

Колонка динамического осевого сжатия «КвикСеп Ди-Эй-Си» (QuikSep DAC)

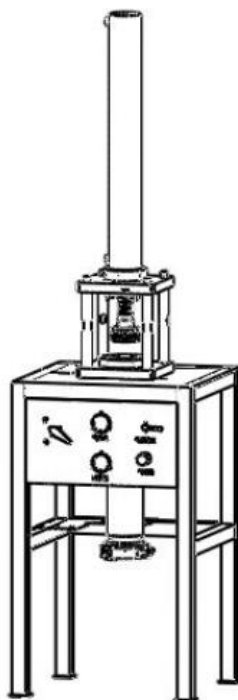
Руководство пользователя

«Эйч энд И Ко., Лтд.» (H&E Co., Ltd.)

Содержание

1. Общие сведения	3
1.1. Краткое описание	3
1.2. Основные функциональные показатели	4
1.3. Конструкция препаративной хроматографической колонки DAC	7
2. Процесс монтажа препаративной колонки QuikSep DAC	7
2.1. Требования к условиям установки	7
2.2. Сборка пульта управления	8
2.3. Монтаж гидроцилиндра	9
2.4. Монтаж рубашки колонки	9
2.5. Монтаж узла поршня	10
2.6. Монтаж нижней торцевой крышки	11
3. Заполнение хроматографической колонки	12
3.1. Общие сведения	12
3.2. Гомогенат	12
3.3. Заполнение колонки	12
3.4. Оптимизация эффективности колонки	14
3.5. Периодическая замена легко изнашиваемых деталей (например, подкладного кольца, уплотнительного кольца и O-кольца)	14
4. Повторное заполнение препаративной хроматографической колонки	14
4.1. Разгрузка хроматографической колонки	14
4.2. Очистка поршневого блока	15
4.3. Повторная сборка поршневого блока	15
Особые указания	16
Гарантийный ремонт и послепродажное обслуживание	17

1. Общие сведения



1.1. Краткое описание

Произведённая нашей компанией препаративная хроматографическая колонка предоставляет клиентам быстрый и простой метод разделения образцов с хорошей повторяемостью. Если пользователю необходимо заполнить препаративную колонку высотой более 100 мм, обычная технология заполнения не позволяет удовлетворить строгие требования к разделению. В этом случае сравнительно лучшим методом является технология динамического осевого сжатия (DAC).

Суть технологии динамического осевого сжатия: заполнение колонки, поддержание давления в колонке и разгрузка колонки посредством движения поршня, активизируемого гидроцилиндром. Вокруг поршня установлены специально разработанные уплотнительные кольца, позволяющие поршню свободно скользить вверх и вниз и одновременно поддерживающие достаточно высокую герметичность. Использование технологии динамического осевого сжатия позволяет сохранять эффективность разделения заполненной препаративной колонки на уровне, близком к эффективности аналитической колонки.

1.2 Основные функциональные показатели

- Технические параметры

«КвикСеп Ди-Эй-Си-50» (QuikSep DAC-50)		
№ п/п	Наименование	Параметр
1	Внутренний диаметр колонки	50 мм
2	Длина колонки	650 мм
3	Эффективная высота заполнения	≤450 мм
4	Шероховатость внутренней поверхности колонки	≤0,2 мкм
5	Проектное давление рубашки колонки	25 МПа
6	Максимальное давление заполнения колонки	10 МПа
7	Сила нагрузки гидравлической станции	≤20 МПа
8	Требования к пневматическому источнику	0,4-0,8 МПа
9	Материал рубашки колонки	316L
10	Материал, контактирующий с жидкостью	316L
		Политетрафторэтилен
		Полиэфирэфиркетон
11	Материал гидроцилиндра	Высококачественная углеродистая сталь № 45
12	Материал станины	304
13	Способ заполнения	Нижняя загрузка

