ХРОМАТОГРАФ ЖИДКОСТНЫЙ "ХРОМАТЭК-КРИСТАЛЛ ВЭЖХ 2014"

214.4.464.108РЭ

ДОЗАТОР АВТОМАТИЧЕСКИЙ

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

Редакция 01.12.2023

Оглавление

1 Важные указания 5

2 Введение 6

3 Описание и работа 7

3.1 Назначение 7

3.2 Технические характеристики 8

4 Устройство 10

4.1 Конструкция 10

4.2 Составные части 11

4.2.1 Механизм ввода 12
4.2.2 Механизм дозирования 14
4.2.3 Лотки для виал 15
4.2.4 Кран-дозатор 17
4.2.5 Промывочный порт 18
4.2.6 Датчик открытия дверцы 19

4.3 Панель индикации 20

5 Режим работы 21

5.1 Режимы промывки 21

5.1.1 Промывка иглы в промывочном порте 21
5.1.2 Промывка инжекционного порта 22
5.1.3 Промывка иглы растворителем 23

5.2 Разбавление 24

5.3 Дериватизация 24

5.4 Отбор и ввод пробы 25

5.4.1 Режим полного заполнения дозы 25
5.4.2 Режим частичного заполнения дозы 27

6 Подготовка к работе 30

6.1 Меры безопасности 30

6.2 Подготовка к работе 30

6.2.1 Подключение к ПК 31

6.3 Подключение жидкостных трубопроводов 32

6.4 Подключение кабеля удалённого управления 35

7 Порядок работы 37

7.1 Подключение к ПО и соединение с ПО Хроматэк-Аналитик 37

7.1.1 Создание соединения с ПК 37
7.1.2 Панель управления 38

7.2 Порядок работы 40

7.2.1 Настройка дозатора 40
7.2.2 Калибровка дозатора и сервисные функции 42
7.2.3 План работы 44
7.2.4 Создание режима 45
7.2.5 Создание нового события плана 48

7.3 Рекомендации по работе с дозатором 49

7.3.1 Общие рекомендации 49
7.3.2 Настройка конфигурации и режима дозатора 49
7.3.3 Выбор промывочного растворителя 49

8 Техническое обслуживание 51

8.1 Информация о выработке ресурса 51

8.2 Обслуживание подвижных механизмов 51

8.3 Замена шприца и калибровка датчика нулевого положения поршня 51

8.4 Чистка шприца 53

8.5 Обслуживание инжекционного порта 53

8.6 Обслуживание инжекционной иглы 54

8.7 Возможные неисправности и способы их устранения 56

9 Транспортирование и хранение 58

9.1 Подготовка к хранению 58

9.2 Подготовка к транспортированию при отрицательных температурах 58

10 Сведения о рекламациях 59

1 Важные указания

Указания, отмеченные такой рамкой, необходимо выполнять, чтобы исключить получение травм при работе с хроматографом или повреждение оборудования.

Список сокращений:

ВЭЖХ	высокоэффективная жидкостная хроматография;
ПК	персональный компьютер;
РЭ	руководство по эксплуатации;
PEEK	полиэфирэфиркетон;
FEP	фторированный этилен-пропилен.

2 Введение

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для ознакомления с устройством и принципом работы дозатора автоматического для ВЭЖХ (далее – дозатор), с указаниями по его правильной эксплуатации и техническому обслуживанию.

Дозатор автоматический выпускается в двух исполнениях:

- 214.4.464.108 – основное исполнение;
- 214.4.464.108-10 – с термостатируемыми лотками.

По отдельному заказу дозатор может комплектоваться шприцами объемом 50, 100, 250, 500 и 1000 мкл, и дозами от 5 до 500 мкл.

В зависимости от условий эксплуатации он может быть оснащён автоматическим краном, и дозой из нержавеющей стали или из инертного полимерного материала PEEK.

При необходимости поддержания заданной температуры образцов, дозатор может оснащаться термостатируемыми лотками для виал, которые поставляются вместе с внешним контроллером термостата.

В дозаторе могут применяться лотки для виал объемом 1,5 мл или 10 мл.

В соответствующих разделах руководства по эксплуатации приведены указания, которые необходимо выполнять при эксплуатации и обслуживании дозатора.

Источниками опасности в дозаторе являются:

- напряжение питающей сети блока питания;
- подвижные механические части.

Перед началом эксплуатации дозатора необходимо изучить раздел 1.2 руководства по эксплуатации 214.2.840.096РЭ.

3 Описание и работа



Рисунок 3.1 – Внешний вид дозатора автоматического

3.1 Назначение

Дозатор автоматический является составной частью хроматографа жидкостного "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014" и предназначен для автоматического отбора и ввода жидких образцов (проб) в жидкостный хроматограф, а также – для разбавления образцов и проведения предколоночной дериватизации.

Эксплуатация дозатора осуществляется в закрытых лабораторных и других помещениях, в которых горючие газы и легковоспламеняющиеся жидкости могут быть в количествах, недостаточных для создания взрывопожароопасной смеси.

3.2 Технические характеристики

Таблица 3.1 – Технические характеристики дозатора автоматического

Технические характеристики	
Режимы дозирования	– полное заполнение дозирующей петли – частичное заполнение дозирующей петли
Объём вводимого образца, мкл	
– для шприца 50 мкл	0,1 – 25
– для шприца 100 мкл	1 – 75
– для шприца 250 мкл	1 – 225
– для шприца 500 мкл	1 – 475
– для шприца 1000 мкл	5 – 975
Дискретность задания объёма вводимого образца, мкл	
– для шприцев 50, 100, 250 мкл	0,1
– для шприцев 500, 1000 мкл	0,5
Воспроизводимость дозирования при вводе 20 мкл пробы и установленной дозе 100 мкл, ОСКО*	< 0,5%
Линейность (коэффициент корреляции)	> 0,999
Диапазон термостатирования, °С	+5 – +60
Перенос пробы (с промывкой)	< 0,05%
Ёмкость лотков	120 (виалы 1,5 мл) 32 (виалы 10 мл)
Количество флаконов для реагента или промывочного растворителя	4 (виалы 10 мл)
Режимы промывки	– промывка порта ввода – промывка иглы в промывочном порте – промывка растворителем
Количество промывок перед отбором образца	до 10 (каждого типа)
Количество промывок после ввода образца	до 10 (каждого типа)
Задержка при отборе вязких образцов, с	1 – 5
Задержка перед вводом пробы, с	1 – 5
Коэффициент перезаполнения	0 – 1
Мёртвый объём, мкл	0 – 10
Добавочный объём, мкл	0 – 10

