

ИНЖЕКТОРЫ RHEODYNE 7725i, 9725i

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

Оглавление

1. ВВЕДЕНИЕ.....	3
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ.....	3
2.1. Принцип работы	3
2.2. Внешний вид инжектора Rheodyne 7725i	4
2.3. Устройство	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 7725i, 9725i	10
6.3. Промывка перед первым запуском.....	10
7. ПОРЯДОК РАБОТЫ	11
7.1. Особенности работы с инжекторами.....	12
7.2. Работа с буферными солевыми растворами и растворами с высоким pH	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
Приложение 1	15

Приложение 1

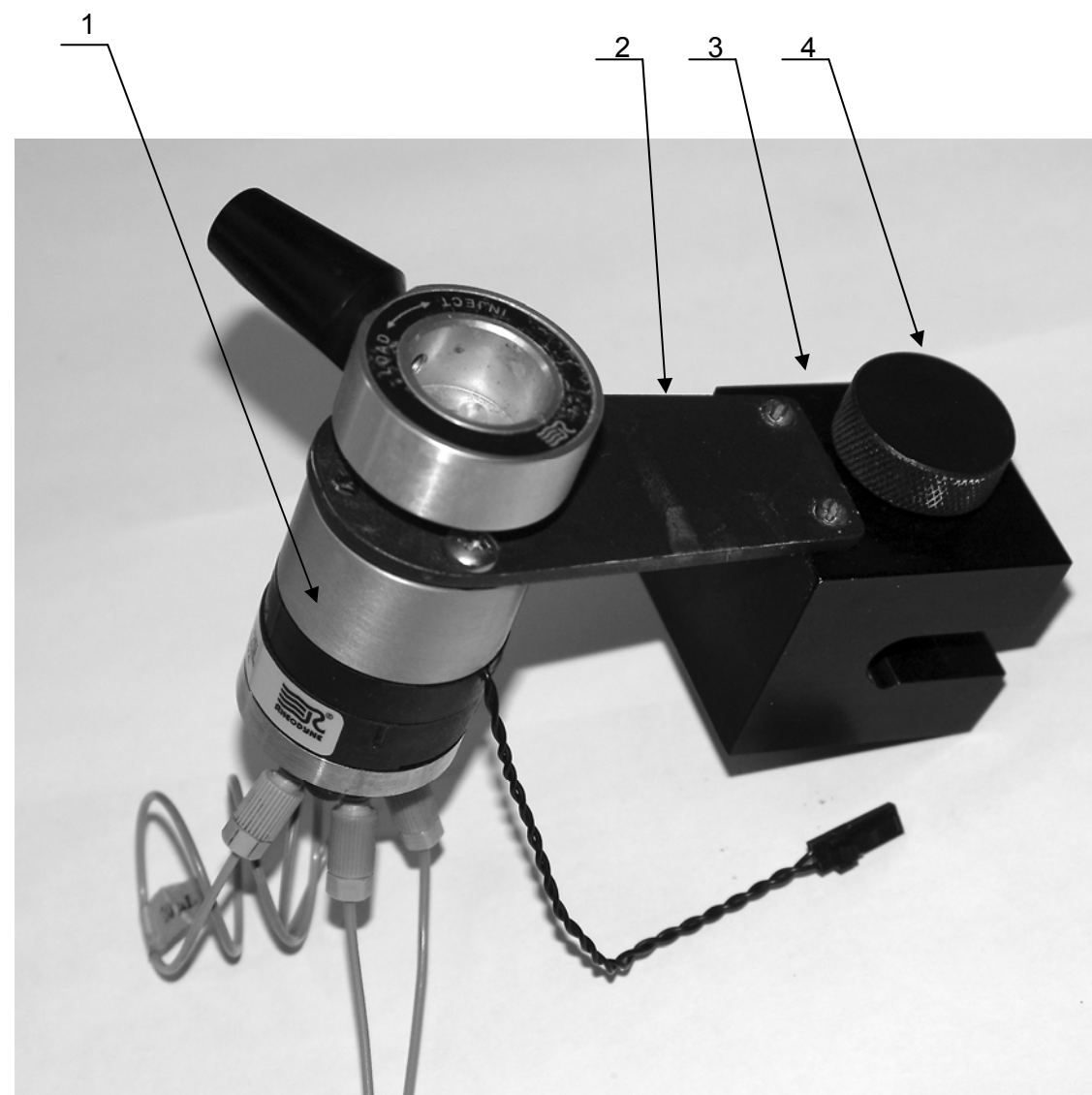


Рис.1 Инжектор 7725i, установленный на планку

1. Инжектор
2. Планка
3. Кронштейн
4. Крепежный винт кронштейна

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 негерметично – недостаточно затянуты крепежные винты статора 1.2 Повреждено уплотнение ротора 1.3 Неправильное подключение	1.1.1. Протечка между статором и задней частью корпуса 1.2.1. Течь иглового порта 1.3.1. Нет отклика на хроматограмме	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 Произведите правильное подсоединение портов инжектора
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

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство предназначено для персонала лабораторий при использовании ручных инжекторов Rheodyne 7725i, 9725i (далее инжекторы). Руководство содержит описание процедур по обслуживанию, правила эксплуатации, хранения и транспортировки данных устройств.

Инжекторы могут быть использованы 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 ручные инжекторы для высокоэффективной жидкостной хроматографии Rheodyne 7725i, 9725i.

2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

Инжекторы 7725i и 9725i относятся к инжекторам с внешним петлевым дозатором и встроенным игловым портом.

Инжекторы 7725i и 9725i абсолютно идентичны по конструкции и отличаются лишь материалом жидкостного тракта. Инжектор 7725i имеет стальное, а инжектор 9725i полимерное исполнение.

