

ПОДАВИТЕЛЬ АНИОННЫЙ КАПИЛЛЯРНЫЙ АМП 01

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

4215-003.5.0-81696414-2007 РЭ

2008

СОДЕРЖАНИЕ

1. ВВЕДЕНИЕ	3
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ.....	3
2.1. Принцип работы.....	3
2.2. Внешний вид подавителя	5
2.2.1. Подавитель в собранном состоянии.....	5
2.2.2. Подавитель в транспортном корпусе	6
2.2.3. Внутреннее устройство подавителя.	7
3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ.....	8
4. КОМПЛЕКТАЦИЯ	8
5. УСТАНОВКА И ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ	9
5.1. Условия окружающей среды	9
6. ПОРЯДОК РАБОТЫ	9
7. ОБСЛУЖИВАНИЕ	10
7.1. Замена регенерирующего раствора	10
7.2. Промывка ионообменного капилляра.....	10
7.3. Консервация и транспортировка.....	10
8. ОСНОВНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	11
Приложение 1.....	12

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство предназначено для персонала лабораторий при использовании анионного капиллярного подавителя АМП 01 (далее подавитель). Руководство содержит описание действий по обслуживанию, правила эксплуатации, хранения и транспортировки устройства.

Подавитель предназначен для снижения электропроводности элюента при реализации двухколоночного варианта ионной хроматографии. Подавитель заменяет подавительную катионообменную колонку и может использоваться в составе любых ионных хроматографических систем для анализа анионов.

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

Настоящее руководство по эксплуатации распространяется на подавитель, выпускаемый по ТУ 4215-003.5.0-81696414-2007 РЭ.

2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

2.1. Принцип работы

Принцип действия подавителя основан на непрерывном удалении катионов натрия из подвижной фазы, протекающей через специальный капилляр, обладающий селективной ионной проводимостью. Через стенку капилляра происходит процесс ионного обмена с регенерирующим раствором. Катионы натрия переносятся в регенерирующий раствор, на их место поступают сольватированные ионы водорода с образованием слабо диссоциирующего соединения, что приводит к резкому снижению электропроводности элюента. Малый «мертвый» объем подавителя (менее 150 мм³) по сравнению с объемом стандартной подавительной колонки (около 1500 мм³) существенно уменьшает размывание пиков анализируемых анионов и приводит к росту чувствительности анализа. Для повышения эффективности обмена, снижения «мертвого» объема и обеспечения оптимальной линейной скорости элюента капилляр заполнен сферическим сорбентом – катионообменником большой обменной емкости. Действующей силой ионного обмена является разница между концентрациями ионов натрия в подвижной фазе и сольватированных ионов водорода в регенерирующем растворе.

Химический процесс, происходящий в подавителе, описан следующей схемой.



A_0 – анализируемый анион;

A_1 – анион сильной кислоты во внешнем пространстве (регенерирующий раствор);

A_2 – анион слабой кислоты (элюирующий) подвижной фазы.

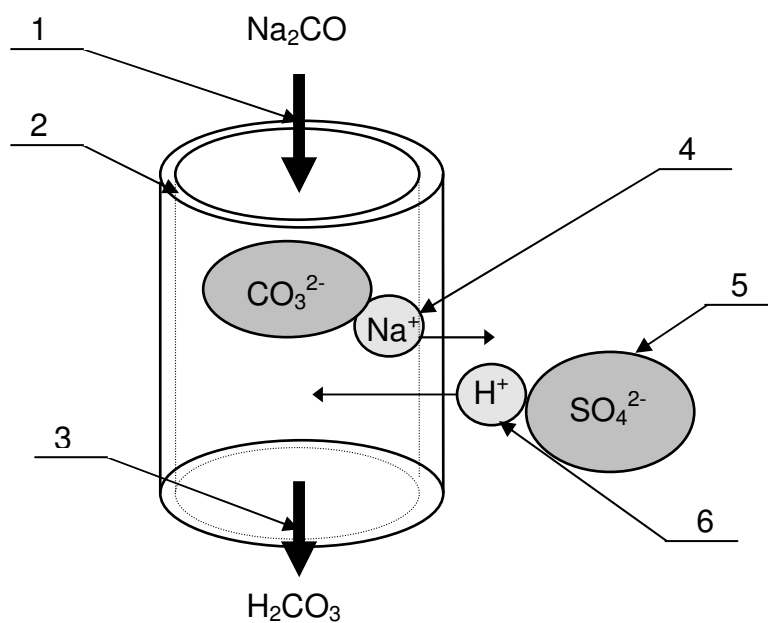


Рис. 2. Схема работы подавителя с карбонатным буфером.