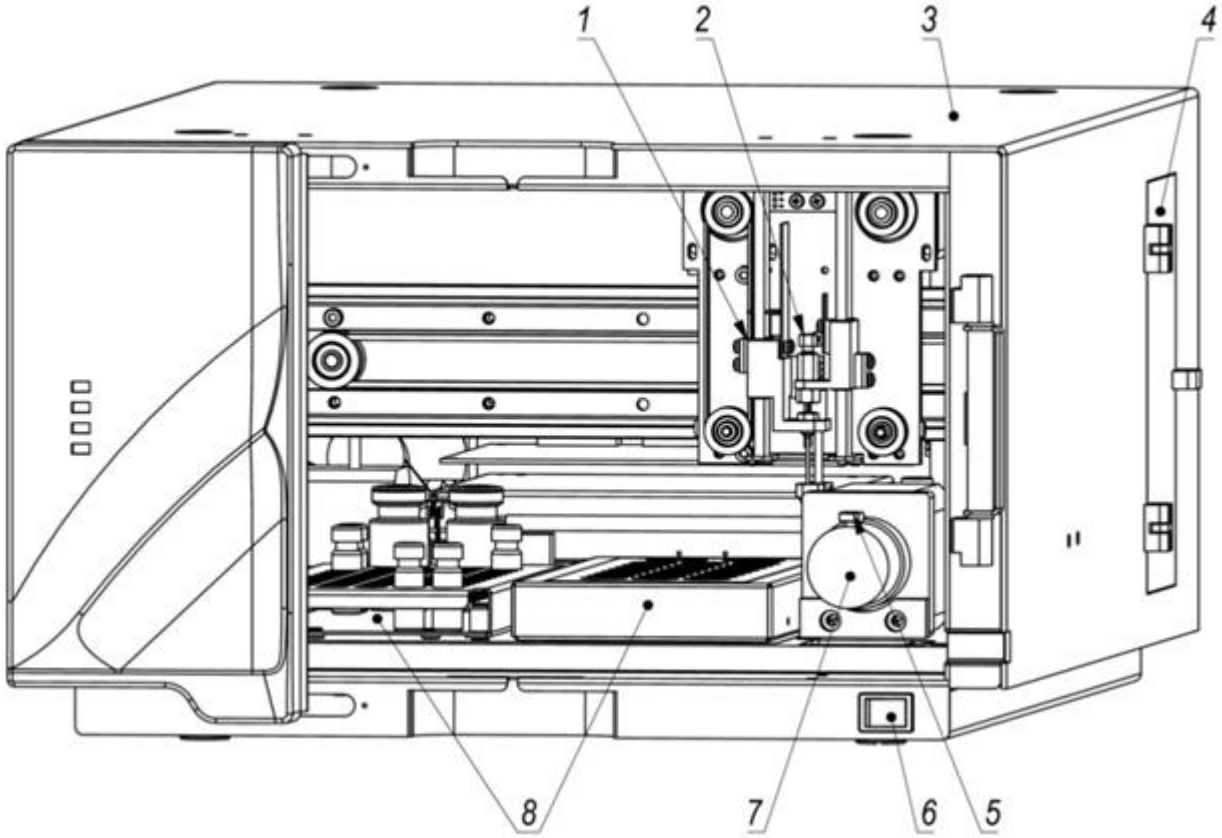
Технические характеристики	
Воздушный сегмент, мкл	0 – 10
Объём реагента при дериватизации, мкл	
– для шприца 50 мкл	0,1 – 25
– для шприца 100 мкл	1 – 75
– для шприца 250 мкл	1 – 225
– для шприца 500 мкл	1 – 475
– для шприца 1000 мкл	5 – 975
Конечный объём при разбавлении, мл	0,5 – 1,5
Коэффициент разбавления	1 – 1000
Регулировка скорости перемещения каретки, скорости перемещения штока шприца при отборе пробы и промывке	100%, 75%, 50%, 25%
Материалы, контактирующие с пробой	нержавеющая сталь или PEEK (исполнение -01), полифениленсульфид, ПВДФ, фторопласт-4
Габаритные размеры (ширина, высота, глубина), мм, не более	380 x 225 x 550
Электрическое питание	187 – 242 В, (50±1) Гц
Потребляемая мощность, Вт	140

* – при проверке воспроизводимости используются режимы хроматографа и контрольные пробы согласно методике поверки 214.2.840.096Д.

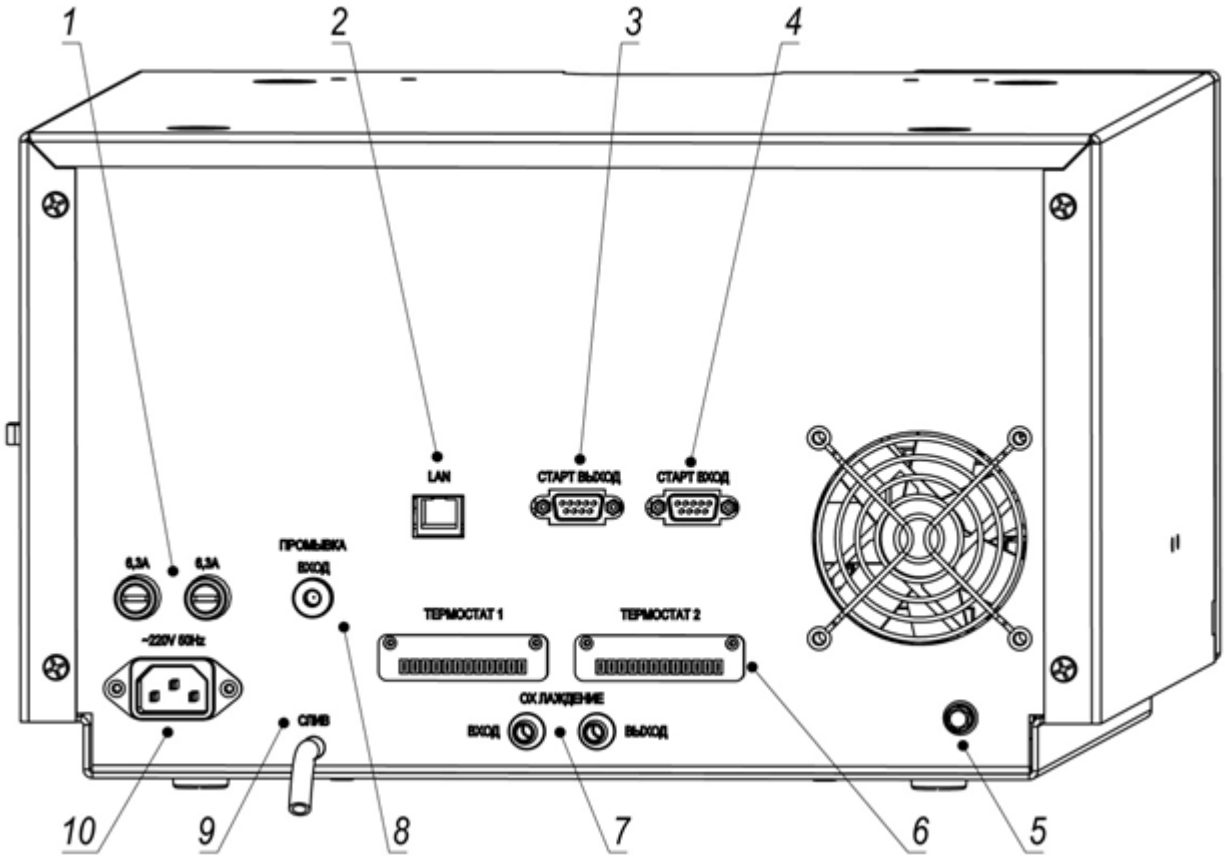
4 Устройство

4.1 Конструкция

Внешний вид дозатора и расположение основных узлов и частей показаны на рисунке 4.1.



1 – механизм вода с подвижными иглами для отбора и ввода пробы; 2 – иглы для отбора и ввода пробы; 3 – кожух; 4 – дверца для доступа к шприцу; 5 – порт для ввода пробы; 6 – сетевой выключатель; 7 – кран-дозатор автоматический с электроприводом; 8 – лотки для виал



1 – держатели предохранителей; 2 – гнездо "LAN" для подключения к ПК или к сетевому коммутатору; 3 – разъём "СТАРТ ВЫХОД"; 4 – разъём "СТАРТ ВХОД"; 5 – клемма дополнительного заземления; 6 – разъёмы для подключения блока термостатирования; 7 – штуцеры для подключения трубопроводов блока термостатирования; 8 – штуцер подачи промывочного растворителя; 9 – трубопровод слива растворителя из промывочного порта; 10 – гнездо для подключения шнура электропитания 220 В

Рисунок 4.1 – Общий вид дозатора автоматического

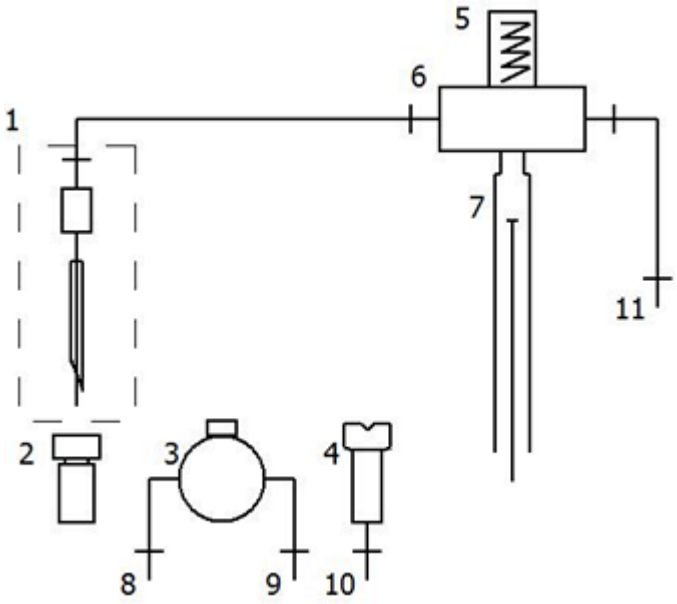
4.2 Составные части

Дозатор содержит следующие функциональные узлы:

- механизм ввода пробы с иглами для отбора и ввода пробы;
- двухкоординатная система перемещения механизма ввода;
- механизм дозирования;
- лотки для виал;
- кран-дозатор с электрическим приводом;
- промывочный порт;
- электронный блок управления механизмами дозатора.

