режиму анализа с прямым вводом без переустановки гидравлических линий.

Модуль предназначен для использования в составе хроматографа ионного «Стайер – А».

К работе с модулем допускается обслуживающий персонал, имеющий среднее специальное или высшее образование, изучивший техническую документацию, правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и правила организации безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

Настоящее руководство по эксплуатации распространяется на модуль, выпускаемый по ТУ 4215-003.20-81696414-07.

2. УСТРОЙСТВО

Модуль представляет собой устройство, устанавливаемое с правой стороны от насосов и детектора и входящее в состав хроматографа «Стайер-А». В модуль устанавливают емкости, колонки, петлевой дозатор, подаватель (для анализа анионов). Модуль имеет закрывающуюся крышку, что позволяет уменьшить влияние условий внешней среды на стабильность работы хроматографа.

В гидравлическом тракте подачи подвижной фазы последовательно установлены два шестиходовых крана. На кране 1 установлен петлевой дозатор. На кране 2 установлена концентрирующая колонка. Данная конфигурация позволяет проводить анализы как непосредственно на дозаторе петлевом, так и на концентрирующей колонке без изменения гидравлической схемы (см. рис. 1), и тем самым охватить больший диапазон концентраций анализируемых компонентов.

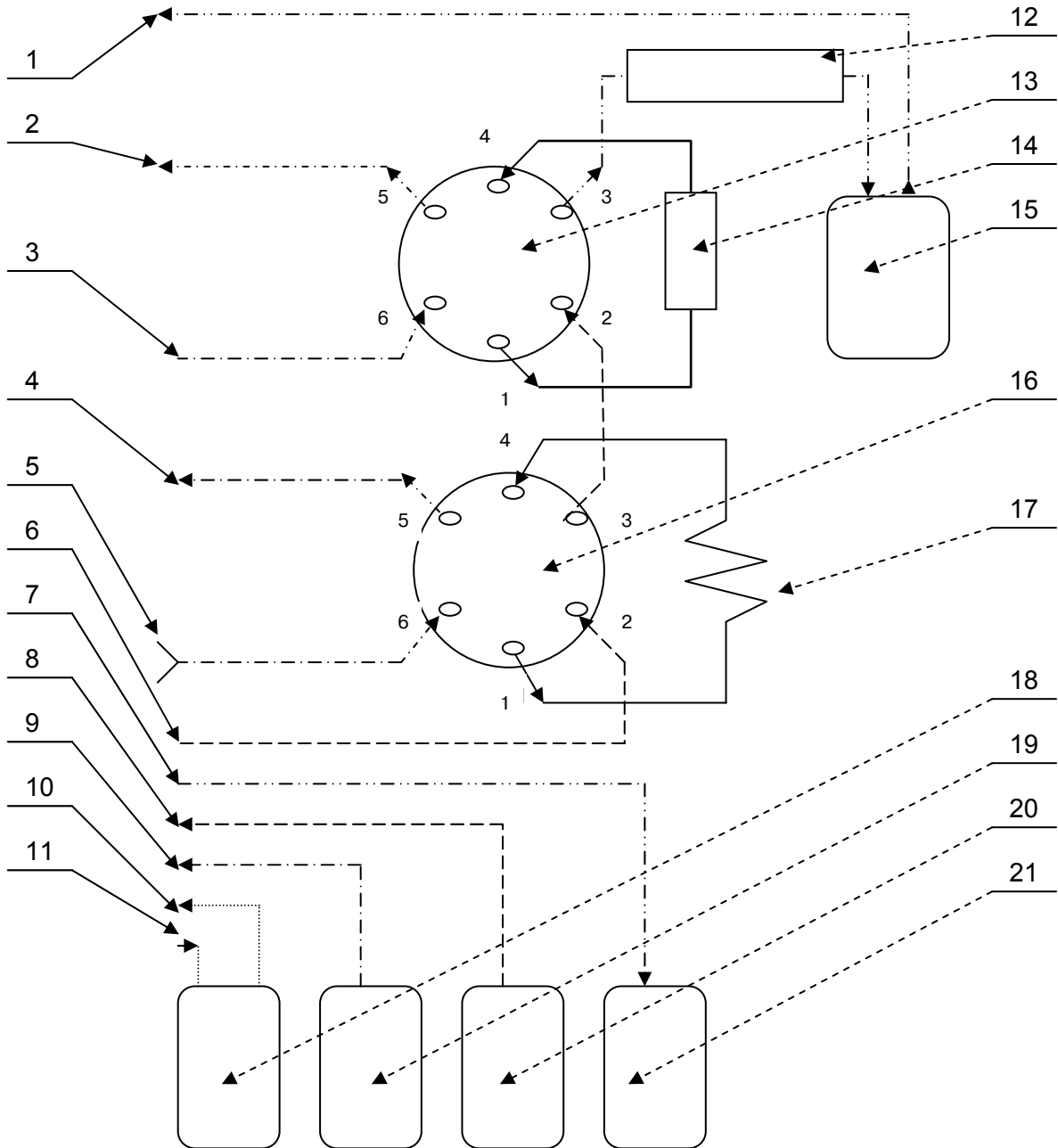


Рис. 1. Гидравлическая схема модуля разделения/концентрирования

- Линия подсоединения петлевого дозатора или концентрирующей колонки
- - - - - Линия подачи образца через игольный порт или через концентрирующий насос
- · · · · Линия подачи подвижной фазы *
- · - · - · Линия подвижной фазы с образцом от инжектора до слива
- · · · · Линия промывного раствора для насоса

* линия между портом 3 крана 1 и портом 2 крана 2 может быть использована как линия подачи подвижной фазы с образцом, так и как линия подачи подвижной фазы.

1. Линия «Вход детектора»
 2. Линия «Слив петлевого концентратора»
 3. Линия «От концентрирующего насоса»
 4. Линия «Слив петли»
 5. Игловой порт
 6. Линия «От аналитического насоса»
 7. Линия «Выход детектора (слив)»
 8. Линия «К аналитическому насосу»
 9. Линия «К концентрирующему насосу»
 10. Выходная линия промывки насосов
 11. Входная линия промывки насосов
 12. Разделительная хроматографическая колонка
 13. Кран 2
 14. Концентрирующая колонка
 15. Подавитель фоновой электропроводности АМП 01*
 16. Кран 1
 17. Дозатор петлевой
 18. Емкость для промывного раствора насосов
 19. Емкость для образца**
 20. Емкость для подвижной фазы
 21. Емкость для слива
- * Устанавливается только при анализе анионов
** Используется при концентрировании

