



Лабораторное и аналитическое оборудование

Тел./факс (495) 925-72 20(21)

akvilon@akvilon.su

<http://www.akvilon.su>

ХРОМАТОГРАФ ЖИДКОСТНЫЙ «СТАЙЕР М»

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

4215-032-81696414 РЭ

2012 г.

Оглавление

2. ВВЕДЕНИЕ	3
3. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ	3
3.1. Некоторые особенности хроматографов «Стайер М»	4
3.2. Схема подключения блоков хроматографа	7
3.3. Устройство и назначение хроматографа «Стайер М» с изократическим режимом элюирования	8
3.4. Устройство и назначение хроматографа «Стайер М» с градиентным режимом элюирования	9
3.5. Устройство и назначение хроматографа «Стайер М» в ионной комплектации	10
4. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	12
5. КОМПЛЕКТАЦИЯ	12
6. УСТАНОВКА	12
6.1. Распаковка и внешний осмотр	12
6.2. Расположение хроматографа в лаборатории	13
6.3. Сборка хроматографа	13
6.4. Настройка программного обеспечения	13
6.5. Требования к сетевому питанию	14
6.6. Условия окружающей среды	14
7. ПОДГОТОВКА ХРОМАТОГРАФА К РАБОТЕ	14
7.1. Требования к приготовлению подвижных фаз	14
7.2. Включение хроматографа	15
7.3. Заполнение гидравлических линий хроматографа	15
7.4. Критерии выхода хроматографа на рабочий режим	15
8. ПОРЯДОК РАБОТЫ	16
8.1. Получение хроматограммы	16
8.2. Завершение работы	16
9. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА	17
9.1. Техническое обслуживание	17
9.2. Консервация хроматографа	17
9.3. Транспортировка хроматографа	18
10. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	18
Приложение 1	21
Приложение 2	22
Приложение 3	23
Приложение 4	24

2. ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство по эксплуатации распространяется на Хроматографы жидкостные «Стайер М» (далее по тексту настоящего документа – хроматограф(ы)), выпускаемые по ТУ 4215-032-81696414-12, которые используются для качественного и количественного анализа содержания широкого спектра неорганических и органических веществ в различных объектах.

Хроматографы предназначены для оснащения испытательных лабораторий, осуществляющих контроль безопасности и качества продукции и сырья, контроль и мониторинг объектов окружающей среды. Хроматографы могут использоваться на предприятиях различных отраслей промышленности, в экспертных и научно-исследовательских лабораториях.

К работе с хроматографом допускается обслуживающий персонал, имеющий среднее специальное или высшее образование, изучивший техническую документацию, правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, правила обеспечения электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019 и правила по организации безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

3. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

Принцип действия хроматографа основан на разделении анализируемой пробы в хроматографической колонке (в изократическом или градиентном режимах элюирования) и последующем измерении содержания компонентов пробы различными детекторами:

- спектрофотометрическим,
- диодноматричным,
- кондуктометрическим,
- флуориметрическим,
- рефрактометрическим,
- амперометрическим,
- низкотемпературным испарительным детектором светорассеяния,
- массдетектором

или иным детектирующим устройством, предназначенным для работы с ВЭЖХ (HPLC).

Конструктивно хроматографы состоят из детектора(ов); насоса(ов) высокого давления; системы ввода образца; элементов разделения (защитной, аналитической (аналитических) колонки(ок), и системы сбора, обработки и хранения хроматографических данных.

В состав хроматографа, в зависимости от специфики решаемых аналитических задач, могут входить также дополнительные устройства:

- термостат колонок,
- дегазатор,
- система постколоночной дериватизации,
- генераторы элюента для ионной хроматографии,
- миксер,
- подаватель фоновой электропроводности элюента,
- система экономии растворителя,
- система концентрирования образца.

а также другие устройства.

Хроматограф «Стайер М» как единый аппаратный комплекс может быть подключён к персональному компьютеру по интерфейсу RS-232. Управление режимами хроматографа и обработка данных осуществляются с персонального компьютера при помощи соответствующего программного обеспечения, например программно-аппаратного комплекса «МультиХром™ для Windows®» (далее МультиХром), а также другого программного обеспечения, поддерживающего протокол обмена с хроматографом «Стайер М». Многие детекторы хроматографов имеют также аналоговые выходы на самописец или интегратор для сбора и регистрации хроматографических данных.

3.1. Некоторые особенности хроматографов «Стайер М».

Корпуса

Хроматографы «Стайер М» оснащены корпусами, с одной стороны, легко монтирующимися в стандартную хроматографическую стойку, а с другой - удобными для использования в качестве отдельного блока. Эргономичная конструкция предполагает оптимизацию структуры хроматографа под задачи конкретного пользователя.

Передние и задние панели корпусов отлиты из химически и механически стойкого пластика РВТ, армированного стекловолокном и способного выдержать длительную работу в условиях химической лаборатории. Дверцы отлиты из РММА (полиметилметакрилат). Несущие элементы конструкции изготовлены из алюминия методом высокотемпературной экструзии и обработаны по методу твёрдого анодирования.

Насосы для ВЭЖХ.

Огромное разнообразие аналитических задач, решаемых методом высокоэффективной жидкостной хроматографии диктует необходимость поддержания в производственной номенклатуре разных систем подачи элюента.

Сегодня мы производим изократические одно - и двухголовочные насосы как в металлическом (SS 316), так и неметаллическом (PEEK) исполнении, рассчитанные на различные диапазоны расходов.

Некоторые модели насосов снабжены интеллектуальной микропроцессорной системой снижения пульсаций расхода и встроенными дегазаторами элюента.

Номенклатура выпускаемых насосов позволяет оптимально подобрать систему подачи элюента для решения практически любой аналитической задачи.

Детекторы

Набор доступных для установки в системы детекторов, в значительной степени определяет аналитические возможности жидкостных хроматографов.

В комплектацию хроматографов «Стайер М» может входить широкий набор детекторов собственного производства и оптимизированные для работы с нашей системой детекторы отечественных и зарубежных партнёров.

Термостаты колонок

Для линейки «Стайер М» разработаны моноблочные термостаты колонок с реальной точностью поддержания температуры не хуже 0,1 °С. Конструкцией термостата предусмотрен не только нагрев, но и принудительное охлаждение колонок с высокой скоростью. Корпус термостата не нагревается в процессе работы, что обеспечивает комфортные условия работы персонала и окружающего оборудования.

Блоки подготовки элюента

Подавители фоновой электропроводности элюента

Химические и электрохимические подавители фоновой электропроводности элюентов для ионной хроматографии обеспечивают кардинальное повышение чувствительности метода. Бюджетный химический подавитель показывает хорошие результаты при разделении анионов, однако требует регулярной смены раствора подавления. Напротив, электрохимический подавитель даёт возможность определять анионы в минимальных концентрациях, при этом специальный конструктив сменных картриджей обеспечивает долгое время их работы.