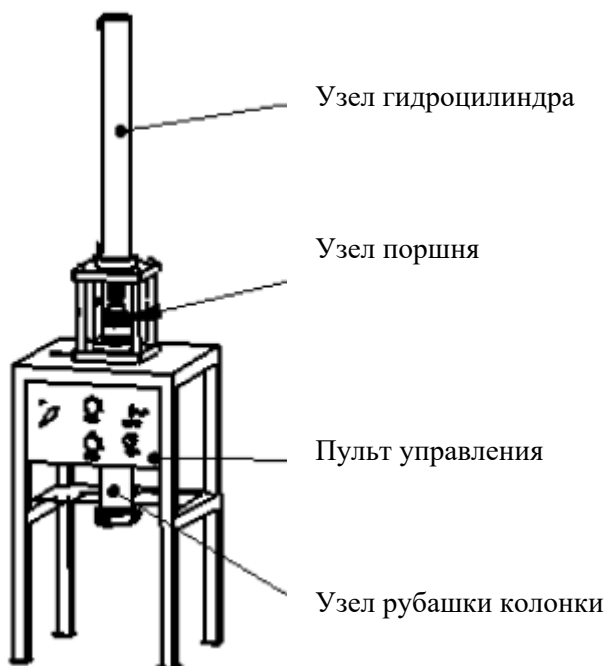
- Технические параметры

«КвикСеп Ди-Эй-Си-100» (QuikSep DAC-100)		
№ п/п	Наименование	Параметр
1	Внутренний диаметр колонки	100 мм
2	Длина колонки	650 мм
3	Шероховатость внутренней стенки	≤0,2 мкм
4	Эффективная высота заполнения	≤450 мм
5	Проектное давление цилиндра колонки	25 МПа
6	Максимальное давление заполнения колонки	10 МПа
7	Сила нагрузки гидравлической станции	≤32 МПа
8	Требования к пневматическому источнику	0,4-0,8 МПа
9	Материал рубашки колонки	316L
10	Материал, контактирующий с жидкостью	316L
		Политетрафторэтилен
		Полиэфирэфиркетон
11	Материал гидроцилиндра	Высококачественная углеродистая сталь № 45
12	Материал станины	304
13	Способ заполнения	Нижняя загрузка

- Технические параметры

«КвикСеп Ди-Эй-Си-150» (QuikSep DAC-150)		
№ п/п	Наименование	Параметр
1	Внутренний диаметр колонки	150 мм
2	Длина колонки	650 мм
3	Шероховатость внутренней стенки	≤0,2 мкм
4	Эффективная высота заполнения	≤450 мм
5	Проектное давление цилиндра колонки	25 МПа
6	Максимальное давление заполнения колонки	10 МПа
7	Сила нагрузки гидравлической станции	≤32 МПа
8	Требования к пневматическому источнику	0,6-0,8 МПа
9	Материал рубашки колонки	316L
10	Материал, контактирующий с жидкостью	316L
		Политетрафторэтилен
		Полиэфирэфиркетон
11	Материал гидроцилиндра	Высококачественная углеродистая сталь № 45
12	Материал станины	304
13	Способ заполнения	Нижняя загрузка

1.3. Конструкция препаративной хроматографической колонки DAC



Схематическое изображение общей конструкции препаративной хроматографической колонки DAC. Устройство в целом включает:

Узел гидроцилиндра;

Узел поршня;

Пульт управления, объединяющий в себе гидравлическую систему и панель управления приборами;

Узел рубашки препаративной колонки

2. Процесс монтажа препаративной колонки QuikSep DAC

2.1. Требования к условиям установки

Среда установки QuikSep DAC должна соответствовать следующим требованиям:

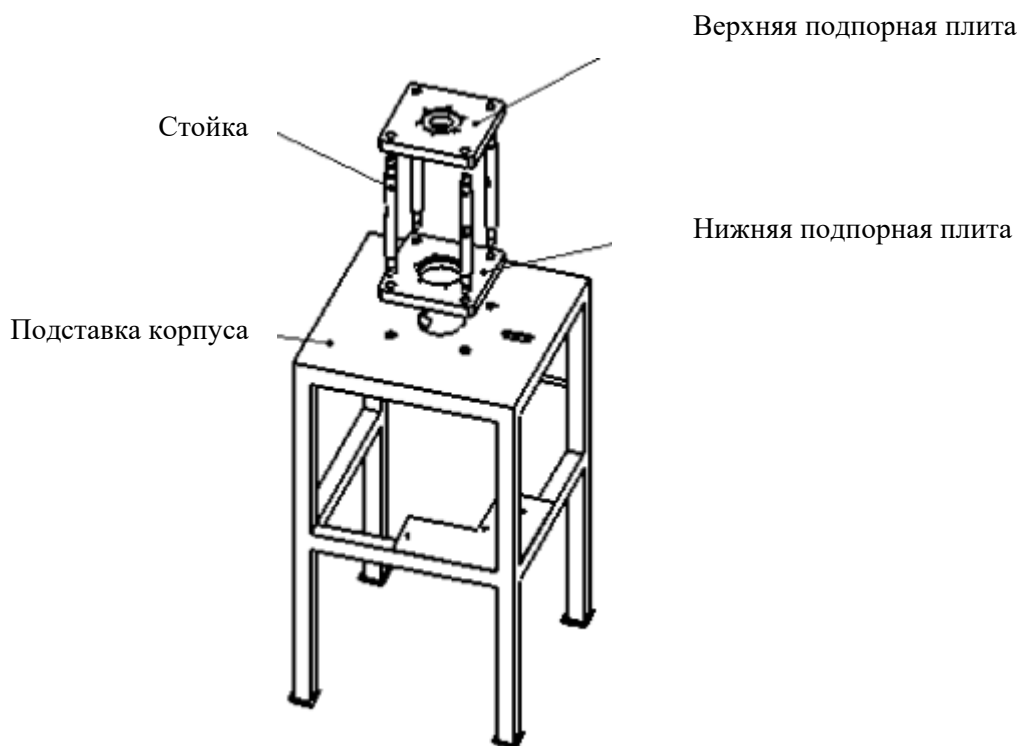
Температура окружающей среды	20 °С
Влажность окружающей среды	20–80 %
Давление запуска пневматического источника	Давление запуска 0,6 МПа, максимальное рабочее давление 0,8 МПа, объём > 0,2 м ³
Минимальное рабочее пространство для оборудования	1,5 × 1,5 × 2,7 м