На рисунке 4.2 приведена общая условная схема дозатора автоматического. Механизм ввода пробы включает в себя две подвижных каретки с иглами (1). Механизм дозирования состоит из шприца (7), тройника (6) и электромагнитного клапана (5). Отбор пробы осуществляется следующим образом: механизм ввода перемещается к виале (2), затем инжекционная иглы

погружается в виалу с образцом, производится отбор требуемого количества пробы при помощи шприца (7) механизма дозирования.



1 – подвижные каретки с иглами; 2 – виала; 3 – кран-дозатор; 4 – промывочный порт; 5 – клапан электромагнитный; 6 – тройник; 7 – шприц; 8 – штуцер "к насосу"; 9 – штуцер "к колонке"; 10 – слив промывочного порта; 11 – штуцер подачи промывочного растворителя

Рисунок 4.2 – Схема дозирующей системы

Ввод пробы осуществляется погружением инжекционной иглы в инжекционный порт крана (3) и заполнением дозы, подключённой к крану. Остаточное количество пробы сливается в порт (4).

Процедура промывки заключается в следующем: клапан (5) переключается в положение "Промывка" и в шприц (7) через штуцер (11) набирается промывочный растворитель из внешней ёмкости. Затем механизм ввода перемещается к крану (3) или порту (4) (в зависимости от типа промывки), клапан 5 переключается в положение "Проба" и промывочный растворитель сливается через инжекционную иглу. Более подробно все процедуры дозатора описаны в разделе "Режимы работы".

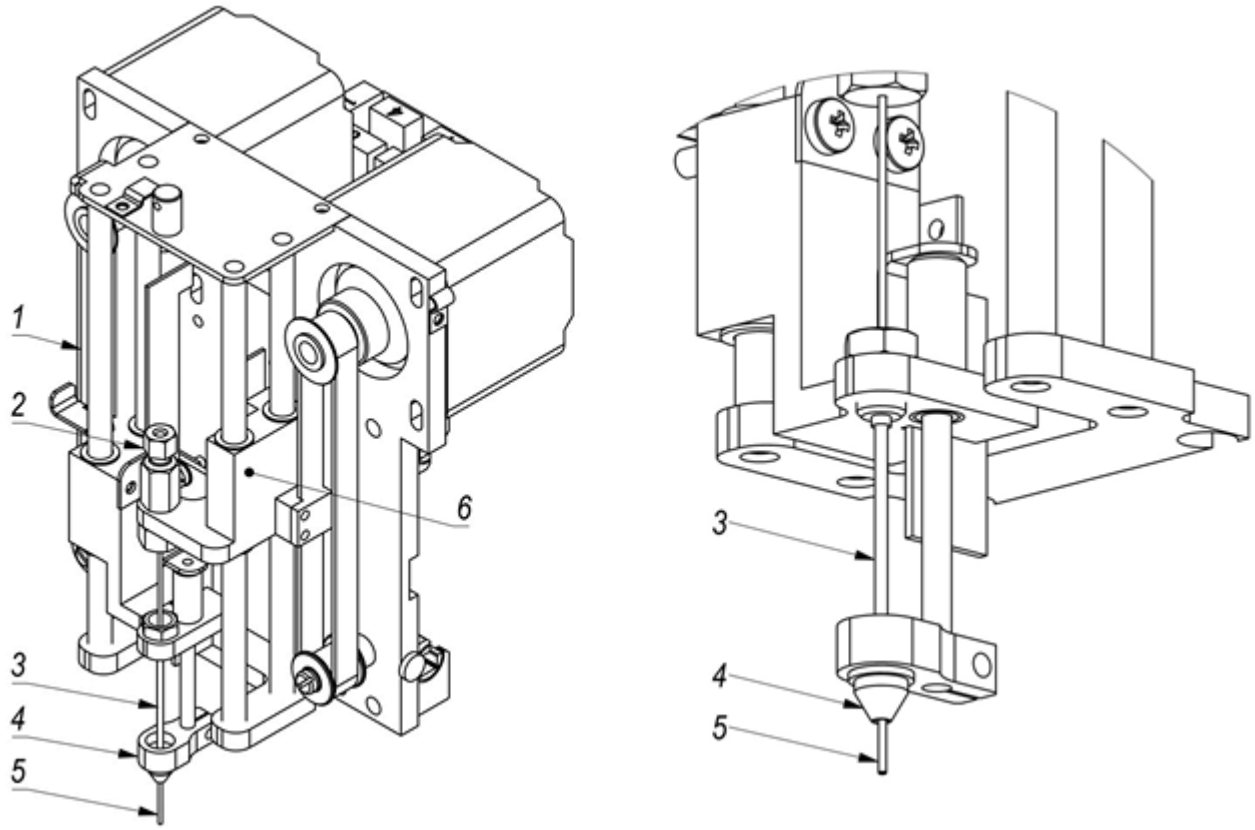
Процедура подготовки дозатора к работе описана в разделе "Подготовка дозатора к работе".

4.2.1 Механизм ввода

Механизм ввода пробы включает в себя две подвижные иглы: защитную иглу (3), инжекционную иглу (5) и датчик касания (4) (рисунок 4.3). Каждая игла независимая, приводится в движение при помощи электромеханического привода.

Защитная игла имеет заострённый конец и предназначена для протыкания септы, что исключает попадание её частиц в узел ввода пробы и засорение капилляров, портов крана или дозирующей петли. На каретке с защитной иглой расположен датчик касания, который

обеспечивает её правильное позиционирование. Датчик касания представляет собой конус, с отверстием в центре, в котором перемещаются иглы.



1 – каретка привода защитной иглы с датчиком касания; 2 – гайка 214.8.939.040 для уплотнения капилляра; 3 – защитная игла; 4 – датчик касания; 5 – инжекционная игла 214.6.054.020; 6 – каретка привода инжекционной иглы

Рисунок 4.3 – Механизм ввода

При отборе или вводе в первую очередь опускается защитная игла с датчиком касания. В случае ошибки позиционирования, отсутствия виалы или возникновения препятствий на пути иглы, происходит отмена операции, что предотвращает поломку инжекционной иглы.

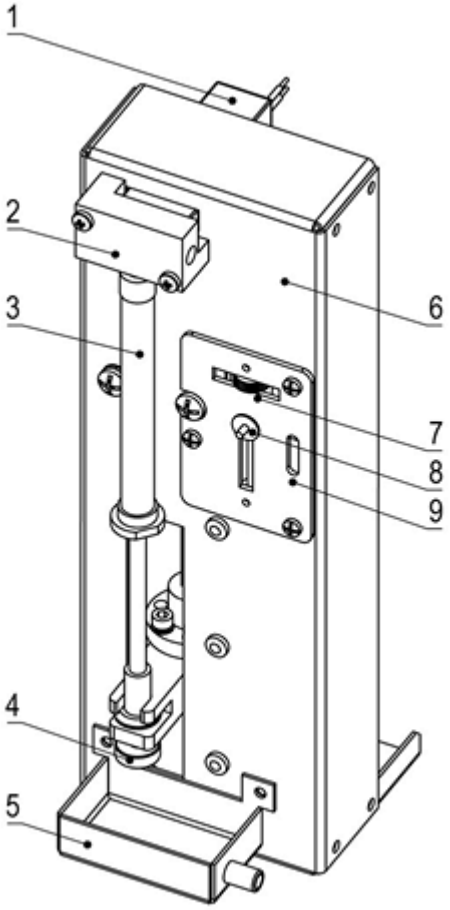
Инжекционная игла расположена внутри защитной иглы, и предназначена для отбора пробы из виалы и ввод пробы в порт крана. К верхнему концу инжекционной иглы подключается капилляр FEP с внутренним диаметром 0,76 мм, соединяющий её со шприцем. Капилляр уплотняется на игле при помощи гайки 2.