Инжекторы Rheodyne 7725i, 9725i представляют собой шестиходовые краны для ручного ввода образца в линию высокого давления с загрузкой через встроенный игловой порт без остановки потока подвижной фазы на входе в устройство. Данные модели инжекторов оборудованы встроенным электрическим актуатором – устройством, позволяющим синхронизировать момент ввода образца со стартом сбора данных.

Инжекторы во всех случаях устанавливаются между системой подачи растворителя и системой разделения.

2.1. Принцип работы

Принцип работы инжекторов основан на переключении направлений потоков жидкости, протекающей в каналах жидкостного тракта данных устройств. Переключение осуществляется поворотом вала на угол в 60°. Подключение гидравлических коммуникаций к портам инжекторов, 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 7725i представлен на рис.1 и 2.

2.2. Внешний вид инжектора Rheodyne 7725i



Рис. 1. Внешний вид инжектора Rheodyne 7725i (вид спереди)

1. Ручка
2. Вал
3. Встроенный игольный порт
4. Винт внешнего крепления
5. Корпус

8. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА

8.1. Техническое обслуживание

Инжекторы относятся 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.

Затем удалите ротор с фиксирующих его относительно вала 4 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 так, чтобы отверстие иглового порта совпадало с выходом направляющей иглы. Установите статор при помощи 2 фиксирующих штифта на место. Заверните 3 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 7725i и 9725i, 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 (жидкость не протекает по рабочим каналам, не вращается ручка, жидкость вытекает из иглового порта и пр.), это свидетельствует о выходе из строя уплотнения ротора.

7.1. Особенности работы с инжекторами

ВНИМАНИЕ! Для работы с инжектором используйте только тупые иглы (стиль3) для инжекторов Rheodyne (50 мм x 0.77"OD). Применение игл другого типа может привести к повреждению уплотнения ротора и 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 сливных портов выбрасывается наружу. Например, петля объемом 1см³ при декомпрессии 200 бар (20Мпа) расширяется на 20 мм³.

Помните, что если концы капилляров от портов 5, 6 и игловой (загрузочный) порт находятся на разных уровнях относительно пола, то возможна частичная потеря образца из-за эффекта сообщающихся сосудов.