Генераторы элюента

Проточный генератор элюента для ионной хроматографии избавляет пользователей от приготовления точных растворов оснований. Элюент генерируется из чистой воды on line на стороне высокого давления электрохимическим методом, что позволяет не только повысить стабильность и воспроизводимость результатов анализа, но и использовать градиентные методики.

Системы автоматизированного ввода образца (автосамплеры)

Мы продолжаем комплектовать наши системы автосамплерами компании Spark, прекрасно зарекомендовавшими себя за многие годы нашего сотрудничества.

Блок управления потоками и концентрированием (Модуль ввода)

Применение программноуправляемого модуля ввода позволяет резко увеличить чувствительность практически любого хроматографического метода за счёт концентрирования большего объёма пробы. При этом аналиты накапливаются в специальной концентрирующей колонке, из которой, при переключении кранов, вымываются элюентом с минимальным уширением хроматографического пика.

Возможность работы в широком диапазоне напряжений питания и с проблемами заземления.

Для обеспечения работы наших приборов в самых суровых условиях мы применили специальные блоки питания, стабильно работающие в самом широком диапазоне напряжений в сети (от 110 до 250 В) и выдерживающие достаточно серьёзные скачки напряжения.

Специально принятые меры при разработке электронных схем позволяют нашим приборам работать с минимальными ухудшениями характеристик даже в сетях с плохим или отсутствующим заземлением.

Самотестирование системы при включении и протокол самотестирования

При каждом включении прибора автоматически и невидимо для пользователя запускается процедура самотестирования каждого блока, на основании которой формируется протокол тестирования. Полученный протокол содержит не только видимые пользователю в меню прибора данные теста, но и «глубинные» процессы, происходящие в каждом блоке на уровне внутреннего программного обеспечения. Этот протокол в виде файла может быть отправлен в сервисную службу при помощи электронной почты и обработан специализированными сервисными программами.

Такое «дистанционное» тестирование в ряде случаев позволяет оперативно разобраться в возникшей проблеме и выдать соответствующие рекомендации без приезда сервисного инженера.

Автоматический контроль возможных ошибок оператора и предотвращение последствий.

Контроль случайных ошибок оператора и предотвращение их последствий заложен в алгоритмы работы приборов многими производителями аналитического оборудования. Обычно эти функции выполняет управляющее компьютерное программное обеспечение.

Особенностью линейки Стайер-М является возможность встроенного программного обеспечения отслеживать производимые над прибором действия, что позволяет избегать поломок при случайных ошибках оператора даже при отключённом или отсутствующем компьютерном управлении.

Возможность дистанционной перепрошивки внутреннего программного обеспечения блоков.

В современном высокотехнологичном мире пользовательские, технические, а порой и метрологические характеристики приборов во многом зависят от уровня внутреннего программного обеспечения устройств. Программное обеспечение быстро меняется, развивается, отрабатываются новые механизмы управления, коммуникации между устройствами, обработки данных и многое другое, что конечный пользователь иногда не видит, но что в конечном итоге влияет на функциональность и характеристики систем в целом. Наши программисты постоянно работают над усовершенствованием встроенных программ и исправлением неизбежных ошибок.

Проектируя новую линейку, мы заложили возможность обновления встроенного программного обеспечения.

В комплект поставки любого хроматографа входит специализированное компьютерное программное обеспечение «Aquilon Control Center», пользователи могут самостоятельно обновлять имеющиеся и устанавливать новые версии встроенных программ.

Самоконфигурирование системы

Все блоки хроматографа Стайер М связываются между собой при помощи шины «Aquilon BUS», построенной на основе современного промышленного протокола CAN, все блоки «знают» о существовании друг друга и «понимают» процессы, происходящие в соседних блоках. Таким образом, подключение любого следующего блока сводится к его физической установке в систему и подключению к любому из уже находящихся в приборе блоков соединителем шины.

Подключение хроматографа к компьютеру происходит по шине RS-232C, причём подключиться можно к любому из установленных в систему блоков.

Конфигурация системы и параметры работы блоков автоматически передаются в компьютерное программное обеспечение.

Возможности по расширению и модернизации систем

Построенный по блочно-модульному принципу «Стайер М» предполагает возможность лёгкой модернизации и расширения комплектации прибора с расширением или изменением перечня решаемых аналитических задач.

Использование механизмов самоконфигурирования и специальный конструктив прибора позволяют интегрировать новые модули и изменять систему даже пользователям со средней квалификацией.

3.2. Схема подключения блоков хроматографа.