2.2. Внешний вид модуля

2.2.1. Вид модуля спереди

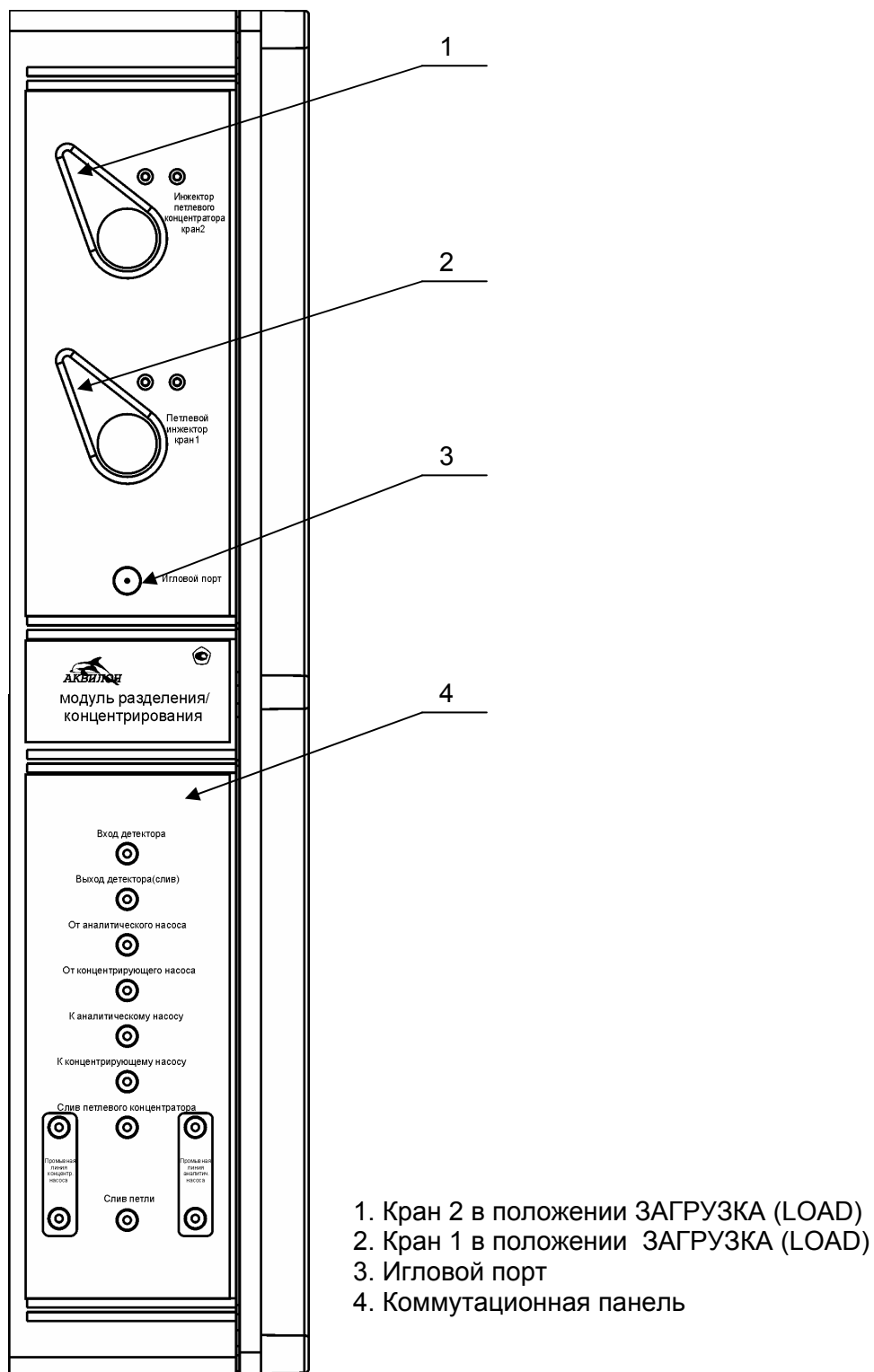


Рис. 2 Вид модуля спереди

2.2.2. Вид модуля сбоку

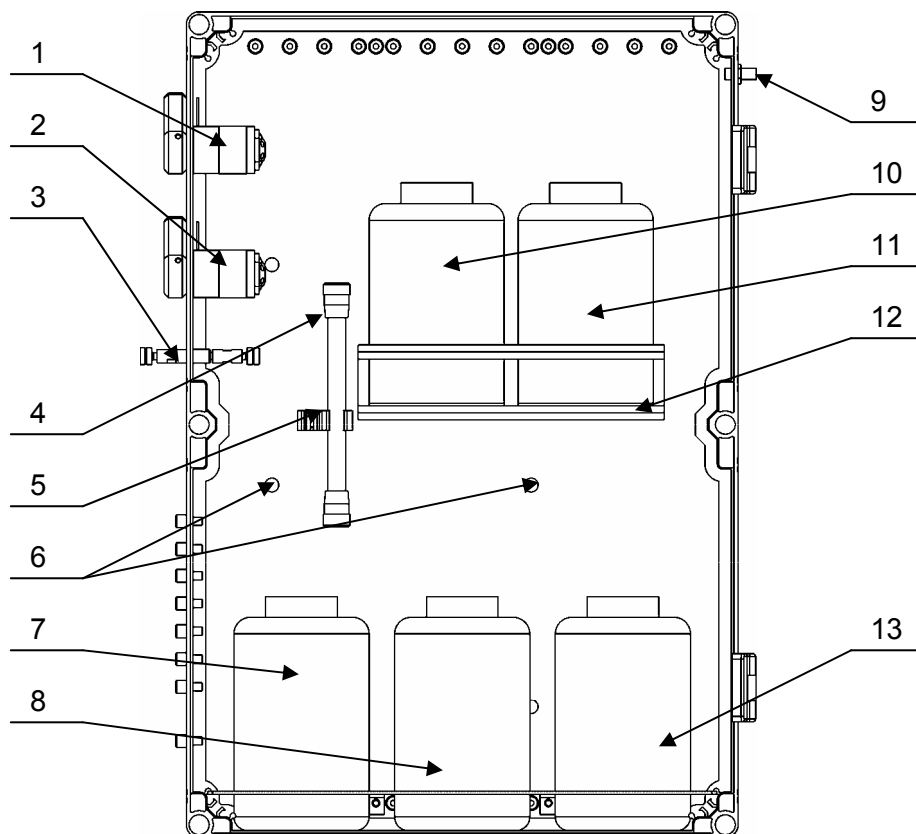


Рис. 3. Вид модуля сбоку*

1. Кран 2
2. Кран 1
3. Иглового порт
4. Колонка (разделительная)
5. Штатив для крепления колонок
6. Отверстия для крепления модуля к насосам и детектору (6 шт.)
7. Подавитель фоновой электропроводности АМП 01
8. Емкость промывочного раствора для насосов
9. Разъем синхронизатора старта
10. Емкость для образца
11. Емкость для подвижной фазы
12. Штатив для емкостей
13. Емкость для слива подвижной фазы

* Не показаны гидравлические соединения, дозатор петлевой, колонка концентрирующая, крышка модуля открыта

Внимание! Не используйте емкость для слива подвижной фазы как емкость для слива активных проб. Удаляйте сразу после концентрирования или ввода слив активного образца. Рекомендуется использовать для слива активных образцов отдельную емкость, вынесенную за пределы модуля.

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1. Технические характеристики модуля.

	Характеристика	Значение
1	Количество одновременно устанавливаемых емкостей, шт.	до 5
2	Количество устанавливаемых колонок 250 * 4,6мм, шт.	до 2
3	Материал гидравлического тракта	PEEK, PTFE, Vespel, PP
4	Тип используемых кранов (инжекторов)	Rheodyne 9740-001
5	Количество используемых кранов, шт	2
6	Разъем синхронизации инъекции	RCA-f
7	Материал корпуса	Ударопрочный полистирол, алюминий
8	Габаритные размеры, (высота, глубина, ширина), мм	600 x 450 x 130
9	Масса, кг, не более	6

4. КОМПЛЕКТАЦИЯ

Таблица 2. Комплектация модуля.

1	Модуль разделения/концентрирования в сборе	1 шт.
2	Кран (инжектор) 9740-001 в сборе с герконом, установлен в модуле	2 шт.
3	Игловой порт, установлен в модуле	1 шт.
4	Винты крепления к хроматографу	6 шт.
5	Руководство по эксплуатации 4215 003.20-81696414-РЭ	1 шт.