Предупреждения:

1. Требуется хорошая вентиляция, так как растворители системы ВЭЖХ, как правило, представляют собой легковоспламеняющиеся и токсичные вещества.
2. Рядом не должно быть источников огня.
3. Рядом необходимо разместить защитное оборудование. Например, на случай попадания растворителя в глаза требуется разместить устройство для промывания глаз (аварийный душ) как можно ближе к оборудованию.

2.2. Сборка пульта управления

Приборная панель на пульте управления, выключатель газоваода на приборной панели, регулирующий клапан газоваода, барометр, гидравлический манометр и рукоятка управления крестообразного шарового клапана переключения гидравлического трубопровода, а также газовод и гидравлический трубопровод устанавливаются на заводе. Как правило, они не должны демонтироваться. В случае необходимости замены деталей такая замена выполняется под руководством технического персонала.



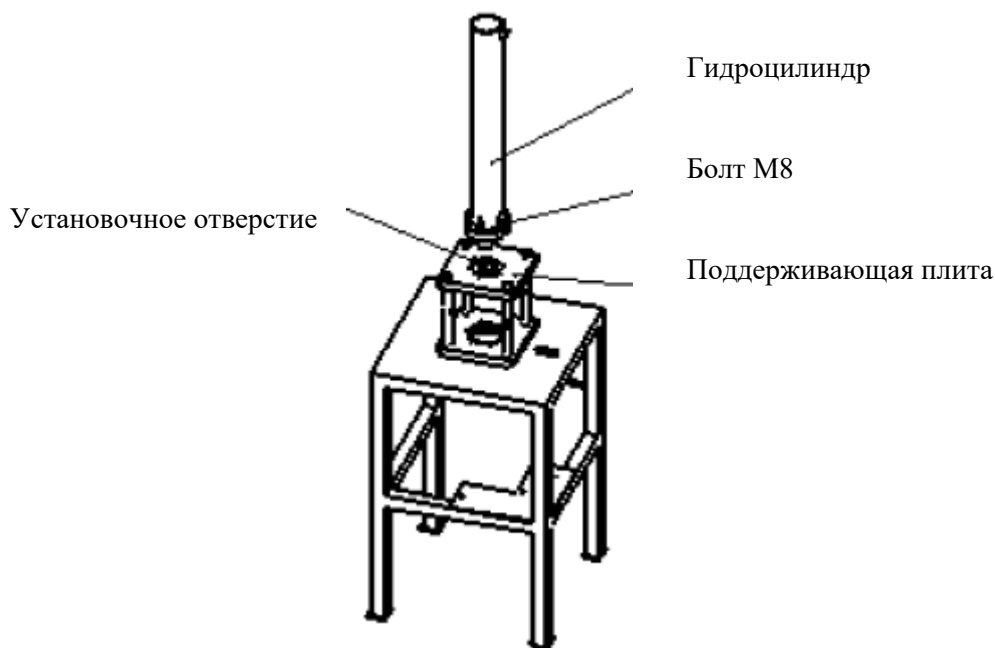
(Монтаж верхней и нижней подпорной плиты)

Для соединения верхней и нижней подпорной плиты с подставкой корпуса используют четыре стойки. Оба конца стоек закрепляют гайками.

Во время монтажа необходимо выровнять крепёжные отверстия и центральное отверстие стойки, а затем затянуть гайки.