Общая схема подключения блоков приведена на рисунке 1

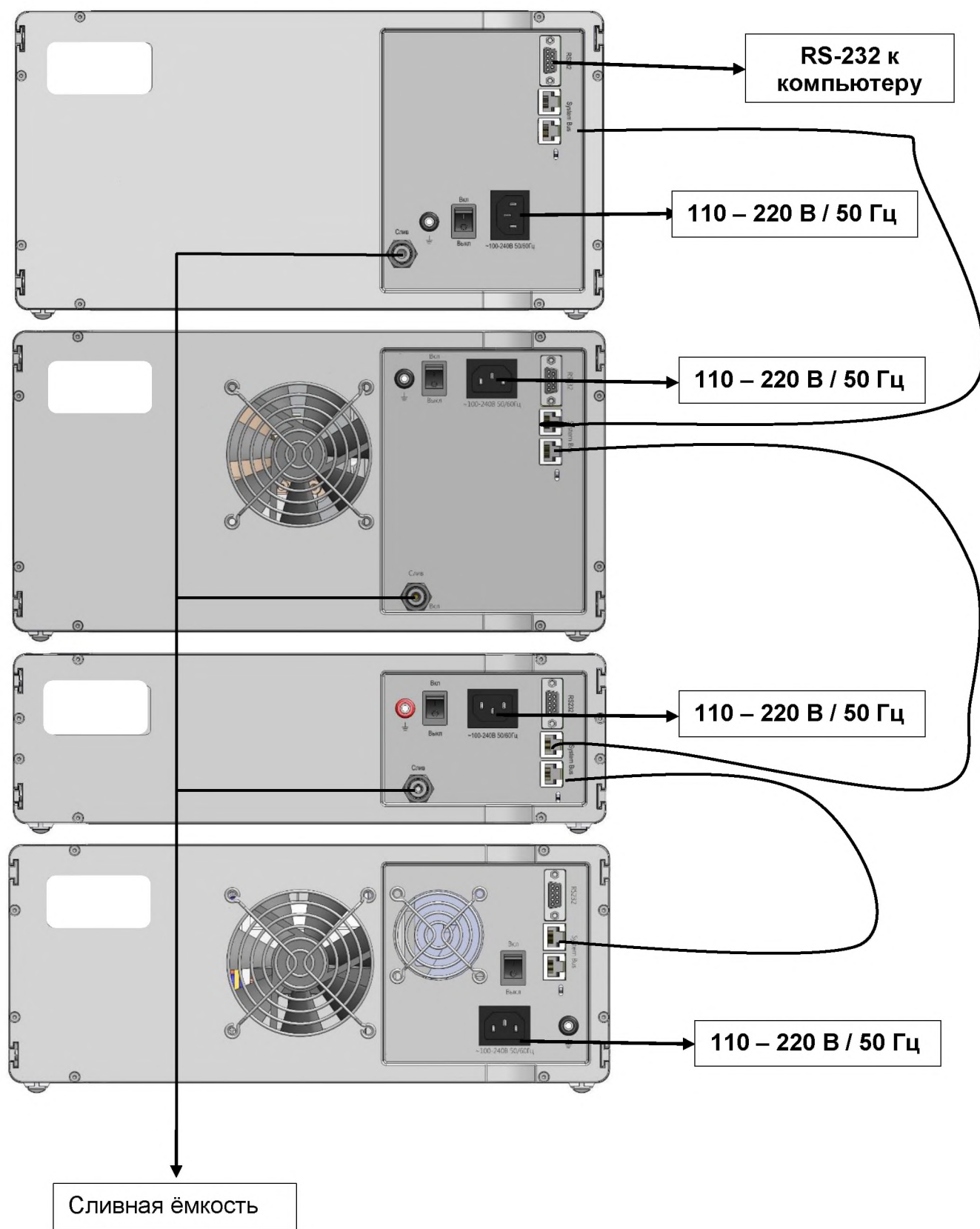


Рис. 1 Схема подключения блоков хроматографа

Хроматограф «Стайер М» может поставляться в следующих комплектациях:

1. Хроматограф жидкостный «Стайер М» с изократическим режимом элюирования (п. 2.3);
2. Хроматограф жидкостный «Стайер М» с градиентным режимом элюирования (п. 2.4);
3. Хроматограф жидкостный «Стайер М» в ионной комплектации (п. 3.5)

3.3. Устройство и назначение хроматографа «Стайер-М» с изократическим режимом элюирования

Хроматограф «Стайер М» с изократическим режимом элюирования представляет собой модульную хроматографическую систему с одним или несколькими последовательно установленными детекторами и предназначен для анализа широкого спектра органических веществ в изократическом режиме элюирования.

Гидравлическая схема хроматографа «Стайер М» с изократическим режимом элюирования представлена на рисунке 2

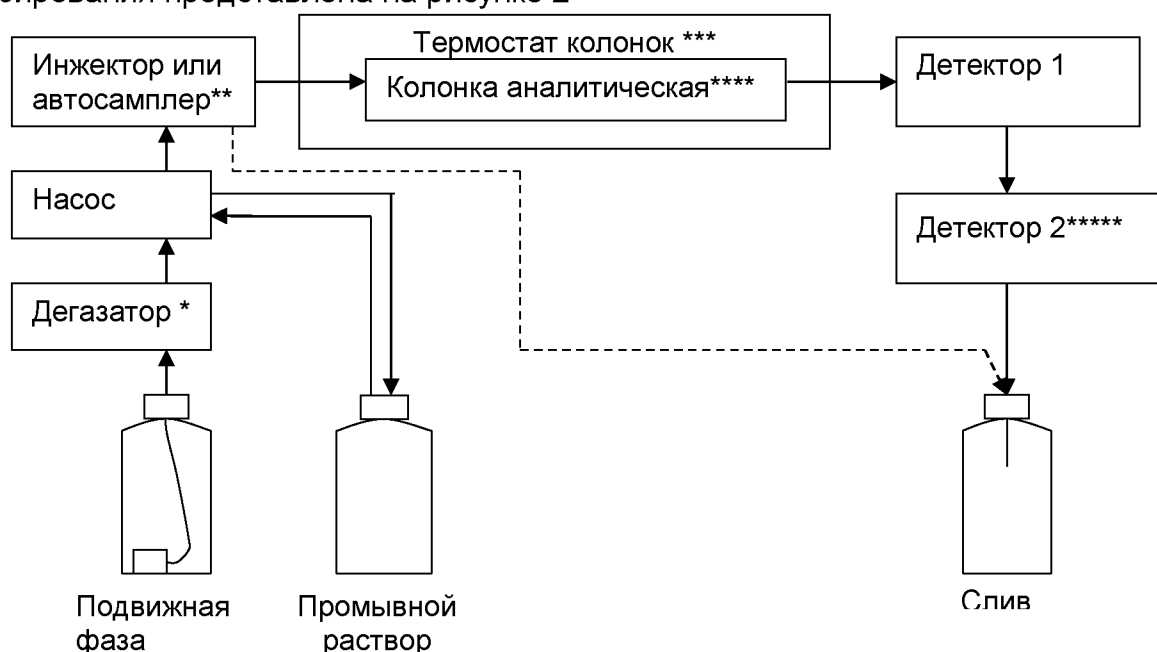


Рис.2 Гидравлическая схема хроматографа «Стайер М» с изократическим режимом элюирования

*Дегазатор элюента может поставляться в виде отдельного блока или входить в комплектацию насосов высокого давления (см. руководство по эксплуатации насосов).

** Хроматограф может комплектоваться как ручной системой ввода образца, например, инжектором «Rheodyne 7725i», так и автоматической системой - автосамплером.

***Термостат колонок не является обязательным элементом хроматографа с изократическим режимом элюирования. Наличие термостата позволяет повысить стабильность времён удерживания компонентов и реализовать методики, требующие нагрева колонки.

****Колонка аналитическая выбирается в соответствии с методиками, которые предполагается реализовать на хроматографе. Для увеличения рабочего ресурса колонка комплектуется защитными колонками (предколонками) и держателем для них.

*****Хроматограф обычно комплектуется одним детектором. Для расширения области охватываемых хроматографом методик в комплектацию может быть добавлен другой детектор (детекторы). В любом случае этот детектор (детекторы) устанавливается последовательно.

Примечание. В хроматограф с изократическим режимом элюирования не могут быть одновременно последовательно включены низкотемпературный детектор светорассеяния и электрохимический детектор, т.к. они являются разрушающими детекторами. Каждый из них в отдельности в цепи других детекторов всегда устанавливается последним.

3.4. Устройство и назначение хроматографа «Стайер М» с градиентным режимом элюирования

Хроматограф градиентный «Стайер М» представляет собой модульную хроматографическую систему с одним или несколькими последовательно установленными детекторами и предназначен для анализа широкого спектра органических веществ в градиентном режиме элюирования. Возможна аналитическая комплектация хроматографа с суммарным диапазоном расходов 0,01- 19,98 см³/мин, препаративная комплектация 0,04 – 99,92 см³/мин, а также микромасштабная 0,005 – 9,95 см³/мин. Хроматограф может поставляться как в стальном (SS316), так и в полимерном (PEEK) исполнении.