1. Подвижная фаза (элюент) на входе, водный раствор карбоната натрия.
2. Ионообменный капилляр в разрезе.
3. Подвижная фаза (элюент) на выходе, водный раствор угольной кислоты.
4. Миграция иона натрия из подвижной фазы через катионообменную мембрану в регенерирующий раствор с образованием сульфата натрия.
5. Регенерирующий раствор сильной кислоты (серной).
6. Миграция иона водорода из регенерирующего раствора через катионообменную мембрану в подвижную фазу, где и образуется угольная кислота.

2.2. Внешний вид подавителя

2.2.1. Подавитель в собранном состоянии

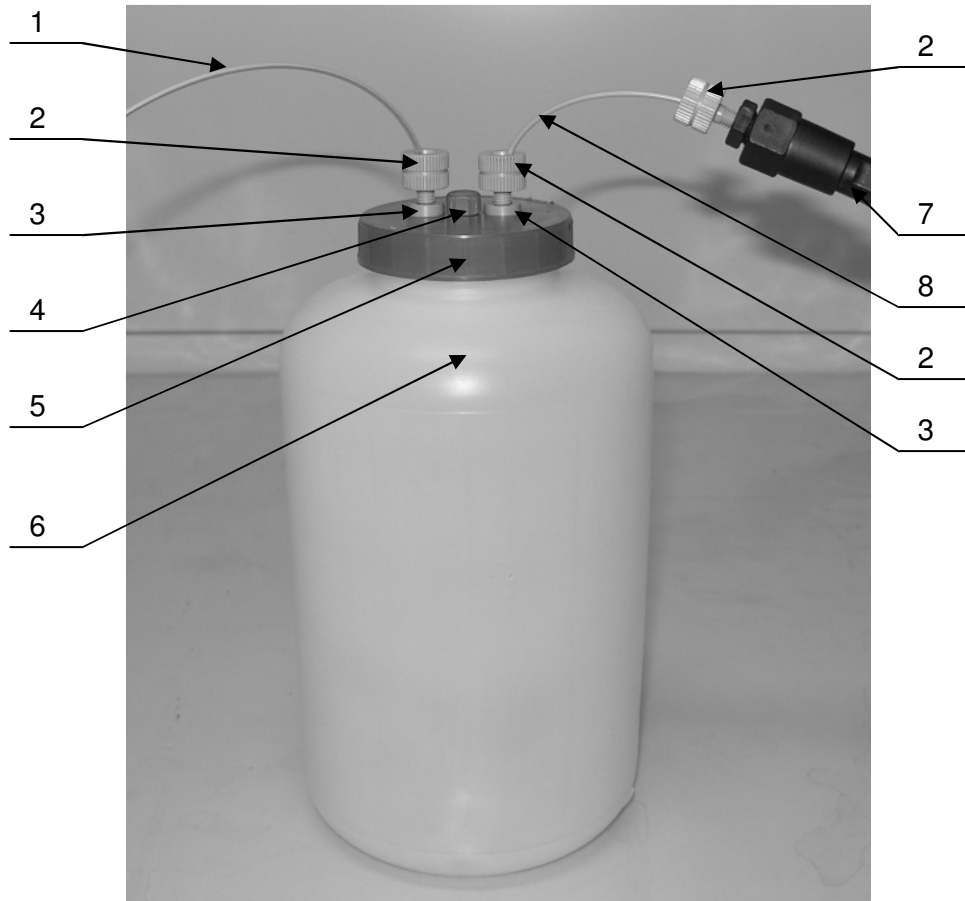


Рис. 2. Подавитель в рабочем состоянии.

1. Капилляр от подавителя к детектору.
2. Винт-феррула для присоединения капилляра.
3. Фитинг подавителя под резьбу 10-32.
4. Крепежный винт держателя ионообменного капилляра подавителя.
5. Крышка для установки подавителя в емкость с регенерирующим раствором.
6. Полипропиленовая емкость для регенерирующего раствора.
7. Хроматографическая колонка.
8. Капилляр от колонки к подавителю.