2.3. Монтаж гидроцилиндра

После завершения монтажа верхней и нижней опорной плиты необходимо установить гидроцилиндр. Его основной функцией является активация движения узла поршня рубашки колонки, кроме того, он способен создать и поддерживать максимальное внутреннее давление колонки, равное 10 МПа.



Собственный вес гидроцилиндра, используемого в QuikSep DAC-150, равен 85 кг, поэтому обычно требуется подвесное устройство. При отсутствии подвесного устройства необходимо, чтобы установка проводилась с участием трех или более людей.

Выступающий конец поршневого штока гидроцилиндра направляют вниз и выравнивают относительно центрального отверстия опорной плиты. Гидроцилиндр поворачивают так, чтобы соединительное отверстие маслоканала находилось на одной стороне с отверстием маслоканала подставки корпуса.

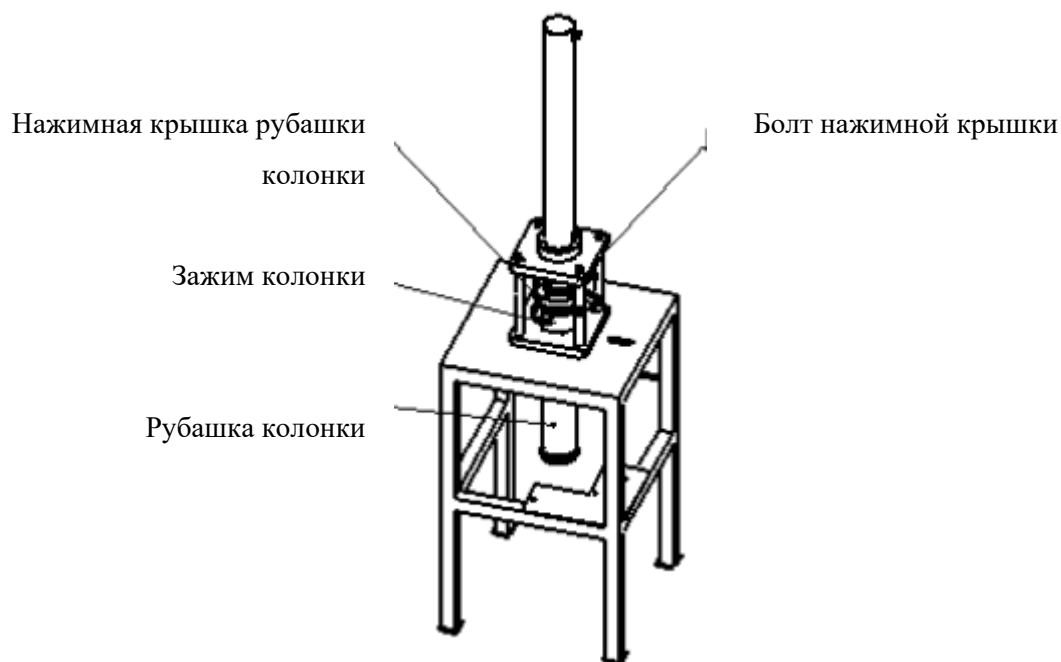
Для соединения и фиксации гидроцилиндра используют 8 болтов М10.

2.4. Монтаж рубашки колонки

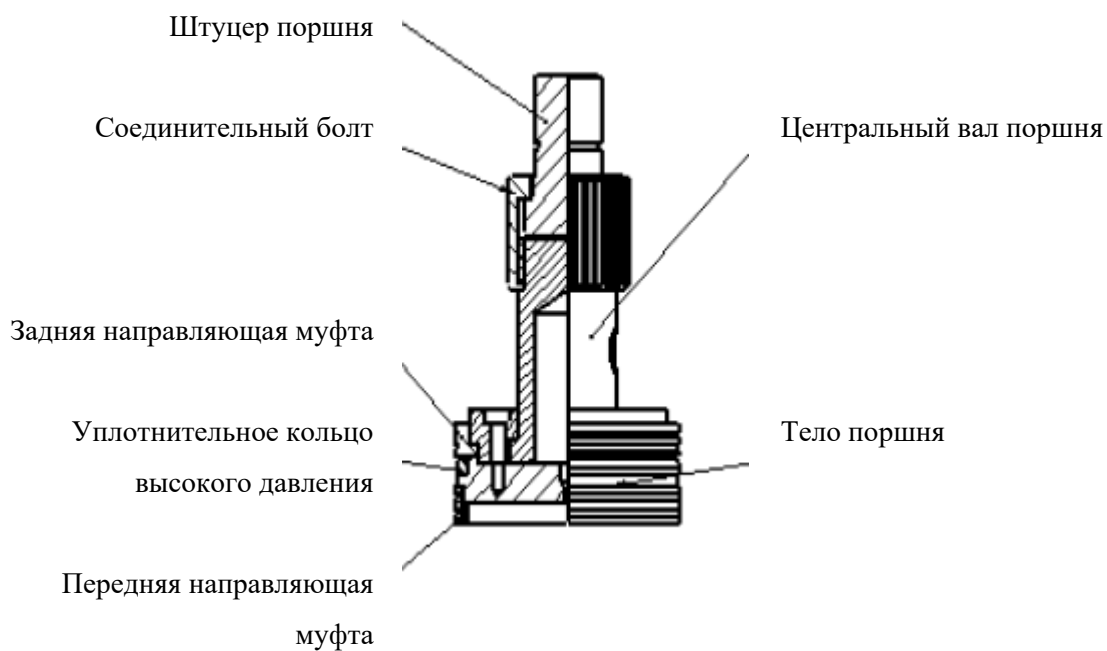
Рубашку колонки вставляют снизу вверх через нижнюю часть подставки корпуса.