Гидравлическая схема хроматографа градиентного «Стайер М» с градиентным режимом элюирования приведена на рисунке 3

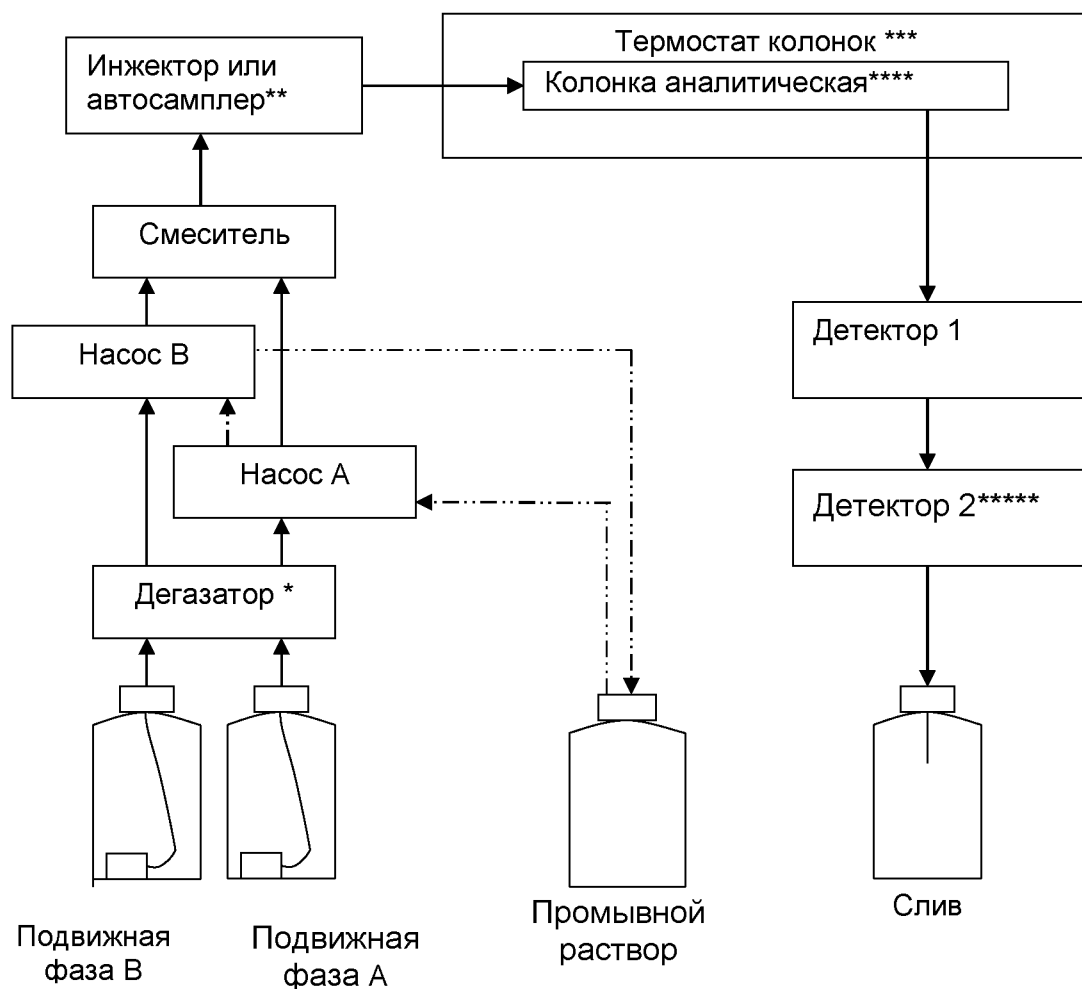


Рис.3. Гидравлическая схема хроматографа градиентного «Стайер»

*Дегазатор элюента может поставляться в виде отдельного блока или входить в комплектацию насосов высокого давления (см. руководство по эксплуатации насосов).

** Хроматограф может комплектоваться как ручной системой ввода образца, например, инжектором «Rheodyne 7725i», так и автоматической системой - автосамплером.

**Термостат колонок не является обязательным элементом хроматографа. Наличие термостата позволяет повысить стабильность времён удерживания компонентов и реализовать методики, требующие нагрева колонки.

****Колонка аналитическая выбирается в соответствии с методиками, которые предполагается реализовать на хроматографе. Для увеличения рабочего ресурса аналитическая колонка комплектуется соответствующими защитными колонками и держателем для них.

*****Хроматограф обычно комплектуется одним детектором. Для расширения области охватываемых хроматографом методик в комплектацию может быть добавлен другой детектор (детекторы). В любом случае этот детектор (детекторы) устанавливается последовательно.

Примечание. Т.к. низкотемпературный детектор светорассеяния является разрушающим детектором, в цепи детекторов он всегда устанавливается последним.

Примечание. Детектор рефрактометрический может быть включён в состав хроматографа «Стайер М» с градиентным режимом элюирования. Однако реальное применение для анализа этот детектор может иметь лишь в случае изократического элюирования анализируемых компонентов.

3.5. Устройство и назначение хроматографа «Стайер М» в ионной комплектации

Хроматограф «Стайер М» в ионной комплектации представляет собой модульную хроматографическую систему с кондуктометрическим детектированием разделённых компонентов (например, детектор CD 520) и предназначен для анализа неорганических и органических ионов. Возможна комплектация хроматографа с суммарным диапазоном расходов 0,01 - 9,99 см³/мин., и 0,005 – 4,99 см³/мин. Хроматограф поставляется в полимерном (PEEK) исполнении. Управление всеми блоками хроматографа может осуществляться как с клавиатуры каждого блока так и с помощью персонального компьютера с соответствующим программным обеспечением.

Гидравлическая схема хроматографа «Стайер М» в ионной комплектации для реализации анионного анализа с блоком ВРЕ-001 приведена на рисунке 4.