7.2. Работа с буферными солевыми растворами и растворами с высокими значениями pH

Для предотвращения коррозии после работы с солевыми растворами и растворами с высоким pH следует промыть всю гидравлическую часть инжектора (включая игловой порт). Кроме того, инжектор Rheodyne 7725i в стандартной поставке укомплектован уплотнением ротора, изготовленным из полимерного материала Vespel, чувствительного к растворам с pH >10. При использовании инжектора данной модели в работе с более щелочными растворами рекомендуется использовать уплотнение ротора из материала Tefzel или PEEK. На рис. 7 представлены уплотнение ротора и его ориентация в устройстве (вид сверху).

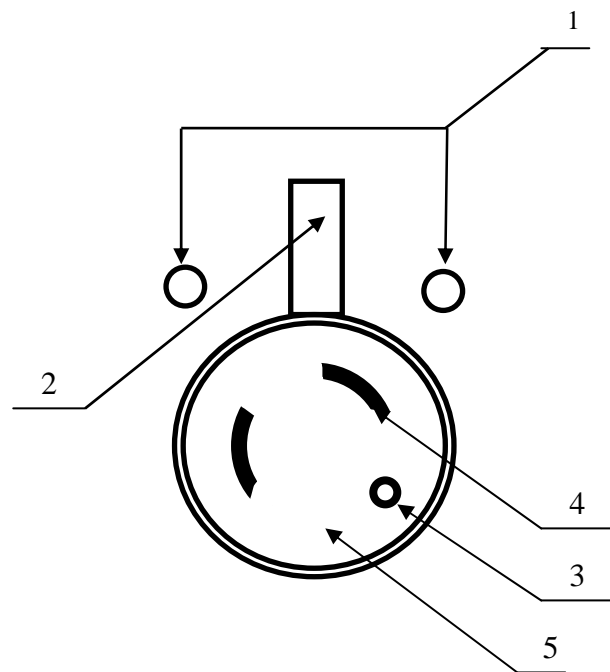


Рис.7. Уплотнение ротора инжекторов Rheodyne 7725i, 9725i (вид сверху)

1. Упоры поворота
2. Фиксатор ротора
3. Отверстие иглового порта
4. Каналы протока жидкости
5. Уплотнение ротора

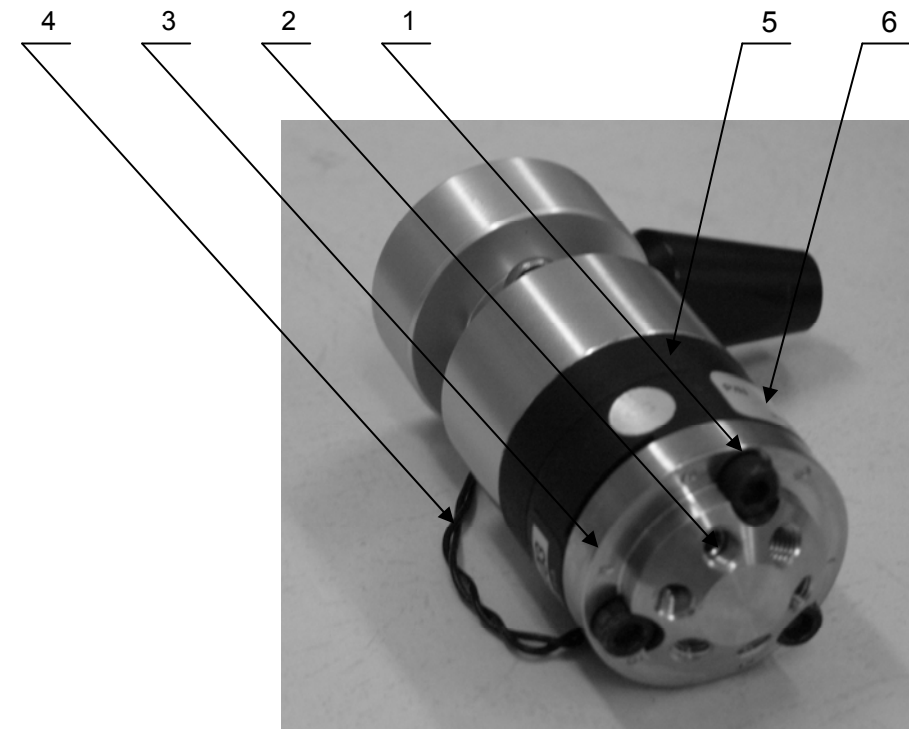


Рис. 2. Внешний вид инжектора Rheodyne 7725i (вид сзади)