6	Упаковка	1 комп.

В состав модуля не входят емкости и капилляры, эти элементы входят в состав стартового набора для хроматографа «Стайер – А».

подавитель фоновой электропроводности АМП 01 в комплект не входит.

Колонка, концентрирующая колонка и петлевой дозатор в комплект не входят.

5. УСТАНОВКА

Установите модуль горизонтально на физический или химический лабораторный стол и привинтите с помощью шести винтов к стойке, состоящей из аналитического, концентрирующего насосов и кондуктометра. Допускается установка всего хроматографа в вытяжной шкаф в отсутствии паров агрессивных жидкостей (растворов кислот, аммиака и т.д.).

После установки соберите гидравлические и электрические соединения. Соедините разъем синхронизации на задней панели соответствующим кабелем (см. приложение 1). При замене и установке линий используйте гидравлическую схему рис. 1. и таб. 3. где указаны диаметры и материал капилляров. Установите колонку, петлевой дозатор и концентрирующую колонку.

Таблица 3. Перечень капилляров, используемых при сборке модуля.

	Место установки	Материал	Маркировка/диаметры
1	От емкости с подвижной фазой к аналитическому насосу	PTFE	1/8" OD X 2,40мм ID*
2	От емкости с образцом к концентрирующему насосу	PTFE	1/8" OD X 2,40мм ID*
3	От и к емкости с промывочным раствором	PTFE	1/8" OD X 2,40мм ID*
4	От концентрирующего насоса к порту 6 крана 2	PEEK	Оранжевая полоса 1/16" OD X 0,5мм ID
5	От аналитического насоса к порту 2 крана 1	PEEK	Синяя полоса 1/16" OD X 0,25мм ID
6	От подавателя фоновой электропроводности АМП 01 к детектору	PEEK	Синяя полоса 1/16" OD X 0,25мм ID**
7	Сливная линия от детектора	PTFE	1/16" OD X 0,5мм ID
8	Сливная линия от порта 5 крана 1 и крана 2	PTFE	1/16" OD X 0,5мм ID
9	Остальные линии в модуле	PEEK	Синяя полоса 1/16" OD X 0,25мм ID

* Вместо капилляра 1/8" OD X 2,40мм ID допустимо использовать капилляр 1/8" OD X 1,59мм ID.