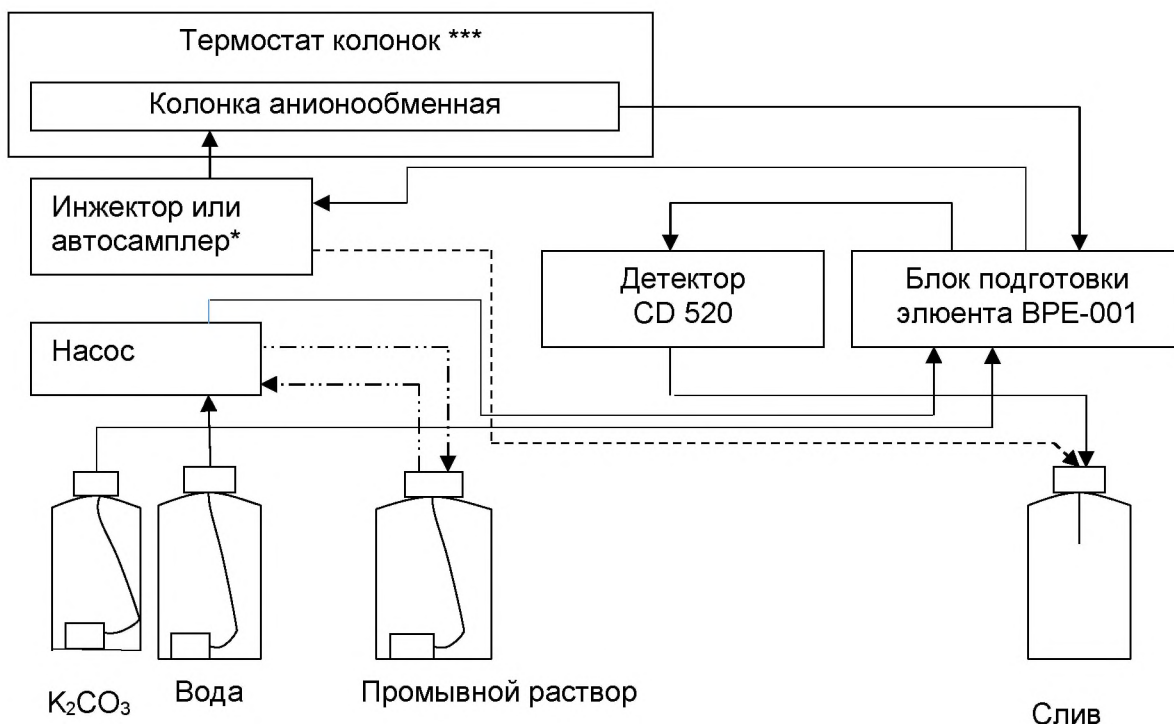


Рис. 4. Гидравлическая схема хроматографа ионного «Стайер» для реализации анионного анализа с м подавителем.

* Хроматограф может комплектоваться как ручной системой ввода образца, так и автоматической системой – автосамплером.

** Анионообменная колонка устанавливается вместе с защитной колонкой и держателем для неё.

*** Термостат колонок не является обязательным элементом хроматографа. Наличие термостата позволяет повысить стабильность времён удерживания компонентов и реализовать методики, требующие нагрева колонки.

4. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

В Таблице 1 приведены основные технические характеристики хроматографов жидкостных «Стайер М». Более подробные технические характеристики отдельных модулей приведены в технической и пользовательской документации каждого конкретного блока хроматографа и.

Табл.1.

№	Характеристика	Значение
1	Воспроизводимость времен удерживания СКО, %, не хуже:	
	Хроматограф жидкостный изократический «Стайер М»	1
	Хроматограф жидкостный градиентный «Стайер М»	1
	Хроматограф ионный «Стайер М»	0,6
2	Воспроизводимость площадей пиков СКО, %, не хуже:	
	Хроматограф жидкостный изократический «Стайер М»	5
	Хроматограф жидкостный градиентный «Стайер М»	5
	Хроматограф ионный «Стайер М»	3
3	Воспроизводимость высот пиков СКО, %, не хуже:	
	Хроматограф жидкостный изократический «Стайер М»	6
	Хроматограф жидкостный градиентный «Стайер М»	6
	Хроматограф ионный «Стайер М»	3
4	Питание, напряжение/частота, В/Гц	110-220/50

5. КОМПЛЕКТАЦИЯ

Комплектация каждого хроматографа «Стайер-М» зависит от конкретных аналитических задач, которые планируется решать при помощи данного оборудования, и того нормативного и методического обеспечения, согласно которому будет выполняться анализ.

Описать детально состав всех возможных вариантов комплектации прибора в Руководстве по эксплуатации на хроматограф практически не представляется возможным.

Детальная спецификация на каждый конкретный хроматограф прилагается к Паспорту прибора.

6. УСТАНОВКА

ВНИМАНИЕ!!! Производитель хроматографов жидкостных «Стайер М» настоятельно рекомендует производить распаковку, монтаж, и ввод в эксплуатацию оборудования только силами сервис-инженеров сертифицированных производителем или силами сотрудников сервисной службы производителя. В противном случае производитель не несёт ответственности за работоспособность оборудования (в том числе и в период действия гарантийного срока) и соблюдение его технических характеристик.

6.1. Распаковка и внешний осмотр

ВНИМАНИЕ! Распаковывать хроматограф и проверять комплектацию рекомендуется в присутствии авторизованного сервис-инженера при проведении пусконаладочных работ.

При распаковке убедитесь в наличии всех компонентов в соответствии с спецификацией, указанной в паспорте хроматографа.

При обнаружении повреждений упаковки, какого-либо компонента либо отсутствии какого-либо компонента немедленно сообщите об этом представителю компании-поставщика.

При подозрении на повреждение блоков не подключайте их к сети и обратитесь за помощью к представителю компании-поставщика.

ВНИМАНИЕ!!! В период действия гарантийных обязательств сохраняйте общий упаковочный контейнер и индивидуальную упаковку каждого блока хроматографа.

6.2. Расположение хроматографа в лаборатории

Все блоки хроматографа (насосы, детекторы) должны находиться на, устойчивой поверхности, например на столе. При установке хроматографа необходимо обеспечить беспрепятственный доступ к задней панели устройств. Компьютер устанавливается на этом же или на соседнем столе так, чтобы обеспечить соединение с модулями с помощью кабелей.

Необходимо исключить возможность значительных колебаний температуры окружающей среды в лаборатории. Не следует устанавливать хроматограф рядом с мощными вытяжными устройствами, окнами, обогревателями и т.д.

ВНИМАНИЕ! Особые требования к расположению в лаборатории каждого из модулей указаны в РЭ соответствующего модуля. Данные РЭ входят в состав комплекта документов, поставляемого вместе с хроматографом.

6.3. Сборка хроматографа

Сборка хроматографа осуществляется в несколько этапов.

6.3.1. Сборка хроматографа в стойку

Рекомендации по сборке хроматографа в стойку приведены в Приложении 2 настоящего РЭ и зависят от типа хроматографа и его комплектации.

6.3.2. Сборка гидравлических линий хроматографа

Схема сборки гидравлических линий хроматографа указан на рисунках 2, 3 и 4.

ВНИМАНИЕ! В случае возникновения вопросов при сборке гидравлических линий хроматографа следует обратиться к РЭ соответствующих модулей, входящих в комплект хроматографа или сервисную службу производителя.

Во избежание экстраколоночных эффектов рекомендуется максимально сокращать расстояние от выходного фитинга хроматографической колонки до входного фитинга детектора.

6.3.3. Сборка электрических линий хроматографа

Принцип подключения электрических линий хроматографа приведён на Рис. 1.

В случае возникновения трудностей при сборке электрических линий хроматографа следует обратиться к Руководству по эксплуатации соответствующих модулей, входящих в комплект хроматографа или в сервисную службу Производителя.