2.2.2. Подавитель в транспортном корпусе

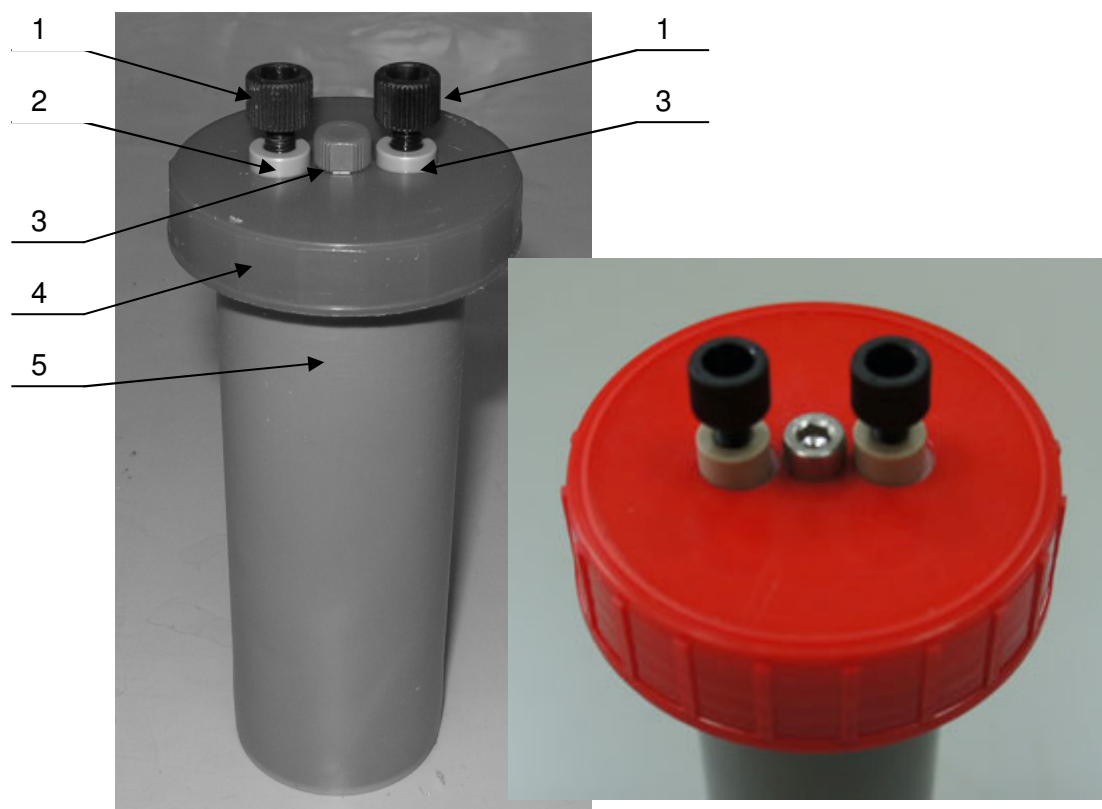


Рис. 3. Подавитель в транспортном корпусе.

1. Заглушка.
2. Фитинг подавителя под резьбу 10-32.
3. Крепежный винт держателя ионообменного капилляра подавителя.
4. Крышка для установки подавителя в емкость с регенерирующим раствором.
5. Транспортный корпус подавителя.