Механизм ввода перемещается по рельсовым направляющим при помощи двух электромеханических приводов. Это позволяет игле занимать позицию над одной из виал (2) (рисунок 4.4), над портом ввода (3) и промывочным портом (4).

4.2.2 Механизм дозирования

Механизм дозирования расположен в задней части дозатора. Для доступа к механизму предусмотрена дверца на правой боковой стенке.

Шприц расположен на кронштейне вместе с механизмом привода поршня, датчиком нулевого положения поршня, механизмом регулировки "нулевого" положения поршня и промывочным клапаном с тройником.



1 – промывочный клапан; 2 – тройник; 3 – шприц; 4 – винт фиксации поршня шприца; 5 – лоток; 6 – кронштейн; 7 – гайка калибровки "нулевого" положения поршня; 8 – винт фиксации; 9 – индикатор "нулевого" положения поршня

Рисунок 4.4 – Механизм дозирования

Дозирование жидкости во всех операциях дозатора осуществляется газоплотным шприцем. Шприц (3) верхней частью фиксируется в тройнике (2) при помощи резьбового соединения UNF 1/4-28, поршень шприца зажимается в держателе при помощи винта (4). В дозаторе могут быть установлены шприцы разного объёма. Некоторые технические характеристики дозатора: диапазон вводимых объёмов и дискретность дозирования, зависят от объёма установленного шприца. В дозаторе применяются шприцы, перечисленные в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Перечень шприцев, применяемых в дозаторе автоматическом и характеристики дозирования.

Объём шприца, мкл	Объём дозирования, мкл	Дискретность, мкл
50	0,1 – 25	0,1
100	1 – 75	0,1
250	1 – 225	0,1
500	5 – 475	0,5
1000	10 – 975	1

Рекомендуется выбирать такой объём шприца, чтобы при дозировании пробы ход поршня составлял не менее 10 % от полной шкалы. Например, для дозирования 10 – 20 мкл пробы лучше всего использовать шприцы объёмом 50 мкл или 100 мкл. При использовании шприцев большего объёма может снизиться точность дозирования, что приведёт к ухудшению воспроизводимости результатов.

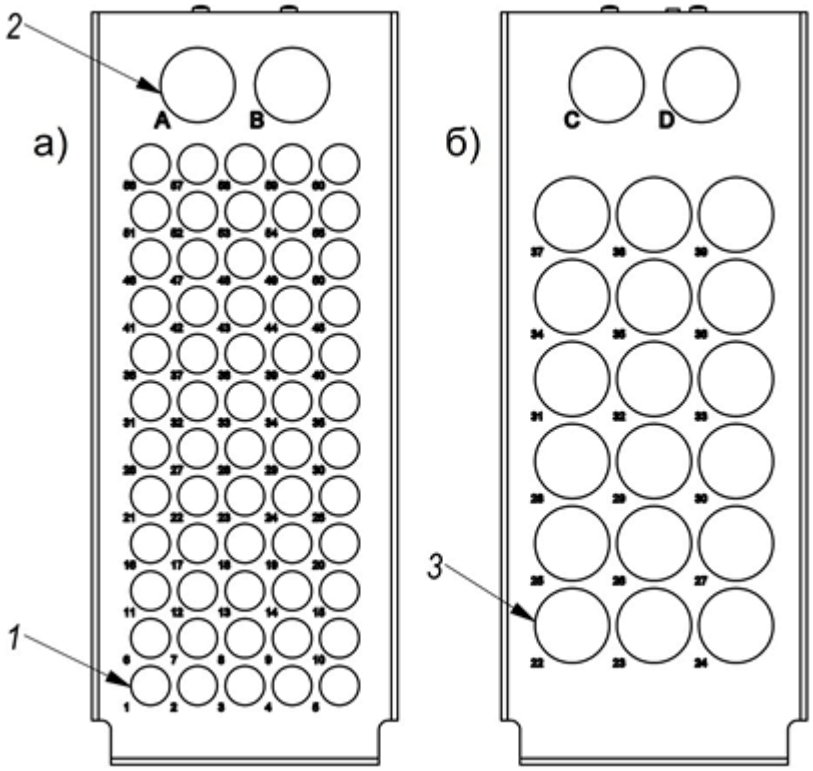
Перемещение поршня шприца осуществляется за счет преобразования вращательного движение шагового электродвигателя в поступательное, при помощи передачи "винт-гайка". "Нулевое" положение поршня определяется оптоэлектронным датчиком, положение которого настраивается при помощи гайки (7) и светового индикатора (8) (рисунок 4.4). После настройки "нулевого" положения поршня датчик фиксируется при помощи винта 8. Процедура калибровки "нулевого" положения поршня шприца описана в разделе 7.

Электромеханический привод механизма дозирования обеспечивает перемещение поршня шприца с различной скоростью, что позволяет регулировать скорость промывки и скорость отбора и ввода пробы.

Лоток (5) предназначен для сбора жидкости в случае возникновения утечки в местах уплотнений шприца и капилляров в тройнике (2).

4.2.3 Лотки для виал

В дозатор устанавливается два лотка для виал. Каждый лоток в нижней части имеет фиксаторы для установки в соответствующие отверстия основания.



а) – лоток для виал объёмом 1,5 мл; б) – лоток для виал объёмом 10 мл.

1 – позиция для виалы с пробой 1,5 мл; 2 – позиция для флакона 10 мл: с растворителем для разбавления, промывки, и реагентом для дериватизации; 3 – позиция для виалы 10 мл с пробой

Рисунок 4.5 – Типы применяемых лотков

Лоток для виал объёмом 1,5 мл (рисунок 4.5 а) вмещает 60 виал для образцов и два флакона объёмом 10 мл. Лоток для виал объёмом 10 мл (рисунок 4.5 б) вмещает 18 виал для образцов и два флакона объёмом 10 мл.

Флаконы A, B, C, D имеют следующие предназначения:

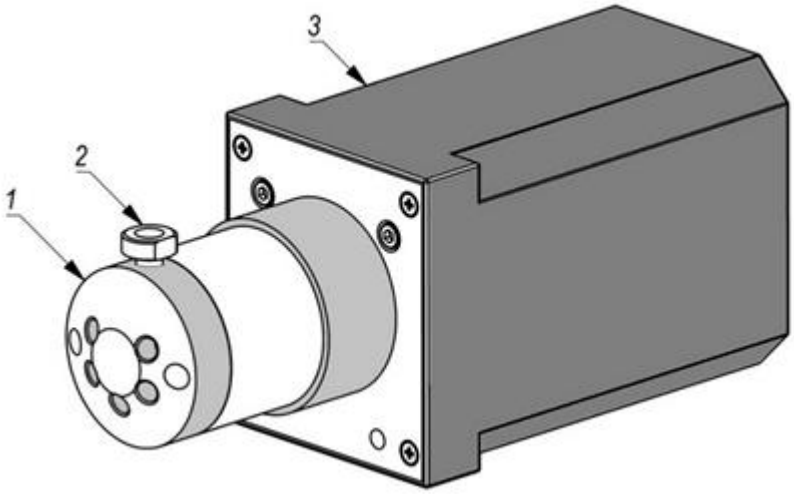
- промывочный растворитель, используемый в процедуре "Промывка иглы растворителем";
- растворитель, используемый в процедуре "Разведение";
- реагент, используемый в процедуре "Дериватизация".