Рекомендуется включать все блоки хроматографа через общий сетевой фильтр.

6.4. Настройка программного обеспечения

Каждый блок хроматографа представляет из себя сложный аппаратно-программный комплекс, реализованный на современной микропроцессорной базе. Многие технические и пользовательские функции блоков реализованы и обеспечиваются благодаря встроенному программному обеспечению.

Программное обеспечение постоянно развивается, добавляются и расширяются многие функции, устраняются ошибки.

Идеология блоков хроматографа «Стайер М» предполагает возможность пользователя самостоятельно прошивать новые версии программного обеспечения блоков. Мы постарались сделать так, чтобы процесс обновления внутреннего программного обеспечения блоков не вызывал никаких трудностей и был безупречен с точки зрения защиты информации Пользователя.

На сайте компании - производителя www.akvilon.su в разделе технической поддержки хроматографа «Стайер М» можно скачать специализированное компьютерное программное обеспечение (программу-установщик) и последние версии прошивок для насосов и с подробным описанием изменений и корректировок. Там же находится архив прошивок, так что вы всегда сможете выбрать наиболее подходящую Вам версию.

Программа-установщик также входит в базовый комплект поставки хроматографа «Стайер М», но мы рекомендуем скачивать последние версии с нашего сайта, так как эта программа тоже модернизируется.

Настройка компьютерного программного обеспечения производится в соответствии с Руководством Пользователя программного обеспечения.

6.5. Требования к сетевому питанию

Модули хроматографа должны быть подсоединены к сети с помощью кабелей с третьим заземляющим контактом. Наличие заземления обязательно. Настоятельно рекомендуется подсоединять все блоки хроматографа к единому заземлению.

ВНИМАНИЕ!!! Конструкция блоков хроматографа позволяет работать без подключения заземления, но его технические характеристики в этом случае могут не выдерживаться.

6.6. Условия окружающей среды

Эффективная работа хроматографа обеспечивается при выполнении следующих условий:

- 1 – нахождение хроматографа внутри помещения;
- 2 – рабочий диапазон температуры окружающей среды: +15 ÷ +25°C;
- 4 – максимально допустимая влажность: 90% без конденсации.

7. ПОДГОТОВКА ХРОМАТОГРАФА К РАБОТЕ.

Подготовка хроматографа к работе заключается в приготовлении подвижных фаз в соответствии с методикой, которую необходимо реализовать, включении хроматографа, заполнении гидравлической линии хроматографа подвижной фазой и кондиционировании колонки (колонок), после чего хроматограф выходит на рабочий режим и считается готовым к работе.

7.1. Требования к приготовлению подвижных фаз

Состав подвижных фаз приведён в методиках выполнения измерений (МВИ) или в методике поверки (МП).

При приготовлении подвижных фаз их следует фильтровать и дегазировать.

Фильтрация подвижной фазы продляет срок работы фильтрующего элемента входного фильтра подвижной фазы. Наиболее часто для фильтрации неводных растворов используют фторопластовые (PTFE) мембраны с диаметром пор 0,2 ÷ 0,5 мкм, для фильтрации водных растворов используют нейлоновые (nylon) или ацетатные (PA) мембраны с диаметром пор 0,2 ÷ 0,5 мкм.

Дегазация подвижной фазы позволяет избавиться от образования пузырьков газа в кювете детектора. Наиболее тщательно следует дегазировать подвижные фазы при работе с градиентным хроматографом. Дегазацию подвижной фазы, в случае отсутствия в комплекте хроматографа дегазатора, можно осуществить следующими способами:

1. умеренный нагрев без кипячения. Для ускорения процесса дегазации ёмкость с ПФ можно поместить в УЗ-ванну – способ приемлем, если подвижная фаза не содержит низкокипящих растворителей;
2. вакуумирование емкости с подвижной фазой;
3. отдувка гелием растворенного в ПФ воздуха.

7.2. Включение хроматографа

Включение хроматографа осуществляется путём последовательного включения всех блоков или нажатием кнопки включения на одном из блоков (в случае активации функции общего включения в меню блоков). После включения хроматографа следует включить компьютер, запустить и настроить программное обеспечение в соответствии с его Руководством Пользователя ПО.

В рабочем режиме включение и выключение приборов осуществляется кнопкой питания на передней панели. Отключение хроматографа от сети требуется только в случае длительных перерывов в работе или для выполнения сервисных операций.

Более детальная информация по включению и настройке каждого из блоков содержится в соответствующем РЭ.

7.3. Заполнение гидравлических линий хроматографа

Следует заполнить и промыть ПФ гидравлические линии насоса(ов) в соответствии с РЭ насосов. После заполнения насоса(ов) установить суммарный расход в соответствии с методикой выполнения измерений или в соответствии с паспортом на колонку.

7.4. Критерии выхода хроматографа на рабочий режим

Ниже перечислены основные критерии выхода хроматографа на режим.

1. Полное отсутствие или низкий дрейф базовой линии.
2. Отсутствие случайных пиков.
3. Стабильное давление, без резких провалов и скачков на 5 и более бар.

После того как хроматограф удовлетворит критериям выхода на режим, он готов к работе.

Если колонка новая, её то следует промыть объёмом подвижной фазы, равным нескольким десяткам её «мёртвых» объёмов.

8. ПОРЯДОК РАБОТЫ

8.1. Получение хроматограммы

8.1.1. Подготовка образца

Если образец содержит механические примеси, его перед вводом в инжектор хроматографа следует отфильтровать через мембранный фильтр с диаметром пор 0,2 или 0,45 мкм.

8.1.2. Загрузка и инъекция образца

В данном пункте рассматривается только тот случай, когда хроматограф укомплектован ручным инжектором, например, Rheodyne 7725i или 9740. В случае, если в состав хроматографа входит модуль ввода SiS-001 или автосамплер, процесс загрузки и инъекции образца описан в соответствующем РЭ.

Переключите инжектор в положение «ЗАГРУЗКА» (LOAD)

Для загрузки образца в инжектор выберите шприц, объем которого превышает объем петлевого дозатора (петли) не менее чем в три раза. Промойте шприц тем же растворителем, в котором растворен образец. Затем промойте петлю инжектора. Промойте шприц раствором образца, избегая образования воздушных пузырей. Введите образец в петлю. Затем поверните ручку инжектора из положения «ЗАГРУЗКА» (LOAD) в положение «ВВОД» (INJECT), при этом одновременно начнётся сбор хроматографических данных (произойдёт старт хроматограммы).

8.1.3. Окончание хроматограммы

По истечении времени, указанного в настройках хроматограммы, сбор данных прекратится, а хроматограмма сохранится в памяти компьютера. Для получения результатов необходимо провести следующие процедуры.