Рубашку колонки вставляют в центральные крепежные отверстия подставки корпуса и нижней опорной плиты, при этом она выходит из нижней опорной плиты примерно на 80 мм. Зажим колонки вставляют в паз для зажима колонки на рубашке колонки. Рубашка колонки опускается. После срабатывания зажима колонки нажимная крышка рубашки колонки придавливает верхний конец рубашки колонки.

Для соединения и фиксации гидроцилиндра используют 6 болтов М8.



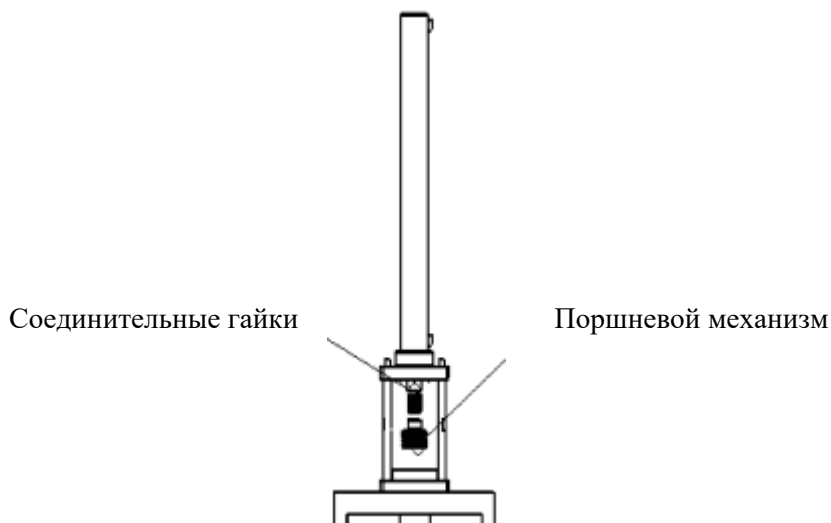
2.5. Монтаж узла поршня



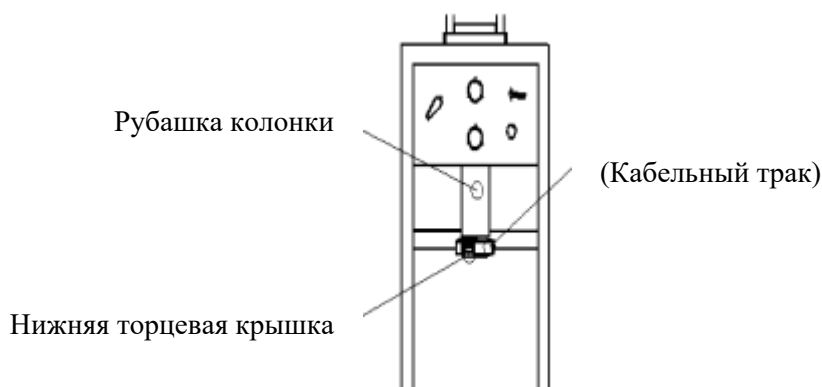
Узел поршня включает: штуцер поршня, соединяющий поршень и гидроцилиндр между собой; тело поршня (SS316L); ситчатую пластину (SS316L); уплотнительное кольцо высокого давления (полиэфирэфиркетон); переднюю и заднюю направляющую муфту (F4); распределитель потока жидкости.

(1) Сначала соединительную головку поршня соединяют с поршневым штоком гидроцилиндра. Способ соединения – резьбовое соединение.