Дозатор позволяет работу при наличии лишь одного лотка: левого или правого. При работе с двумя лотками, оба лотка должны быть одного типа: для виал объёмом 1,5 мл или 10 мл. Лотки оснащены магнитными датчиками, с помощью которых дозатор может автоматически определять тип установленного лотка.

При наличии системы поддерживания температуры образцов, применяются лотки специального типа. Термостатируемые лотки полностью совместимы со стандартными лотками, отличие – в более эффективном термостатировании пробы.

4.2.4 Кран-дозатор

В дозаторе автоматическом применяется 6-портовый двухпозиционный автоматический кран-дозатор с вертикальным инжекционным портом. Механизм переключения крана включает в себя электрический привод с редуктором и контроллер.



1 – кран-дозатор; 2 – инжекционный порт; 3 – электропривод с редуктором

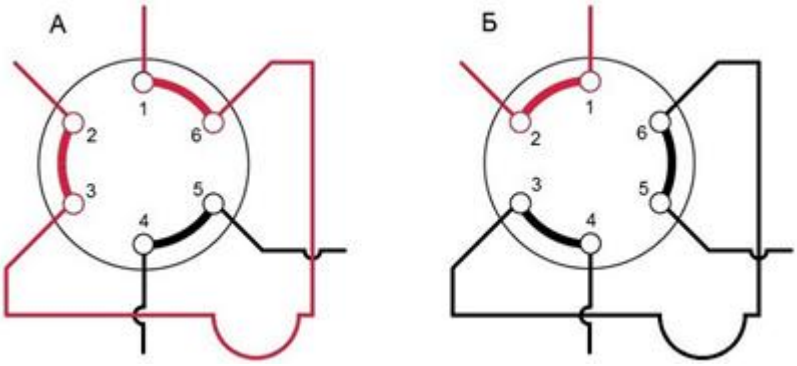
Рисунок 4.6 – Кран-дозатор автоматический

На рисунке 4.7 приведена схема потоков в кране – в каждом из положений.

А – положение крана "ВВОД ПРОБЫ";

Б – положение крана "АНАЛИЗ".

Перед вводом пробы в дозу производится поворот крана-дозатора в положение "ВВОД ПРОБЫ". При этом проба, поступающая через инжекционный порт 1, заполняет полностью или частично дозирующую петлю. Элюент и излишки пробы сливаются через порт 2. После завершения процедуры ввода пробы в дозу кран переводится в положение "АНАЛИЗ", и содержимое дозы с потоком элюента поступает в хроматографическую колонку.

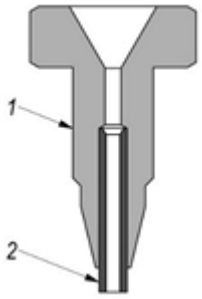


1 – инжекционный порт; 2 – порт выхода пробы; 3,6 – порты для подключения дозы; 4 – к насосу ВЭЖХ; 5 – к колонке

Рисунок 4.7 – Схема коммутации внутренних каналов крана-дозатора

Для заполнения дозы пробой и промывке внутренних каналов крана при помощи иглы используется инжекционный порт, который состоит из штуцера (1) и уплотняющей трубки (2) (рисунок 4.8).

Штуцер 1 изготовлен из полимера PEEK и в верхней части имеет коническое углубление для центрирования датчика касания и инжекционной иглы при вводе пробы и промывке инжекционного порта. Фторопластовая трубка 2 имеет внутренний диаметр, равный внешнему диаметру инжекционной иглы. При установке порта в кран-дозатор происходит его уплотнение по торцу трубки. При необходимости (из-за износа в процессе работы) инжекционный порт может быть заменён (раздел "Обслуживание инжекционного порта").



1 – гайка; 2 – уплотняющая трубка

Рисунок 4.8 –Инжекционный порт 214.6.454.170

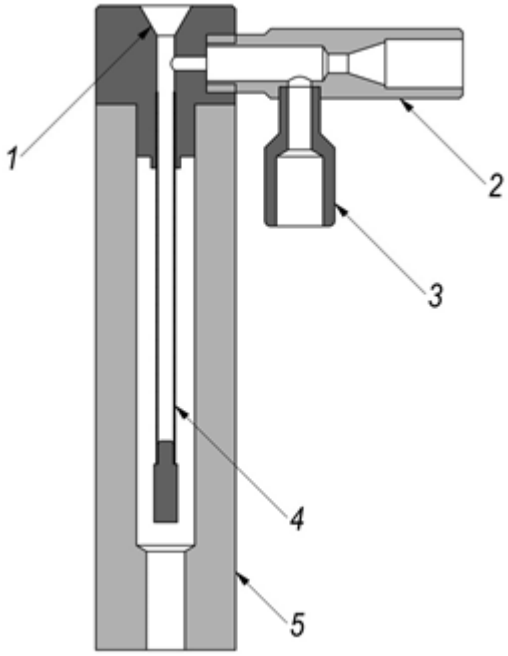
4.2.5 Промывочный порт

В дозаторе предусмотрено три алгоритма промывки: промывка инжекционного порта, промывка иглы в промывочном порте, промывка иглы растворителем. Процедуры промывки описаны подробно в разделе "Режимы промывки".

Промывочный порт (рисунок 4.9) используется для слива излишков пробы из шприца и крана-дозатора, и для промывки инжекционной иглы. Конструктивно промывочный порт выполнен в виде металлической трубки 4, заглушенной с одного конца. Трубка 4 установлена в порте 1, который в верхней части имеет коническое углубление для позиционирования датчика касания, штуцеры 2 и 3. К штуцеру 2 подключается трубопровод от порта выхода пробы крана-дозатора. Штуцер 2 расположен на одном уровне с инжекционным портом для предотвращения вытекания жидкости из-за разницы уровней концов трубопровода.

Штуцер 3 предназначен для подключения сливной трубки, через которую удаляется содержимое промывочного порта. Сливная трубка выведена через отверстие "СЛИВ" на задней панели дозатора.

Процедура промывки иглы в промывочном порте обеспечивает очистку внутренней и внешней поверхностей иглы растворителем. Внешняя поверхность иглы промывается за счёт того, что при погружении инжекционной иглы в промывочную камеру, поток растворителя, поступающий из иглы, поднимается в камере до уровня сливного отверстия, соединённого со штуцерами 2 и 3, а затем сливается через штуцер 3. Поток растворителя в полости, расположенной между внешней поверхностью инжекционной иглы и стенками камеры 4 обеспечивает качественную промывку иглы.



1 – порт; 2 – штуцер для слива из крана-дозатора; 3 – штуцер для слива жидкости из промывочного порта; 4 – промывочная камера; 5 – корпус

Рисунок 4.9 – Промывочный порт

При чрезмерном загрязнении промывочного порта необходимо его промыть. Процедура промывки описана в разделе 8.

4.2.6 Датчик открытия дверцы

Дозатор оборудован датчиком открытия дверцы. При открывании дверцы в процессе работы дозатора, скорости перемещения всех механизмов автоматически уменьшаются для обеспечения его безопасности работы.

Для предотвращения травмирования или поломки дозатора запрещается производить какие-либо манипуляции с частями дозатора в процессе его работы.

4.3 Панель индикации

На передней панели имеются четыре светодиодных индикатора:



"СЕТЬ" – индикатор активен при включении прибора в сеть.

"СОЕДИНЕНИЕ" – индикатор в постоянном свечении, если прибор подключён, прерывистое свечение – если подключение отсутствует.

"ГОТОВНОСТЬ / АНАЛИЗ" – индикатор в постоянном свечении, если прибор находится в состоянии готовности, прерывистое свечение – во время выполнения программы.

"АВАРИЯ" – индикатор активируется в случае возникновения ошибки.

5 Режим работы

Режим работы дозатора представляет собой набор команд, выполняемых последовательно.