1. Разметка хроматограммы*, результатом этой процедуры является выделение пиков на хроматограмме.
2. Идентификация пиков**, в результате этой процедуры происходит качественная идентификация пиков и присвоение им имён из таблицы компонентов.
3. Вычисление концентрации идентифицированных веществ** в соответствии с ранее полученной градуировкой.
4. Генерация отчёта* с указанием концентраций и/или другой вспомогательной информации по идентифицированным пикам.

* В программе присутствуют настройки разметки и форма отчёта по умолчанию, однако для получения оптимального результата настройки можно изменить в соответствии с Руководством Пользователя ПО.

** Для построения таблицы компонентов и градуировочной зависимости обратитесь к Руководству Пользователя ПО.

8.2. Завершение работы

После завершения последней хроматограммы следует остановить поток подвижной фазы, выключить нагрев термостата колонок и погасить лампу спектрофотометрического детектора. После того как давление в гидравлической линии упадёт, следует выключить хроматограф. После выключения модулей следует выключить компьютер.

9. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА

9.1. Техническое обслуживание

Хроматограф относится к разряду обслуживаемых устройств. Обслуживание хроматографа сводится к обслуживанию модулей, входящих в его комплект (см. РЭ соответствующих модулей), а также к промывке аналитической колонки и замене защитной колонки (предколонки).

9.1.1. Процедура промывки колонки

Процедура промывки колонки, в общем случае, сводится к промывке колонки подвижной фазой более «сильной», чем рабочая подвижная фаза:

1. для ионообменных колонок достаточно промыть колонку ПФ с 10-кратной концентрацией в течение одного часа;
2. для обращенно-фазовых колонок необходима промывка 95-%ным ацетонитрилом, в редких случаях тетрагидрофураном. Для нормально-фазовых сорбентов промывку осуществляют, как правило, смесями гексана с более полярными совместимыми органическими растворителями (например, изопропанолом, этилацетатом и пр.) в различных объёмных соотношениях. Состав промывных растворов описан в методиках выполнения измерений.

Более подробно процесс промывки колонки описан в РЭ колонки или в методическом пособии «Особенности эксплуатации ВЭЖХ колонок».

9.2. Консервация хроматографа

Консервация хроматографа необходима в случае длительного перерыва в работе. Период хранения хроматографа без консервации составляет не более 30 дней, если в РЭ модулей, РЭ колонки или рабочей методике не указано иное.

Консервация хроматографа заключается в промывке аналитической колонки подвижной фазой, предназначенной для ее хранения, отключении колонки от жидкостного тракта хроматографа, установке соответствующих заглушек на фитинги колонки, а также проведении консервации модулей в соответствии с их РЭ.

9.2.1. Процедура консервации аналитической колонки

Процедура консервации аналитической колонки, в общем случае, сводится к промывке колонки предназначенной для ее хранения подвижной фазой и установке заглушек входного и выходного фитингов колонки.

1. для ионообменных колонок для этого достаточно промыть колонку в течение 20 минут деионизованной или дистиллированной водой.
2. для обращенно-фазовых колонок промывка 95% раствором ацетонитрила в воде в течение 20 минут;
3. для нормально-фазовых колонок (колонок, заполненных немодифицированным силикагелем, нитрильной и амино-фазой) промывка 1% раствором изопропанола в гексане (обязательно через совместимый растворитель, т.е. если ранее колонка использовалась в работе с водно-ацетонитрильными смесями, перебивку следует осуществлять изопропанолом при низком (не более 20% от рабочего) расходе подвижной фазы) в течение 40 минут.

Более подробно процесс консервации колонки описан в РЭ колонки и методическом пособии «Особенности эксплуатации ВЭЖХ колонок».

9.3. Транспортировка хроматографа

Транспортировка хроматографа осуществляется после его консервации и предварительной разборки до отдельных модулей и их установки в упаковку компании-производителя или аналогичную согласно РЭ соответствующих модулей.

Модули хроматографа в транспортной упаковке могут перевозиться железнодорожным или автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах или авиационным транспортом в отапливаемых герметизированных отсеках. Расстановка и крепление транспортной упаковки в транспортных средствах должны исключать возможность ее смещения и ударов. Значения климатических воздействий при транспортировке должны соответствовать ГОСТ 22261-82 применительно к приборам группы 2.

ВНИМАНИЕ! Перечисленные ниже модули и колонки замораживать запрещено, т. к. это приводит к их необратимым повреждениям.

- Подавитель фоновой электропроводности электромембранный.\
- Блок подготовки элюента
- Генератор элюента
- Подавитель фоновой электропроводности капиллярный;
- Колонки и защитные колонки (предколонки) ионообменные Shodex, Starlon A 300, Transgenomic AN-2.

10. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

В таблице 2 приведены список возможных неисправностей хроматографа и способы их устранения. Вероятность возникновения двух проблем одновременно незначительна. Основной задачей является выявление причины неисправности. Исключая одну вероятность неисправности за другой, возможно найти истинную причину неисправности и устранить ее.

Перед тем как обратиться к таблице 2, проделайте следующие процедуры.

1. Убедитесь в том, что хроматографическая система и все ее компоненты, включая детектор, заземлены.
2. Обеспечьте стабильную подачу элюента насосом и убедитесь в герметичности всего жидкостного тракта.

Табл. 2. Возможные неисправности хроматографа жидкостного «Стайер М» и способы их устранения

Неисправность	Возможная причина		Способ устранения
1. Хроматограф не включается, не включаются отдельные модули хроматографа	1.1. Не подключено питание	1.1.1. Нет питания или нет контакта в розетке	1.1.1.1. Воспользуйтесь рабочей розеткой
		1.1.2. Повреждён или некорректно подключён сетевой кабель (кабели) питания	1.1.2.1. Надёжно подключите или замените сетевой кабель (кабели)
	1.2. Вышел из строя предохранитель	1.2.1. Питание в розетке не соответствует нормам	1.2.1.1. Установите сетевой фильтр или источник бесперебойного питания
	1.3. После замены предохранителя он перегорел снова	1.3.1. Проблемы с электроникой неисправного модуля	1.3.1.1. Обратитесь в сервисную службу
2. Программное обеспечение работает в деморежиме	2.2. Введён неверный ключ активации	2.2.1. Сработала защита ПО	2.2.1.1. Введите верный ключ активации, указанный на диске с ПО 2.2.1.2. Обратитесь в сервисную службу
	2.3. Не работает USB-ключ активации	2.3.1. Сработала защита ПО	2.3.1.1. Установите USB-ключ в USB-порт 2.3.1.2. Если светодиод ключа мигает, следует обратиться в сервисную службу
3. Отсутствует отклик на ввод образца.	3.1. Образец не попадает в детектор	3.1.1. Инжектор не работает. Гидравлические линии инжектора не подключены или подключены неправильно.	3.1.1.1. Обратитесь к РЭ инжектора 3.1.1.2. Обратитесь в сервисную службу
		3.1.2. Негерметичность гидравлического тракта хроматографа	3.1.2.1. Разберите и соберите заново соединения капилляров 3.1.2.2. Обратитесь к РЭ на насос
		3.1.3. Неверно приготовлена подвижная фаза	3.1.3.1. Обратитесь к методике выполнения измерений.
	3.2. Сигнал с детектора не регистрируется программным обеспечением	3.2.1. Детектор не подключён или не работает	3.2.1.1. Проверьте подключение шины Aquilon Bus и RS-232 3.2.1.2. Обратитесь к РЭ детектора
		3.2.2. ПО не настроены соответствующим образом	3.2.2.1. Обратитесь к Руководству Пользователя ПО.