2.2.3. Внутреннее устройство подавителя

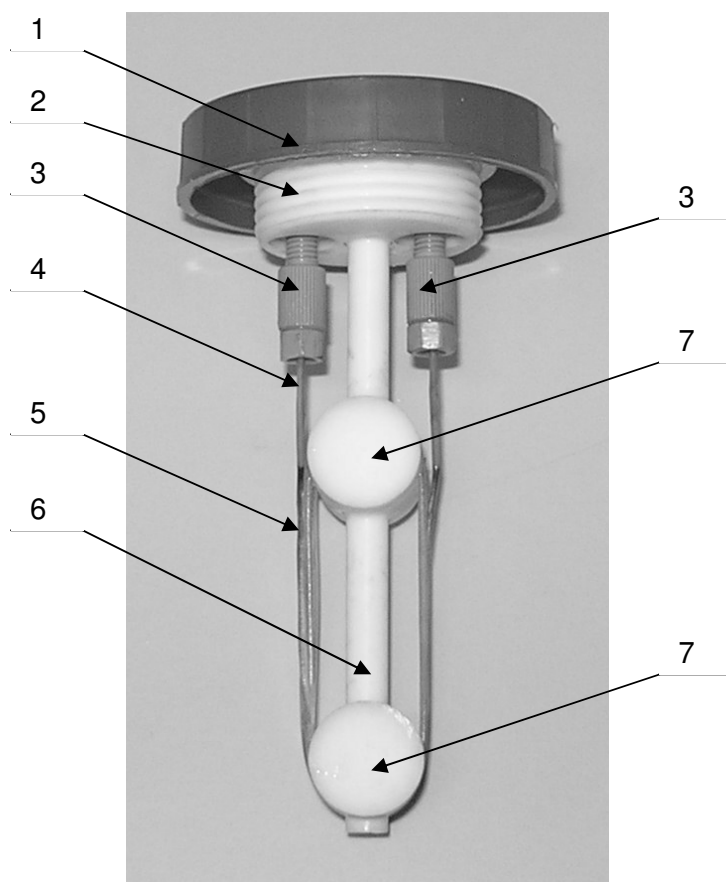


Рис. 4. Внутреннее устройство подавителя.

1. Крышка для установки подавителя в емкость с регенерирующим раствором.
2. Крышка для установки подавителя в транспортный корпус.
3. Винт-феррула для крепления ионообменного капилляра.
4. Ионообменный капилляр со вставленным отрезком капилляра PEEK.
5. Ионообменный капилляр со сферической смолой внутри.
6. Штатив для крепления ионообменного капилляра.
7. Держатели для ионообменного капилляра.

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1. Технические характеристики подавителя

	Характеристика	Значение
1	Суммарный «мертвый» объем не более, мм ³	150
2	Длина ионообменного капилляра, см	≈ 110
3	Регенерирующий раствор, концентрация и состав	0,05-0,1М H ₂ SO ₄
4	Диапазон рабочих расходов элюента, см ³ /мин	0,5 – 2,2
5	Оптимальный расход элюента, см ³ /мин	1,2 – 2,0
6	Максимальное рабочее давление, бар	4
7	Удельная электропроводность стандартного карбонат/бикарбонатного элюента (1,7 ммоль NaHCO ₃ /1,8 ммоль Na ₂ CO ₃) после подавления, мкСм/см, не более	40
8	Объем прокачиваемого стандартного карбонат/бикарбонатного элюента до смены регенерирующего раствора при объеме регенерирующего раствора 1000 см ³ и концентрации 0,1М H ₂ SO ₄ , л, не менее	5
9	Объем емкости регенерирующего раствора, см ³	750, 1000 или 200*
10	Максимальное обратное рабочее давление, бар	4
11	Габаритные размеры, (высота, диаметр), мм	190x100**
12	Масса с консервирующим раствором, кг, не более	0,35

* Емкость на 200 см³ используется при установке подавителя в портативный ионный хроматограф.

** При использовании литровой емкости для регенерирующего раствора.

4. КОМПЛЕКТАЦИЯ

Таблица 2. Комплектация подавителя

1	Ионообменный элемент в сборе	1
2	Транспортный корпус	1
3	Емкость для регенерирующего раствора*	1
4	Заглушки (установлены на подавителе)	2
5	Руководство по эксплуатации 4215 003/19-81696414-2007 РЭ.	1
6	Упаковка	1

* При поставке подавителя на замену в комплект не входит емкость для регенерирующего раствора.

5. УСТАНОВКА И ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

Подавитель поставляется в транспортном корпусе для предотвращения высыхания рабочего элемента.

Внимание! Не допускайте высыхания рабочего элемента, т. к. это может привести к выходу его из строя.

Для установки подавителя:

1. Выверните подавитель из пустой емкости для регенерирующего раствора.
2. Отверните транспортный корпус.
3. Аккуратно извлеките капилляр (рабочий элемент) с держателем капилляра из транспортного корпуса.
4. Ополосните снаружи ионообменный капилляр дистиллированной водой.
5. Заверните крышку с держателем обратно в емкость, предварительно заполненную регенерирующим раствором (см. таблицу 1). При этом ионообменный капилляр должен полностью быть погружен в регенерирующий раствор.

Подавитель устанавливают на горизонтальной поверхности так, чтобы до минимума свести длину соединительных капилляров при соединении устройства с аналитической колонкой и детектором (см. рис. 2).

При первом подсоединении подавителя к хроматографу направление потока подвижной фазы значения не имеет, однако в дальнейшем следует придерживаться того же направления, указав на крышке подавителя маркером направление потока.

Внимание! Перед работой убедитесь, что гидравлическое сопротивление детектора и сливных коммуникаций не превышает 4 бар на рабочем расходе элюента.