Все команды последовательности по своему назначению объединяются в следующие группы, которые могут быть включены или выключены из общей последовательности:

Промывка иглы в промывочном порте	**Промывка перед вводом**
Промывка инжекционного порта	
Промывка иглы растворителем	
Разбавление	
Дериватизация	
Отбор и ввод пробы	
Промывка иглы в промывочном порте	**Промывка после ввода**
Промывка инжекционного порта	
Промывка иглы растворителем	

5.1 Режимы промывки

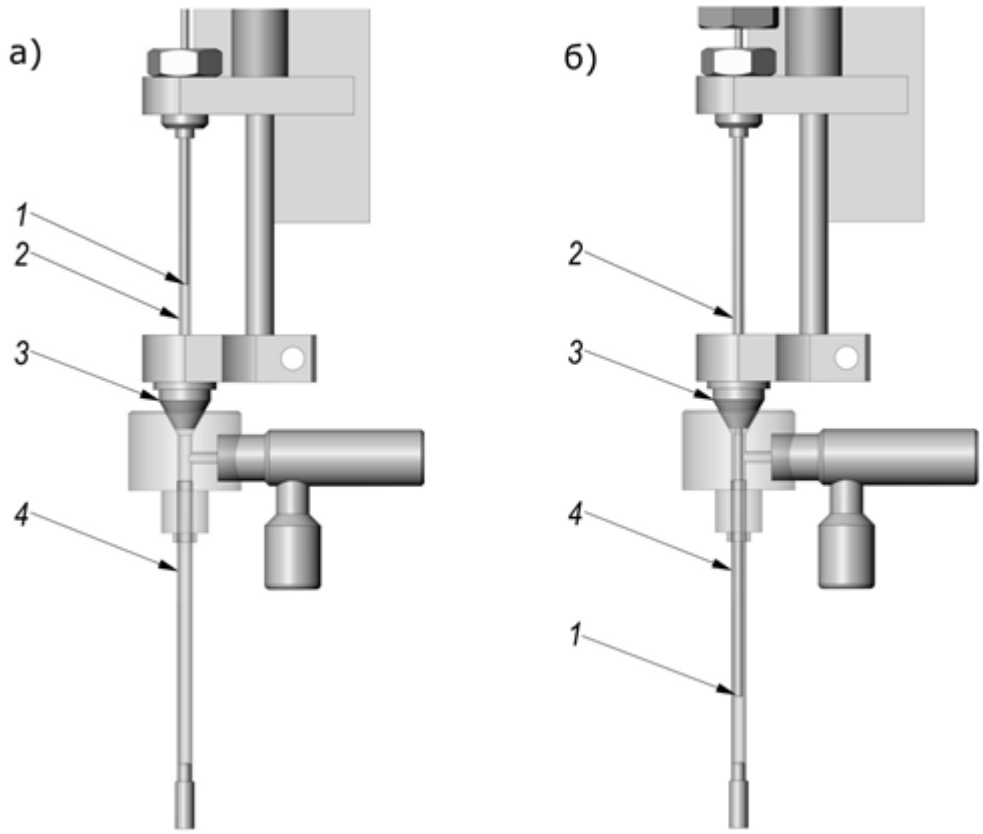
5.1.1 Промывка иглы в промывочном порте

Режим промывки иглы в промывочном порте предназначен для промывки внутренней и внешней поверхности инжекционной иглы растворителем, а также для промывки внутренней поверхности защитной иглы.

Для промывки в этом режиме используется растворитель, поступающий через штуцер "ПРОМЫВКА ВХОД" на задней панели дозатора.

Алгоритм промывки иглы в промывочном порте, следующий:

- механизм ввода занимает позицию над промывочным портом;
- защитная игла опускается до момента срабатывания датчика касания, при этом инжекционная игла остаётся в исходном положении (рисунок 5.1, а);
- промывочный клапан переключается в положение "ПРОМЫВКА" и в шприц набирается заданный объём растворителя из ёмкости через капилляр, подключённый к штуцеру "ПРОМЫВКА ВХОД" на задней панели дозатора;
- промывочный клапан переключается в положение "ОТБОР ПРОБЫ" и растворитель сливается в порт;
- инжекционная игла опускается в промывочную камеру и повторяется процедура промывки, описанная выше;
- процедура повторяется заданное оператором количество раз;
- обе иглы поднимаются до исходного положения, и механизм ввода перемещается в следующую позицию.



1 – конец инжекционной иглы; 2 – защитная игла; 3 – датчик касания; 4 – промывочная камера

Рисунок 5.1 – Промывочный порт

В положении "а" (рисунок 5.1) производится промывка внутренней поверхности инжекционной и защитной игл, в положении "б" промывается внешняя поверхность инжекционной иглы.

При использовании функции промывки иглы в промывочном порте необходимо убедиться, что в бутыли для растворителя имеется промывочный растворитель, и капилляр для подачи растворителя подключен к штуцеру "ПРОМЫВКА ВХОД" на задней панели дозатора.

5.1.2 Промывка инжекционного порта

Промывка инжекционного порта предназначена для удаления пробы, заполняющей "мёртвый объём" крана-дозатора.

Мёртвый объём – это внутренний объём крана-дозатора, который заполняется пробой при вводе, однако эта проба не попадает в хроматографическую колонку после поворота крана, а остаётся в нём. Мёртвый объём включает в себя объём инжекционного порта и объём внутреннего канала крана, соединяющего два соседних порта (рисунок 5.2).

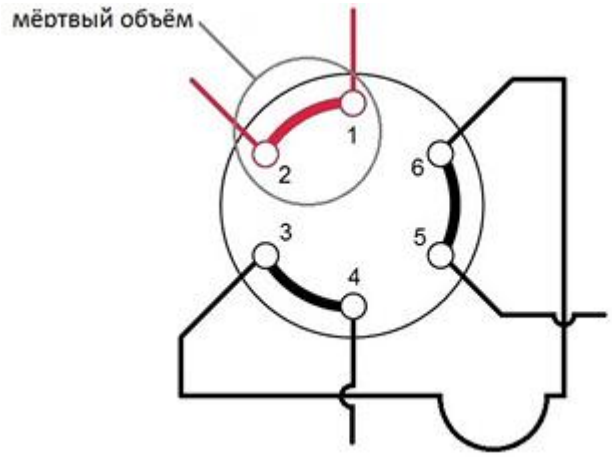


Рисунок 5.2 – Мёртвый объём крана-дозатора

Промывка инжекционного порта выполняется в положении крана-дозатора "АНАЛИЗ". При этом промывочный растворитель, поступающий в инжекционный порт через инжекционную иглу, промывает внутренний канал крана и сливается через порт 2.

Алгоритм промывки инжекционного порта, следующий:

- механизм ввода занимает позицию над инжекционным портом;
- защитная игла опускается до момента срабатывания датчика касания, инжекционная игла опускается на заданную глубину до момента уплотнения в порте;
- промывочный клапан переключается в положение "ПРОМЫВКА" и в шприц набирается заданный объём растворителя из ёмкости через капилляр, подключённый к штуцеру "ПРОМЫВКА ВХОД" на задней панели дозатора;
- промывочный клапан переключается в положение "ОТБОР ПРОБЫ" и растворитель прокачивается через инжекционный порт;
- процедура повторяется заданное оператором количество раз;
- обе иглы поднимаются до исходного положения, и механизм ввода перемещается к следующей позиции.

5.1.3 Промывка иглы растворителем

Процедура промывки иглы растворителем применяется для дополнительной промывки иглы при работе с вязкими пробами и пробами, которые хорошо адсорбируются на поверхности иглы.

Для промывки используется растворитель, который необходимо установить в любую из позиций A – D. Номер позиции виалы с растворителем указывается в программе при создании метода.

Процедура промывки заключается в том, что из виалы с растворителем отбирается заданный объём жидкости, который затем сливается в промывочный порт. При этом обеспечивается промывка иглы и удаление остатков труднорастворимой пробы.

Алгоритм промывки иглы, следующий:

- механизм ввода занимает позицию над виалой с растворителем;
- из виалы отбирается заданное количество растворителя;
- узел ввода перемещается к промывочному порту;
- инжекционная игла погружается в промывочный порт и растворитель сливается;
- процедура повторяется заданное оператором количество раз.

5.2 Разбавление

Процедура разбавления предназначена для автоматического разбавления пробы до требуемой концентрации.