Продолжение таблицы 2

4. Хроматограф не выходит на режим	4.1. Из колонки выходят высокоудерживаемые компоненты	4.1.1. Колонка недостаточно промыта	4.1.1.1. Промойте колонку более сильным элюентом
	4.2. Детектор и/или колонка неравномерно нагреваются или охлаждаются	4.2.1. Условия размещения хроматографа на рабочем месте не соответствуют п. 5.2, 5.3 настоящего РЭ.	4.2.1.1. Приведите условия окружающей среды в соответствие с п. 5.8.
			4.2.1.2. Установите колонку в термостат колонок TSC-003
	4.3. Не корректно работает блок подготовки элюента ВРЕ-001 (для ионного хроматографа).	4.3.1. Повреждён генератор элюента (для ионного хроматографа).	4.3.1.1. Замените регенерирующий раствор
			4.3.1.2. Обратитесь в сервисную службу
4.3.2. Повреждён ионообменный подавитель фоновой электропроводности (для ионного хроматографа).			
4.4. Некорректно работает детектор хроматографа	4.4.1. Неверные подключение и установка параметров детектора	4.4.1.1. Проверьте подключение и установки программного обеспечения детектора.	
		4.4.2. Неисправен детектор	
5. Не воспроизводятся времена удерживания компонентов	5.1. Неравномерная подача ПФ	5.1.2. Плохо работает насос	5.1.2.1. Обратитесь к РЭ насоса
	5.2. Колонка не термостатирована	5.2.1. Условия размещения хроматографа на рабочем месте не соответствуют п. 5.2, 5.3 настоящего РЭ.	5.2.1.1. Приведите условия окружающей среды в соответствие с п.5.2, 5.3 настоящего РЭ..
			5.2.1.2. Установите колонку в термостат колонок
6. Не воспроизводятся площади и/или высоты пиков	6.1. В детектор попадает разное количество образца	6.1.2. Загрязнён или сильно изношен инжектор	6.1.2.1. Обратитесь к РЭ инжектора
	6.2. Отклик с детектора нестабильный	6.2.1. Детектор работает нестабильно	6.2.1.1. Обратитесь к РЭ соответствующего детектора

ВНИМАНИЕ!!! Производитель оставляет за собой право внесения незначительных конструктивных изменений в существующую конструкцию и комплектацию хроматографов, а также изменения в программное обеспечение, не ухудшающие работу оборудования и не влияющие на заявленные технические характеристики.

Приложение 1

Перечень и расшифровка сокращений, применяемых в настоящем РЭ.

PEEK – полиэфирэфиркетон
PTFE – политетрафторэтилен (тефлон)
PVC – поливинилхлорид
SS316 – нержавеющая сталь марки 316
ПС – паспорт
РЭ – руководство по эксплуатации
ТУ – технические условия
ПЭ – полиэтилен
УЗ – ультразвуковой
ПФ – подвижная фаза
МП – методика поверки;
МВИ – методика выполнения измерений;
ПО – программное обеспечение.
ПФ – подвижная фаза

Приложение 2

Рекомендуемая последовательность установки модулей хроматографа в стойку.

1. Хроматограф жидкостный «Стайер-М» с изократическим режимом элюирования.

В основание хроматографа устанавливается насос, на насос – детектор 1, на детектор 1 – детектор 2 и т.д.

2. 1. Хроматограф жидкостный «Стайер-М» с градиентным режимом элюирования.

В основание хроматографа устанавливается насос А, на насос А – насос В, на насос В - миксер, на миксер – детектор 1, на детектор 1 – детектор 2 и т.д.

3. Хроматограф жидкостный «Стайер-М» в ионной комплектации.

В основание хроматографа устанавливается насос, на насос – детектор CD 520, на детектор – блок подготовки элюента, на блок подготовки элюента – модуль ввода.

* Если в состав хроматографа перечисленный модуль не входит, то на его место устанавливается следующий по списку модуль. Детектор светорассеяния в стойку не устанавливается, а размещается с правой стороны хроматографа. Автосамплер в стойку с модулями не устанавливается, а размещается рядом с той же стороны, с которой расположен термостат.

ВНИМАНИЕ! При комплектации хроматографа двумя и более детекторами, один из которых детектор светорассеяния или амперометрический детектор, данные детекторы устанавливаются последними. Одновременная последовательная установка данных детекторов невозможна.

Приложение 3

Применение агрессивных растворителей в качестве компонентов ПФ в жидкостном тракте хроматографа.

При работе с хроматографом, независимо от материала исполнения жидкостного тракта, следует избегать следующих растворителей:

1. Плавиковая кислота и ее соли
2. Концентрированные растворы серной и азотной кислот
3. Концентрированные растворы щелочей.

При работе с хроматографом в полимерном исполнении PEEK следует избегать следующих растворителей.

1. Хлорорганические соединения, хлороформ, метилхлорид и т.д.
2. Диоксан, ТГФ в концентрациях более 12%
3. ДМСО, ДМФА

При работе с хроматографом в стальном исполнении (SS316) не рекомендуется использовать хлоридсодержащие буферные соли, а также хлороформ и его смеси с другими органическими растворителями.

Приложение 4

Правила работы с капиллярными соединениями.

При работе с капиллярными соединениями, применяемыми в ВЭЖХ, следует пользоваться следующими правилами.

1. Нельзя заворачивать стальной винт в пластиковую резьбу
2. Нельзя уплотнять стальную феррулу в полимерном фитинге
3. Стальная феррула, обжатая на капилляре, повторно не используется, хотя само соединение можно многократно разбирать и собирать
4. Полимерная феррула или винт-феррула могут быть повторно использованы
5. Для получения нового соединения наденьте на капилляр винт и феррулу или винт-феррулу, оставив 1-2 см кончика капилляра свободными. Вставьте капилляр в порт до упора, придерживая капилляр рукой заверните винт по резьбе до упора, не отпуская капилляра, доверните винт на $\frac{1}{2}$ - 1 оборот с помощью ключа или с усилием пальцами. Потяните капилляр на себя, капилляр не должен двигаться в соединении.
6. Для резки капилляров пользуйтесь специальными резаками, указанными в приложении 2. Не используйте резаки для полимерных капилляров для разрезания стальных капилляров.