1. Крепежный винт статора
2. Порт
3. Статор
4. Кабель актуатора
5. Корпус актуатора
6. Задняя часть корпуса

2.3. Устройство

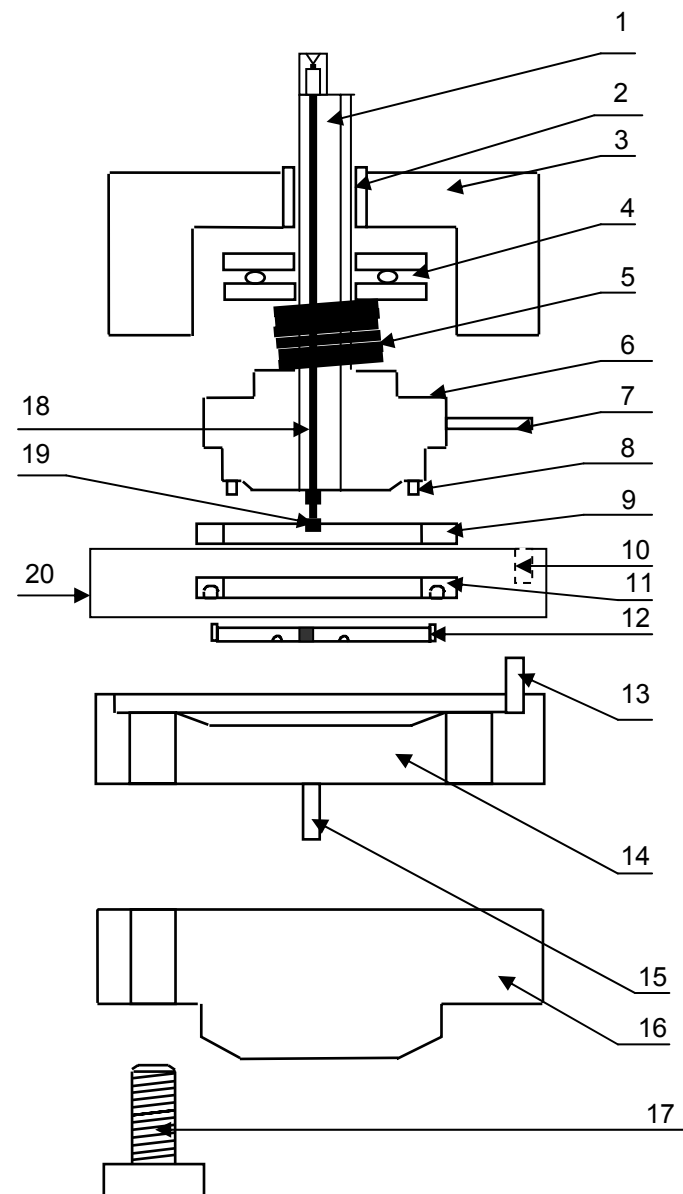


Рис.3. Устройство инжектора Rheodyne 7725i (каналы статора и ручка не показаны)

1. Вал
2. Поджимная (регулирующая) гайка вала
3. Корпус
4. Подшипник
5. Пружина
6. Ротор
7. Фиксатор ротора
8. Фиксаторы уплотнения ротора
9. Опорное кольцо
10. Ниша геркона актуатора
11. Изоляционное уплотнение
12. Уплотнение ротора
13. Упор поворота
14. Кольцо статора с пластиной статора
15. Фиксаторы статора
16. Статор
17. Крепежный винт статора
18. Направляющая иглы
19. Уплотнение иглы
20. Корпус актуатора

7. ПОРЯДОК РАБОТЫ

Переключите инжектор в положение «ЗАГРУЗКА». Включите поток подвижной фазы и дождитесь достижения динамического равновесия в хроматографической системе. Введите при помощи микрошприца образец в игловой порт инжектора. При вводе образца избегайте попадания в порт пузырьков воздуха, т.к. это негативно сказывается на воспроизводимости ввода.