** Вместо капилляра 1/16" OD X 0,25мм ID допустимо использовать капилляр 1/16" OD X 0,5мм ID.

Расположите необходимые емкости в соответствующих ячейках согласно рис. 3. Установите колонку, петлевой концентратор и петлевой дозатор.

Температура в помещении, где установлен модуль, должна находиться в интервале от +10 до +30 °С. Избегайте попадания прямого солнечного света на модуль, так как это может вызвать нагрев колонок внутри модуля и привести к нестабильности результатов анализа.

6. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

Заполните емкости подвижной фазой, промывным раствором, установите и заполните регенерирующим раствором подаватель АМП 01 (при анализе анионов).

Проведите процедуру заполнения аналитического насоса в соответствии с РЭ насоса.

Проведите процедуру заполнения концентрирующего насоса в соответствии с РЭ насоса, предварительно заполнив емкость для образца деионизованной водой.

Переведите ручки крана 1 и крана 2 в положение «ЗАГРУЗКА».

Модуль подготовлен к работе.

7. ПОРЯДОК РАБОТЫ

Внимание! При работе с петлевым дозатором и концентрирующей колонкой пользуйтесь разными градуировками, т. к. из-за особенностей гидравлического тракта не будет совпадения времен удерживания и полученных концентраций.

7.1. Порядок работы с петлевым дозатором

Для работы с петлевым дозатором переключите кран 2 в положение «ЗАГРУЗКА» (LOAD) и не меняйте этого положения при дальнейшей работе в данном режиме.

Проведите процедуру подготовки хроматографа к работе: включите поток подвижной фазы, дождитесь выхода на рабочий режим. Поверните кран 1 в положение «ЗАГРУЗКА» (LOAD). Заполнить петлю возможно двумя способами, описанными ниже.

1. Способ заполнения петли нагнетанием.

Наберите образец в шприц, вставьте шприц в игловой порт, заполните петлевой дозатор, нажав на плунжер шприца. Для удаления остатков предыдущего образца заполняйте дозатор не менее чем, 5-кратным объемом пробы. Слив излишков образца происходит через капилляр, обозначенный «Слив петли». Рекомендуется перед заполнением петлевого дозатора промыть его 1 – 2 раза, прокачав полный объем шприца.

2. Способ заполнения петли вакуумированием.

Присоедините к игловому порту шприц с вдвинутым внутрь плунжером. Опустите капилляр обозначенный как «Слив петли» в емкость с образцом. Удерживая одной рукой шприц за корпус, другой создайте разрежение, вытаскивая плунжер на себя, при этом в шприц попадут излишки образца после заполнения петлевого дозатора.

После того как дозатор заполнен, не вынимая шприца из иглового порта, быстрым движением переключите кран 1 из положения «ЗАГРУЗКА» (LOAD) в положение «ВВОД» (INJECT). При этом начнется сбор данных (хроматограмма).

По окончании очередной хроматограммы переведите кран 1 из положения «ВВОД» (INJECT) в положение «ЗАГРУЗКА» (LOAD). Модуль готов к вводу следующего образца.

7.2. Порядок работы с концентрирующей колонкой

Для работы с концентрирующей колонкой (In-Line концентрирование) переключите кран 1 в положение «ЗАГРУЗКА» (LOAD) и не меняйте его положения при дальнейшей работе.

Проведите процедуру подготовки хроматографа к работе, включите поток подвижной фазы на аналитическом насосе, переведите кран 2 в положение «ВВОД» (INJECT), дождитесь выхода на рабочий режим, этого достаточно для промывки всей системы, включая концентрирующую колонку.

Ниже описана процедура проведения анализа.

1. Установите емкость с образцом в соответствующую ячейку (рис. 3 поз.10), навинтите крышку с капилляром на емкость.

2. Прокачайте концентрирующим насосом не менее 10 см³ образца для промывки гидравлических линий насоса и модуля.