При анализе анионов с концентрациями на уровне 0,2–0,5 мг/л рекомендуемая концентрация регенерирующего раствора 0,02–0,05 М.

При анализе проб с более низкими концентрациями анионов рекомендуется снижать концентрацию регенерирующего раствора до 0,01–0,02 М.

Для эффективного подавления фоновой электропроводности при скоростях элюирования менее 1 см³/мин концентрация регенерирующего раствора должна составлять 0,01–0,02 М.

5.1. Условия окружающей среды

Температура в помещении, где установлен подавитель, должна находиться в интервале от +10 до +30 °С. Избегайте попадания прямого солнечного света на подавитель и изменения температуры при работе более чем на 2–3 °С, т.к. при нагреве или охлаждении меняется глубина подавления и на детекторе наблюдается дрейф базовой линии.

6. ПОРЯДОК РАБОТЫ

После включения подачи подвижной фазы подавитель и хроматограф в целом приходит в динамическое равновесие в течение приблизительно 15–30 минут. Подавитель не требует внимания к себе при работе хроматографа.

7. ОБСЛУЖИВАНИЕ

Подавитель относится к разряду обслуживаемых устройств.

7.1. Замена регенерирующего раствора

Замена регенерирующего раствора производится после прокачки определенного объема подвижной фазы через подавитель (см. таблицу 1) или в случае непрекращающегося дрейфа в сторону увеличения значения фоновой электропроводности элюента (значения электронной компенсации базовой линии по показаниям детектора).

7.2. Промывка ионообменного капилляра

При длительной эксплуатации возможно ухудшение работы подавителя из-за сорбции органических соединений и ионов тяжелых металлов на поверхности рабочего элемента устройства. Ухудшение выражается в увеличении дрейфа и шума базовой линии. В этом случае необходимо произвести отмывку рабочего элемента подавителя. Для этого:

1. В пластиковый шприц наберите 10 см³ 0,5 М серной кислоты.
2. Отсоедините подавитель от колонки, ввинтите шприц во входной порт подавителя и прокачайте через него 5 см³ 0,5 М серной кислоты с небольшим (не более 1.5 см³/мин) расходом.
3. Оставьте подавитель в таком состоянии на 15 минут.
4. Продавите через подавитель оставшуюся кислоту с тем же расходом.
5. Заполните шприц деионизованной водой и, навинтив на входной фитинг подавителя, прокачайте 5 см³ воды.

После промывки установите подавитель в гидравлическую линию хроматографа.

7.3. Консервация и транспортировка

Консервация подавителя необходима при перерывах в работе более 10 дней.

Для консервации подавителя необходимо произвести следующие действия:

1. Отсоедините подавитель от колонки и детектора.
2. Извлеките подавитель из емкости с регенерирующим раствором.
3. Поместите подавитель в транспортный корпус, предварительно заполненный дистиллированной или деионизованной водой.
4. Заполните шприц дистиллированной водой и, навинтив на входной фитинг подавителя, прокачайте 5 см³ воды.
5. Завинтите заглушками оба фитинга подавителя.

Настоятельно рекомендуется для длительного хранения поместить подавитель в холодильник при температуре примерно +4 °С.

Внимание! Не допускайте замораживания рабочего элемента устройства!

Внимание! Не допускайте высыхания рабочего элемента устройства – ионообменного капилляра подавителя, т.к. это может привести к неработоспособности изделия в целом.

Транспортировка устройства осуществляется после его консервации в транспортной упаковке предприятия–производителя, исключающей механическое повреждение изделия. Подавитель может перевозиться железнодорожным или автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах или авиационным транспортом в отапливаемых герметизированных отсеках.

Внимание! При транспортировке и хранении подавителя не допускайте замораживания устройства.

8. ОСНОВНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Таблица 3. Основные неисправности подавителя и способы их устранения