(2) Затем соединяют поршневой механизм с использованием соединительных гаек на соединительном штуцере поршня.



2.6. Монтаж нижней торцевой крышки



Блок нижней торцевой крышки состоит из собственно нижней торцевой крышки (SS316L), распределителя потока жидкости, ситчатой пластины (SS316L), уплотнительного кольца (F4), С-образного соединительного запирающего механизма (кабельного трака).

Нижняя торцевая крышка – часть, требующая регулярного демонтажа.

Сначала посадочный буртик нижней торцевой крышки совмещают с рубашкой колонки и кабельным траком охватывают соединительное отверстие нижнего конца рубашки колонки и нижней торцевой крышки. Верхнюю и нижнюю монтажную торцевую поверхность кабельного трака плотно прижимают к рубашке колонки и нижней торцевой крышке, вкручивают стопорные гайки.

3. Заполнение хроматографической колонки

3.1. Общие сведения

Следующий этап после завершения сборки и очистки препаративной хроматографической колонки, а также соединения поршня с поршневым штоком гидроцилиндра – погружение компрессного штуцера в хроматографическую колонку и подготовка к заполнению колонки.

- Определяют приблизительную длину заполнения корпуса колонки для заданного объёма заполняющей смолы
- В соответствии с рассчитанной длиной заполнения корпуса колонки устанавливают необходимое оборудование
- Готовят гомогенат сорбента
- Заполняют корпус колонки с помощью компрессии

3.2. Гомогенат

Точно рассчитывают объём силикагеля в соответствии с требуемой технологией и высотой корпуса колонки. Обычно требуется использовать несколько большее количество с учётом того объёма силикагеля, который остаётся в таре. В зависимости от особенностей сорбента можно использовать гомогенат метанола или ацетонитрила. Пропорция метанола или ацетонитрила и силикагеля примерно соответствует 2,5 мл : 1 г.

Гомогенат медленно вливают в заполненную силикагелем большую мензурку. В случае слишком быстрого выхода газа (вплоть до разлетаания силикагеля в виде пыли) не следует выливать растворитель в один приём. Растворитель медленно вливают полностью, помешивая стеклянной палочкой, затем тщательно перемешивают, пока силикагель полностью не смешается с растворителем до получения пастообразной консистенции. Не должно остаться каких-либо не намоченных комочков силикагеля или прилипшего к стенкам сосуда силикагеля. Для проверки можно осмотреть стеклянный сосуд со всех сторон, а также посмотреть внутрь через нижнюю часть. Обычно требуется проводить перемешивание в течение 10–15 мин; к этому моменту перемешанный силикагель должен иметь однородную пастообразную консистенцию, не оседать в течение длительного времени и иметь достаточную текучесть.

Перемешанный силикагель оставляют стоять на 10–15 мин, чтобы полностью вышел газ (если условия позволяют, можно применять обработку ультразвуком). В это время следует провести все подготовительные работы с заполняемой колонкой, чтобы после вливания силикагеля можно было максимально быстро заполнить её.

3.3. Заполнение колонки

Необходимо контролировать отток жидкости из выходных отверстий верхней и нижней части заполняемой колонки.

В препаративной хроматографической колонке QuikSep DAC-150 использованы гидроцилиндр вместимостью 100 мм и гидравлический насос с пневмоприводом 1:35. Поэтому если к набивке 10 мкм сорбентом не предъявляется особых требований, рекомендуем во время

заполнения колонки установить давление воздуха равным 4,5 бар, тогда давление корпуса колонки составит примерно 7 МПа.

Однородный силикагель снова тщательно перемешивают, при этом обязательно следует повторно перемешать осевший в нижней части силикагель, иначе его будет невозможно влить в колонку.

Отверстие для выхода жидкости, расположенное в нижней части колонки, блокируют, и открывают отверстие для выхода жидкости, расположенное в верхней части поршня, таким образом предотвращая свободное течение растворителя, находящегося в нижней части. В рубашку колонки вливают однородный силикагель, быстро устанавливают поршень и начинают заполнение колонки.

Сначала газовый регулирующий клапан вращают против часовой стрелки до конца, одновременно проверив, чтобы переводной клапан находился в положении «Вниз». Затем главный выключатель пневматического источника поворачивают в положение «Открыто» и включают выключатель пневматического источника.