Объем образца, вводимого в порт, должен по крайней мере в два раза превосходить суммарный объем петли и загрузочных коммуникаций. Для наилучшей воспроизводимости следует вводить объем образца, минимум в четыре раза превосходящий объем петлевого дозатора. Это связано также и с распределением 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.5.

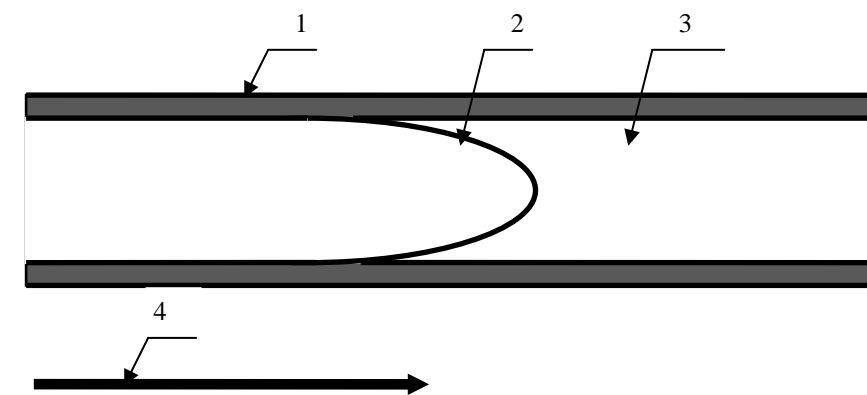


Рис.6. Распределение скорости потока образца по сечению капилляра петлевого дозатора

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.

5. УСТАНОВКА

5.1. Размещение на рабочем месте и условия окружающей среды

Инжекторы устанавливаются 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.

Инжекторы поставляются уже установленными на планку с крепежным кронштейном. Поэтому при установке достаточно не до конца отвернуть крепежный винт кронштейна, установить сборку на металлическую штангу и затянуть крепежный винт. (см. приложение 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, а 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 5000 мм³, выполненных из капилляра с внешним диаметром 1/16". К порту 2 инжектора подключите выходной капилляр системы подачи растворителей, к порту 3 – капилляр, идущий к системе разделения (защитной и аналитической колонкам).

ВНИМАНИЕ! При первичной промывке инжектора систему разделения следует отключить.

Соедините порты 5 и 6 инжектора при помощи аналогичных капилляров со сливной емкостью.

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

Соедините кабель актуатора (синхронизации старта) через разъем с кабелем 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 7725i, 9725i

Специальной настройки инжекторов не требуется.

6.3. Промывка перед первым запуском

Так как инжекторы поставляются не заполненными 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 пластины ротора, после работы обязательно промывайте инжектор подвижной фазой, не содержащей солей.

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

Инжектор загружается через встроенный 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 этим потоком образец уносится в систему разделения – хроматографическую колонку (см. рис. 4 и 5)

«MBV» порт предназначен для компенсации гидравлического удара в момент ввода образца (переключения инжектора), что позволяет минимизировать инжекционный пик на хроматограмме.