Для алгоритма разбавления необходимо указать номер виалы для конечного раствора, виалу с пробой, виалу с растворителем, а также объём конечного раствора и коэффициент разбавления.

Алгоритм процедуры разбавления, следующий:

- механизм ввода занимает позицию над виалой с пробой;
- из виалы отбирается объём $V_1 = V/k$, где V – конечный объём раствора, k – коэффициент разбавления;
- механизм ввода перемещается к виале для конечного раствора;
- проба сливается в виалу;
- механизм ввода перемещается к флакону с растворителем;
- отбирается объём растворителя $V_2 = V - V_1$;
- механизм ввода перемещается к виале для конечного раствора;
- растворитель сливается в виалу;
- если объёма шприца недостаточно для отбора необходимого объёма пробы или растворителя, производится несколько циклов отбора.

5.3 Дериватизация

Функция дериватизации обеспечивает введение реагента в виалу с образцом, где происходит предколоночная реакция, и образовавшийся дериват вводится в хроматограф.

Для выполнения дериватизации необходимо установить флакон с реагентом в одну из позиций A – D, и в методе хроматографа задать объём вводимого реагента.

Алгоритм дериватизации следующий:

- механизм ввода перемещается к указанному флакону с реагентом;
- отбирается заданный объём реагента;
- механизм ввода перемещается к виале с образцом и добавляет реагент в виалу;
- механизм ввода перемещается в начальное положение.

5.4 Отбор и ввод пробы

Базовая функция дозатора – отбор проб из заранее установленных в его лоток виал, и ввод их в жидкостный хроматограф согласно заданной оператором программе. Дозатор обеспечивает постоянство вводимого объёма пробы, условия ввода, минимизируя влияние негативных факторов – таких как перенос пробы.

Отбор и ввод пробы производится при помощи подвижного механизма ввода (рисунок 2.4), который перемещает инжекционную иглу, и неподвижного механизма дозирования (рисунок 2.5), который обеспечивает отбор заданного количества жидкости при помощи шприца. Инжекционная игла соединяется со шприцем капилляром. В процессе работы дозатора проба отбирается, заполняя внутренний объём иглы и капилляра, но не попадает в шприц.

В общем случае алгоритм отбора и ввода пробы, следующий:

- механизм ввода перемещается к заданной виале с пробой;
- отбирается воздушный сегмент заданного объёма *Va*;
- игла опускается в виалу;
- отбирается проба;
- механизм ввода перемещается к инжекционному порту, инжекционная игла опускается в порт;
- кран переводится в положение "ВВОД ПРОБЫ";
- проба вводится в кран;
- кран переводится в положение "АНАЛИЗ";
- механизм ввода перемещается к промывочному порту;
- остатки пробы и воздушный сегмент сливаются в промывочный порт;
- механизм ввода перемещается в начальное положение.

Дозатор поддерживает два режима ввода пробы:

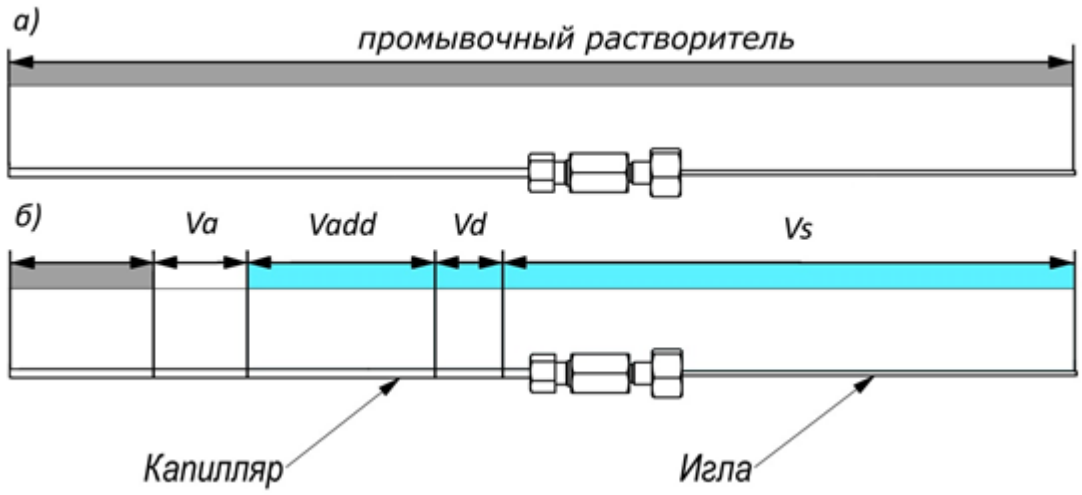
- ввод пробы с полным заполнением дозы;
- ввод пробы с частичным заполнением дозы.

Тот или иной режим ввода – с соответствующим алгоритмом – реализуется в зависимости от заданного объёма пробы и объёма установленной дозы.

5.4.1 Режим полного заполнения дозы

Режим ввода пробы с полным заполнением дозы реализуется, когда заданный объём пробы равен объёму установленной дозы и объём шприца достаточный, чтобы отобрать заданное количество пробы.

$$V_s = V_{loop}$$



а) до отбора игла заполнена промывочным растворителем, б) содержимое иглы после отбора

Рисунок 5.3 – Схема отбора пробы

На рисунке 3.3 схематично показано содержимое иглы после отбора пробы из виалы.

В режиме работы дозатора с полным заполнением дозы из виалы отбирается объём пробы:

$$V = V_{loop} + K \cdot V_{loop} + V_d + V_{add}$$

V_{loop} – объём дозы;

K – коэффициент перезаполнения;

V_d – мёртвый объём;

V_{add} – добавочный объём.

Воздушный сегмент (*V*a) – объём воздуха, отбираемый до начала отбора пробы и предназначенный для разделения и предотвращения смешивания в капилляре промывочного растворителя и пробы.

Коэффициент перезаполнения (*K*) – задаёт избыток пробы, вводимой в дозу для гарантированного заполнения.

Мёртвый объём (*V*d) – объём инжекционного порта и внутренних каналов крана. Чтобы исключить потерю пробы из-за наличия мёртвого объёма крана, дозатор вводит дополнительный объём пробы, равный мёртвому объёму.

Добавочный объём (*V*add) – дополнительный объём пробы, который отбирается из виалы и не вводится в кран. Добавочный объём предотвращает попадание воздушного сегмента в кран. После окончания ввода воздушный сегмент и добавочный объём сливаются в промывочный порт.

На рисунке 5.4 схематично показан процесс ввода пробы в режиме полного заполнения дозы.

Кран переводится в положение "ВВОД ПРОБЫ", при этом доза заполнена элюентом. Ввод пробы продолжается до тех пор, пока в игле не останется объём V_{add}. Излишек пробы $K \cdot V_{loop}$ выходит наружу. Доза оказывается полностью заполненной пробой. После поворота крана содержимое дозы попадает с потоком элюента в хроматографическую колонку.