Далее крышку клапана регулировки давления тянут наружу и медленно **поворачивают по часовой стрелке** до тех пор, пока не заработает насос с пневмоприводом. После того как поршень войдёт в рубашку колонки, следят за показаниями барометра и регулируют поворотную ручку давления воздуха, чтобы стрелка барометра указывала на 4,5 бар. Показания соответствующего гидравлического манометра равны примерно 160 бар. Пояснение: под трубки отвода жидкости необходимо поместить флаконы для растворителя, придерживая их вручную, чтобы избежать шевеления трубки под действием кинетической энергии высокоскоростного выпуска растворителя и его разбрызгивания. После перемещения поршня вниз на определённое расстояние поршень соприкасается с силикагелем, из расположенной в верхней части трубки начинает вытекать жидкость. В этот момент необходимо сразу открыть выходное отверстие для растворителя в нижней части и закрыть входное отверстие наверху. Благодаря этому жидкость будет вытекать только из нижней части, при этом в верхней части корпуса колонки будет поддерживаться влажность, а давление будет передано нижней части, насколько это возможно. Поршень продолжает давить вниз, пока он не остановится и жидкость не перестанет вытекать.

Затем обе трубки вынимают из флаконов для растворителя, поднимая их концы до уровня выше верхней части рубашки колонки. Поддерживают давление заполнения колонки и оставляют её стоять на 20 мин. Благодаря этому внутреннее напряжение силикагеля беспрепятственно и полностью исчезает, при этом не позволяя медленно высохнуть растворителю.

Вверх	Барометр	Открыто
Вниз		Закрыто Выключатель газоведа
DAC-150	Гидравлический манометр	Клапан газоведа

Панель управления компрессией

Заполненную хроматографическую колонку можно использовать указанным ниже способом.

3.4. Оптимизация эффективности колонки

Эффективность колонки – это ключевой фактор, отражающий эффективность разделения. При соблюдении указаний, приведенных в следующих пунктах, можно продлить срок эксплуатации хроматографической колонки:

- Избегать попадания в пробу или подвижную фазу гранулированных веществ, перед применением необходимо отфильтровать подвижную фазу или растворитель;
- Менять подвижную фазу постепенно: в случае изменения применяемой подвижной фазы необходимо убедиться, что влияние данного изменения на хроматографическую колонку будет постепенным и последовательным;
- При обратной хроматографии в качестве сильного растворителя следует использовать органический растворитель; при прямой хроматографии в качестве сильного растворителя следует использовать воду;

• Необходимо избегать возникновения промежутков внутри хроматографической колонки. Если в колонке образовался промежуток, эффективность разделения может снизиться. К образованию промежутка внутри колонки могут привести следующие ситуации:

Заметное изменение температуры внутри хроматографической колонки или температуры окружающей среды;

Перемещение хроматографической колонки или удар по ней;

Не обеспечена последовательная компрессия тела колонки.

3.5. Периодическая замена легко изнашиваемых деталей (например, подкладного кольца, уплотнительного кольца и O-кольца)

При повторном заполнении хроматографической колонки легко изнашиваемые детали необходимо периодически заменять. Оптимальную периодичность замены можно определить на основании опыта использования сорбента/хроматографической колонки/подвижной фазы.

4. Повторное заполнение препаративной хроматографической колонки

4.1. Разгрузка хроматографической колонки

Внимание: использованный сорбент может содержать вредные вещества. При работе всегда надевайте перчатки, защитные очки и другие средства индивидуальной защиты.

Сорбент извлекают в соответствии с указанной далее последовательностью операций:

Вращают «газовый регулирующий клапан» против часовой стрелки до конца, чтобы он находился в закрытом состоянии.

Переводной клапан устанавливают в положение «Вверх», что позволяет устранить внутреннее давление колонки.

Открывают кабельный трак нижней торцевой крышки и снимают нижнюю торцевую крышку;

Переводной клапан устанавливают в положение «Вниз», поворачивают по часовой стрелке газовый регулирующий клапан, пока не начнёт работу насос с пневмоприводом, а поршень будет двигаться вниз;

Внимание: сорбент выходит из хроматографической колонки в виде твёрдого цилиндра. Рекомендуется поместить ёмкость соответствующего размера под колонку для приёма экструдированного сорбента, а также положить ткань или прокладку вокруг дна колонки, чтобы на нее попадала смола в случае соскальзывания. Используйте подходящие ёмкости для хранения смолы и принимайте меры по обеспечению безопасности при обращении со смолой.

Поршень продолжают толкать до тех пор, пока не покажется белая направляющая муфта, затем выключают давление воздуха.

Внимание: движение поршня прекращают до того, как пружинное аккумулирующее уплотнительное кольцо вытолкнет тело колонки.

Переводной клапан устанавливают в позицию «Вверх», снимают поршень с верхнего конца рубашки колонки, очищают его и нижнюю торцевую крышку колонки.