3. Остановите концентрирующий насос.
 4. Переведите кран 2 из положения «ВВОД» (INJECT) в положение «ЗАГРУЗКА» (LOAD).
 5. Поместите капилляр, обозначенный как «Слив петлевого концентратора», в мерный цилиндр.
 6. Включите подачу концентрирующего насоса.
 7. В интервал времени между началом концентрирования и его завершением, запустите программу сбора и обработки данных в режиме измерения базовой линии.
 8. Поверните кран 2 из положения «ЗАГРУЗКА» (LOAD) в положение «ВВОД» (INJECT) в тот момент, когда уровень жидкости в мерном цилиндре достиг указанного по методике объема, при этом одновременно начнется сбор данных (хроматограмма).
 9. Остановите концентрирующий насос.
- После получения хроматограммы или параллельно сбору данных перейдите на поз.1 настоящего пункта и начинайте процедуру концентрирования следующего образца.

7.3. Завершение работы.

После получения последней хроматограммы переведите оба крана в положение «ЗАГРУЗКА» (LOAD), остановите аналитический насос, выключите насосы и детектор.

При перерывах в работе более 2 дней проведите процедуру консервации согласно п. 8.2.

8. ОБСЛУЖИВАНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВКА И ХРАНЕНИЕ

8.1. Обслуживание

Модуль относится к разряду обслуживаемых устройств. Обслуживание модуля сводится к замене подвижной фазы по ее окончании или по истечении срока годности, очистке емкости для слива подвижной фазы, а также к обслуживанию таких элементов, как подавитель АМП 01, аналитическая колонка, концентрирующая колонка.

8.2. Консервация

Консервация модуля необходима при длительном хранении или необходимости транспортировки.

Для консервации модуля промойте деионизованной водой колонку и колонку-концентратор и удалите их из модуля. Законсервируйте и удалите из модуля подавитель АМП 01. Установите на место колонок и подавителя соединители нулевого объема и заполните все линии изопропиловым спиртом с помощью насосов. После заполнения оставшийся изопропиловый спирт удалите из емкостей.

8.3. Транспортировка

Для транспортировки модуля отверните шесть крепежных винтов и упакуйте модуль в соответствующую коробку. Демонтируйте и уберите внутрь игловой порт. Транспортировка устройства осуществляется после его консервации согласно п. 8.2. в транспортной упаковке предприятия–производителя или любой другой таре, исключаяющей механическое повреждение прибора.

После консервации модуль можно подвергать воздействию отрицательных температур.

9. ОСНОВНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Таблица 3. Список основных неисправностей модуля и способы их устранения.

Неисправность	Возможная причина		Способ устранения
1. Жидкость внутри модуля	1.1. Негерметичное соединение	1.1.1. Неправильно собранное соединение	1.1.1.1. Разберите и соберите соединение заново, если необходимо, отрежьте с помощью резака (Clean-cut) кончик устанавливаемого капилляра
	1.2. Переполнена сливная емкость для подвижной фазы	1.2.1. Емкость не была вовремя опорожнена	1.2.1.1. Опорожните емкость для слива подвижной фазы.
	1.3. Поврежден подавитель АМП 01	1.3.1. Разрыв ионообменного капилляра	1.3.1.1. Проведите процедуру восстановления герметичности подавателя АМП 01 в соответствии с его РЭ, Тщательно удалите остатки регенерирующего раствора из корпуса модуля, промойте губкой с большим количеством воды.
2. При повороте ручки инжектора не срабатывает синхронизатор старта хроматораммы	2.1. Сигнал не доходит до системы сбора данных	2.1.1. Кабель синхронизации не подключен	2.1.1.1. Проверьте соединение кабеля с модулем и детектором/АЦП
	2.2. Программное обеспечение не воспринимает сигнал синхронизации	2.2.1. Неправильно настроенное программное обеспечение	2.2.1.1. Обратитесь к Руководству пользователя программного обеспечения 2.2.1.2. Обратитесь в сервисную службу
	2.3. Один из кранов находится в положении «ВВОД» (INJECT)	2.3.1. Контакт синхронизатора изначально замкнут	2.3.1.1. Переведите оба крана в положение «ЗАГРУЗКА» (LOAD) (см. п. 7)

Производитель оставляет за собой право вносить незначительные изменения, не влияющие на характеристики модуля разделения/концентрирования.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

При подключении модуля разделения/концентрирования к программе «МультиХром» версии 2.X или «Юнихром» версии 5.X через кондуктометр CD 510 используется кабель тип 9.