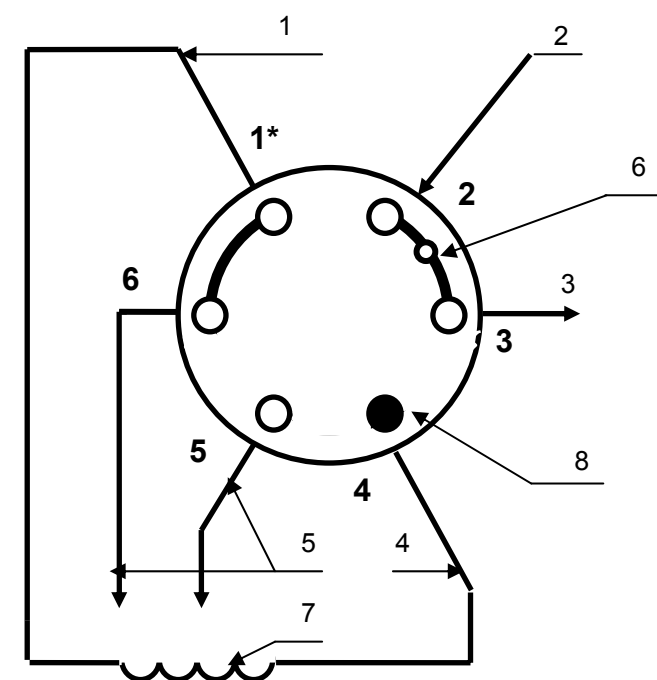


Рис.4. Диаграмма потоков инжектора Rheodyne 7725i в положении «ЗАГРУЗКА»

1. Выходной порт петлевого дозатора
 2. Входной порт от насоса
 3. Входной порт к аналитической колонке
 4. Входной порт петлевого дозатора
 5. Порты слива
 6. «MBV» порт
 7. Петлевой дозатор
 8. Игольный порт
- * – цифры, обозначающие номера портов на статоре инжектора

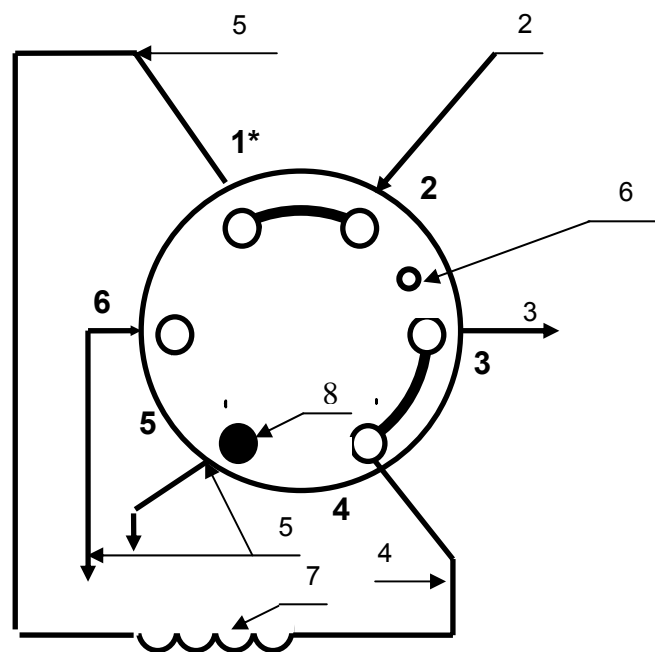


Рис.5. Диаграмма потоков инжектора Rheodyne 7725i в положении «ВВОД»

1. Выходной порт петлевого дозатора
 2. Входной порт от насоса
 3. Выходной порт к аналитической колонке
 4. Входной порт петлевого дозатора
 5. Порты слива
 6. «МВВ» порт
 7. Петлевой дозатор
 8. Иглового порт
- * - цифры, обозначающие номера портов на статоре инжектора

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1. Технические характеристики инжекторов Rheodyne 7725i, 9725i

	Характеристика	Значение
1	Материал жидкостного тракта Rheodyne 7725i	Нержавеющая сталь, Vespel, Teflon керамика
	Rheodyne 9725i	PEEK Teflon керамика
2	Рабочий диапазон давлений, бар (psi)	0-345 (0-5000)
3	Максимальное давление, бар (psi)	483 (7000)
4	Максимальная рабочая температура 7725i / 9725i, °C	80 / 50
5	Диапазон объемов устанавливаемых петлевых дозаторов, мм ³	От 2 до 5000

4. КОМПЛЕКТАЦИЯ

Таблица 2. Комплектация инжекторов Rheodyne 7725i, 9725i

1	Инжектор	1
2	Комплект крепежа	1
4	Руководство по эксплуатации	1
9	Упаковка	1