Неисправность	Возможная причина		Способ устранения
1. Величина компенсации слишком высокая (более 1800 при работе с кондуктометром CD 510)	1.1. Регенерирующий раствор не работает	1.1.1. Концентрация серной кислоты в регенерирующем растворе не оптимальная	1.1.1.1. Приготовьте регенерирующий раствор с правильной концентрацией серной кислоты
		1.1.2. Регенерирующий раствор отработал свой ресурс	1.1.2.1. Замените регенерирующий раствор
		1.1.3. Регенерирующий раствор приготовлен на грязной (содержащей катионы) воде или с использованием серной кислоты ненадлежащей квалификации	1.1.3.1. Приготовьте раствор заново, заменив воду и/или кислоту
	1.2. Не работает ионообменная мембрана	1.2.1. Мембрана загрязнена	1.2.1.1. Проведите процедуру промывки ионообменного капилляра (см. пункт 7.2)
		1.2.2. Мембрана выработала свой ресурс или была высушена	1.2.2.1. Замените подавитель
2. Постоянный дрейф базовой линии	2.1. Ресурс регенерирующего раствора близок к завершению	2.1.1. Регенерирующий раствор насыщен ионами натрия и скорость реакции обмена снижена	2.1.1.1. Отказом не является, замените регенерирующий раствор
	2.2. Возникновение застойных зон в регенерирующем растворе	2.2.1. Низкая скорость диффузии ионов в объеме регенерирующего раствора	2.2.1.1. Установите подавитель на магнитную мешалку, опустив мешалку в емкость с регенерирующим раствором, скорость вращения отрегулируйте таким образом, чтобы не допустить образования воронки
	2.3. Нагрев или охлаждение регенерирующего раствора	2.3.1. Изменение скорости реакции ионного обмена	2.3.1.1. Стабилизируйте температуру регенерирующего раствора согласно пункту 5.1.
3. Растет уровень регенерирующего раствора	3.1. Подавитель порван	3.1.1. Слишком высокое давление в ячейке кондуктометра	3.1.1.1. Восстановите подавитель, см. приложение 1, используйте для слива капилляр с внутренним диаметром не менее 0,5 мм
			3.1.1.2. Восстановите подавитель, см. приложение 1, при дальнейшей работе не коммутируйте общий слив после детектора с каким-либо другим сливом
			3.1.1.3. Восстановите подавитель (см. приложение 1), уменьшите скорость подвижной фазы
		3.1.2. Механически забился капилляр подавителя	3.1.2.1. Восстановите подавитель (см. приложение 1), поменяйте направление потока подвижной фазы
		3.1.2.2. Обратитесь в сервисную службу	
	3.2. Мембрана выработала свой ресурс	3.2.1. Материал мембраны стал хрупким и покрыт микротрещинами	3.2.1.1. Замените подавитель
4. Подавитель постоянно рвется	4.1. Не устранены проблемы по п. 3.1. настоящей таблицы	4.1.1. См. п. 3.1.1. – 3.1.2	4.1.1.1. Обратитесь в сервисную службу
	4.2. Мембрана выработала свой ресурс	4.2.1. Материал мембраны стал хрупким и покрыт микротрещинами	4.2.1.1. Замените подавитель

Производитель оставляет за собой право вносить незначительные изменения, не влияющие на характеристики подавителя.

Приложение 1

Процедура восстановления герметичности ионообменного капилляра подавителя

Наиболее слабым местом подавителя является место соединения ионообменного капилляра и входного фитинга.

При обнаружении течи в месте данного соединения следует произвести следующие действия:

1. Выверните винт-феррулу для крепления ионообменного капилляра со стороны течи.
2. Снимите жесткий капилляр с ионообменного подавителя.
3. Укоротите на 5–7 мм ионообменный капилляр при помощи резака.
4. Поместите конец ионообменного капилляра в раствор, содержащий смесь ацетона и изопропанола 1:1 на 3–5 мин.
5. Завернув шприц в противоположный отвинченному фитинг, вакуумированием заполните внутренний объем капилляра тем же раствором и оставьте капилляр в заполненном состоянии на 3–5 мин.
6. После набухания капилляра вытащите его из раствора, прокачайте шприцем воздух и вытряхните легкими щелчками по капилляру смолу из конца капилляра на 2–3 см.
7. Повторите действия 4 и 5 и аккуратно вставьте жесткий капилляр внутрь ионообменного капилляра (рекомендуется производить процедуру в погруженном состоянии в раствор, содержащий смесь ацетона и изопропанола 1:1).
8. После того, как жесткий капилляр установлен в ионообменный, обрежьте капилляры так, чтобы торцы ионообменного и жесткого капилляра совпадали.
10. Вставьте капилляр в винт-феррулу для крепления ионообменного капилляра и аккуратно обожмите соединение, заворачивая винт-феррулу.

В случае течи из-под винт-феррулы, винт следует повернуть на $\frac{1}{4}$ оборота.

После этого проверьте герметичность соединения, запустив поток подвижной фазы через подавитель.