4.2. Очистка поршневого блока

После того как поршень извлечен из тела колонки, необходимо тщательно проверить все узлы и использовать подходящий растворитель для удаления сорбента или осадка. В большинстве случаев в качестве растворителя используют ацетон. При необходимости или при наличии такого требования можно использовать азотную кислоту (2N) для очистки узлов и инактивации.

Внимание: перед применением азотной кислоты необходимо удалить все следы ацетона (или другого органического растворителя).

4.3. Повторная сборка поршневого блока

Необходимо периодически проверять и очищать поршень. Если требуется заменить уплотнительные детали и O-кольца поршня, сборку проводят повторно. Частота замены зависит от условий разделения, давления, а также размера частиц сорбента. Оптимальную частоту повторной сборки определяют в процессе фактической работы на основании опыта.

Особые указания

1. Процесс заполнения хроматографической колонки должен проводиться аккуратно и внимательно, так как любая ошибка может привести к его срыву. При заполнении следует обращать внимание на чистоту оборудования. Перед заполнением рубашку хроматографической колонки, поршень и нижнюю часть колонки очищают с помощью подходящего растворителя.

2. Из-за различий в характеристиках разных сорбентов методики заполнения могут отличаться. Условия заполнения колонки необходимо изменять в соответствии с выбранным сорбентом. При установлении методики давление поршня следует увеличивать от малого к большему. Слишком большое давление поршня может испортить сорбент.

3. Уплотнительные кольца на поршне являются расходными материалами; их срок эксплуатации зависит от частоты заполнения колонки пользователем и используемой методики. Строго запрещено допускать трение поршня и стенок колонки при отсутствии жидкости.

4. После заполнения хроматографической колонки требуется обращать внимание на ежедневное обслуживание при эксплуатации: необходимо фильтровать используемый растворитель. После завершения работы требуется полностью промыть хроматографическую колонку. В период простоя колонку для обращенно-фазовой хроматографии необходимо заполнить органическим растворителем (например, метанолом или ацетонитрилом). Требуется избегать длительного нахождения чистой воды внутри хроматографической колонки.

5. Причиной аномального роста давления подвижной фазы в процессе работы может быть блокировка ситчатой пластины в нижней торцевой крышке. Такую блокировку необходимо своевременно устранять.

Гарантийный ремонт и послепродажное обслуживание

Гарантийный ремонт

1. Обоснованность

Информацию по сфере гарантийного ремонта можно узнать в компании «Эйч энд И Ко., Лтд.».

2. Условия

В случае отклонений в работе оборудования в течение гарантийного срока из-за дефекта, допущенного в процессе производства, производитель предоставит бесплатную замену деталей и бесплатный ремонт.

3. Условия, при которых не может проводиться гарантийный ремонт

Гарантийный ремонт не применим к неисправностям, вызванным следующими причинами:

- 1) Неправильное использование;
- 2) Ремонт или модификация, проведенные компанией, которая не является производителем и не имеет соответствующего разрешения;
- 3) Внешние факторы;
- 4) Эксплуатация в суровых условиях, например, при высокой температуре, влажности, при наличии коррозионных газов, вибрации и т. п.;
- 5) Пожар, землетрясение и прочие стихийные явления;
- 6) Перемещение или перевозка оборудования после первичного монтажа;
- 7) Износ детали или узла, которые считаются расходными материалами (например, срок эксплуатации уплотнительных колец зависит от фактических условий работы).

Послепродажное обслуживание

При неисправности данного оборудования необходимо связаться с представительством компании «Эйч энд И Ко., Лтд.».

Приложение:**Перечень деталей и легко изнашиваемых деталей**

№ п/п	Наименование	Материал	Количество	Примечание
1	Гидроцилиндр	№ 45	1	
2	Рубашка колонки	33316L	1	
3	Подставка	SS304	1	
4	Поршневой блок	SS316L, политетрафторэтилен	1	
5	Нижняя торцевая крышка	SS316L, политетрафторэтилен	1	
6	Пружинное аккумуляторное уплотнительное кольцо	Политетрафторэтилен + SS316	1	
7	Покрывающее О-образное уплотнительное кольцо	Политетрафторэтилен	1	

«Эйч энд И Ко., Лтд.» (H&E Co., Ltd.)

<http://www.prep-hplc.com>

Телефон: 010-59812370/1/2/3

Факс: 010-59812400

Единая горячая линия клиентского обслуживания по всей стране: 4008-111-326

Головной офис: город Пекин, район Чанпин, проспект Хуэйлунгуань Западный, дом 118, здание «Лунгуань Чжие», офис 609.