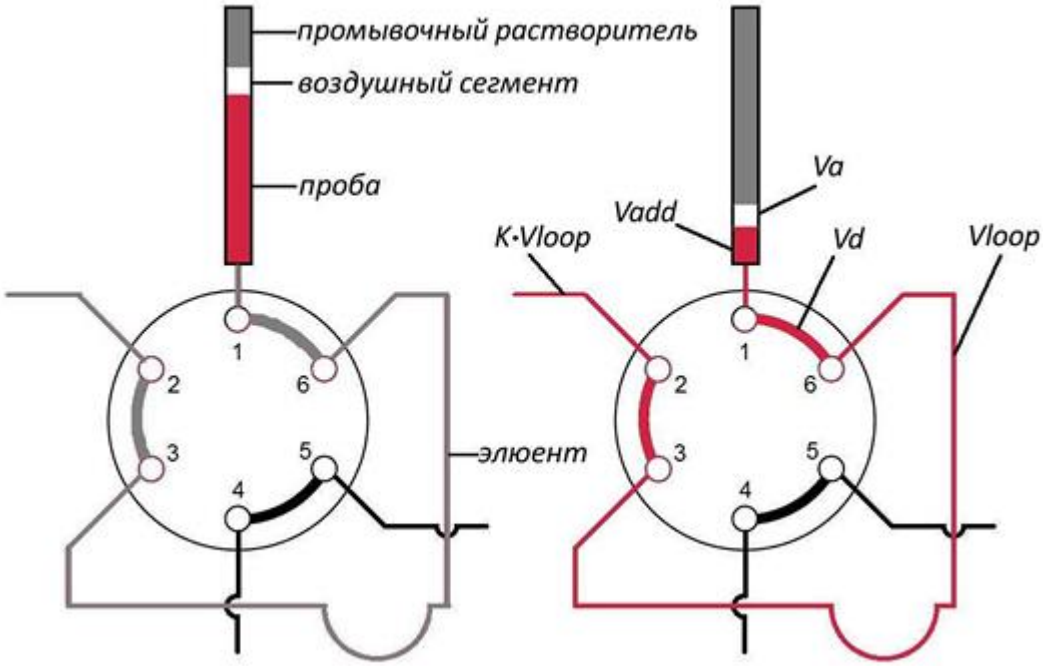


Рисунок 5.4 – Схема ввода в режиме полного заполнения дозы

Режим ввода с полным заполнением дозы обеспечивает постоянство вводимого объёма пробы с высокой точностью, что приводит к малой погрешности результата. Для изменения вводимого объёма пробы необходимо заменить дозу.

Если в процессе работы нет необходимости часто варьировать объём вводимой пробы, рекомендуется использовать режим полного заполнения дозы для повышения стабильности результатов измерения.

5.4.2 Режим частичного заполнения дозы

Режим ввода пробы с частичным заполнением дозы реализуется, когда заданный объём пробы меньше объёма установленной дозы.

$$V_s < V_{loop}$$

В таком режиме после ввода пробы доза лишь частично заполнена пробой, другая часть остаётся заполненной элюентом.

В режиме работы дозатора с полным заполнением дозы из виалы отбирается объём пробы:

$$V = V_s + V_d + V_{add}$$

V_s – объём пробы;

V_d – мёртвый объём;

V_{add} – добавочный объём.

На рисунке 5.5 схематично показан процесс ввода пробы в режиме частичного заполнения дозы.

Кран переводится в положение "ВВОД ПРОБЫ", при этом доза заполнена элюентом. Ввод пробы продолжается до тех пор, пока в игле не останется объём V_{add}. Объём пробы V_d заполняет мёртвый объём крана, а в дозу попадает объём пробы V_s, частично вытесняя элюент.

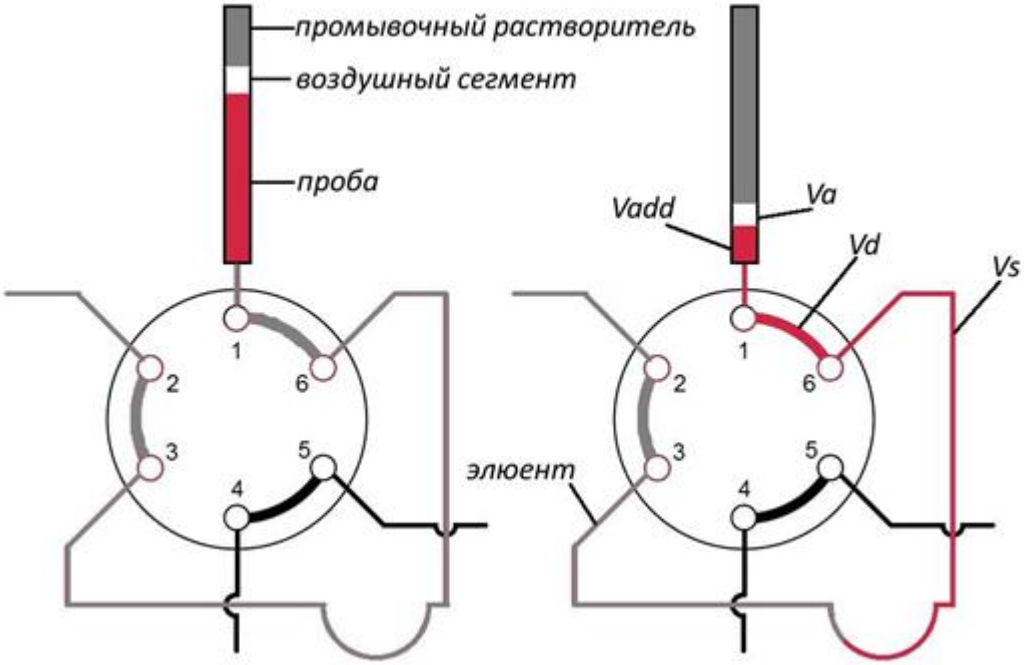


Рисунок 5.5 – Схема ввода в режиме частичного заполнения дозы

При использовании режима частичного заполнения дозы может ухудшиться сходимость результатов измерений, так как в этом режиме на точность ввода влияет точность перемещения поршня шприца, наличие воздуха в линии дозирования и некоторые другие факторы. Для повышения метрологических характеристик используйте режим с полным заполнением дозы.

Преимуществом использования режима частичного заполнения является то, что оператор может варьировать вводимый объём пробы без замены дозы.

При работе с использованием режима частичного заполнения дозы для получения корректных результатов измерений рекомендуется следовать некоторым правилам:

- Не рекомендуется вводить объём пробы, превышающий половину объёма дозы.
- Всегда используйте функцию промывки инжекционного порта между анализами, чтобы удалить остатки пробы из мёртвого объёма крана.
- Результаты измерений могут отличаться при использовании режима полного заполнения дозы и при вводе такого же объёма пробы в режиме частичного заполнения дозы – с использованием дозы большего объёма.

6 Подготовка к работе

6.1 Меры безопасности

Дозатор автоматический является устройством робототехники, поэтому следует остерегаться его движущихся частей, исключать наличие посторонних предметов в зонах движущихся частей дозатора.

К работе с дозатором допускаются лица, изучившие настоящее руководство, и прошедшие проверку навыков работы на рабочем месте.

Дозатор должен быть заземлен. Заземление осуществляется с помощью сетевой вилки или через клемму заземления, расположенную на задней панели дозатора. Контакт "⏚" сетевой розетки для подключения дозатора должен быть соединен с контуром (шиной) внешнего заземления с помощью медного провода сечением не менее 1,5 мм^2; клемму подключают к контуру заземления с помощью кабеля 6.644.056 из комплекта ЗИП 214.4.060.197.

Работа со снятым кожухом **ЗАПРЕЩАЕТСЯ!**

Техническое обслуживание допускается проводить только при отключенном шнуре питания от электросети.

Замену виал, заправку флаконов растворителями допускается проводить только в перерывах в работе дозатора, (перерыв между завершением одного анализа и началом другого).

При работе с ядовитыми и агрессивными веществами должны соблюдаться меры, регламентируемые ГОСТ12.1.004-91, а также меры, предусмотренные в специальных инструкциях, разрабатываемых потребителем (в соответствии со спецификой применяемых веществ), на основании ГОСТ 12.1.007-76.

6.2 Подготовка к работе

Перед первым включением дозатора необходимо снять транспортную скобу, фиксирующую подвижный механизм ввода.

Далее нужно проверить фиксацию шприца (3) в тройнике (2) механизма дозирования и фиксацию поршня винтом (4) (см. рисунок 4.4). При необходимости нужно подтянуть шприц и винт "от руки" без использования инструмента.

Разместить оба лотка в дозаторе. Первый лоток (нумерация виал с первой) устанавливается слева.

При установке жидкостного хроматографа в виде "стойки" рекомендуется разместить дозатор под насосом. Дозатор может быть установлен сбоку от хроматографа.

Подключить дозатор к сети переменного тока 220 В 50 Гц при помощи шнура сетевого из комплекта ЗИП 214.4.060.197.

Подключить дозатор к сети LAN при помощи шнура коммутационного патч-корд из комплекта ЗИП 214.4.060.197.

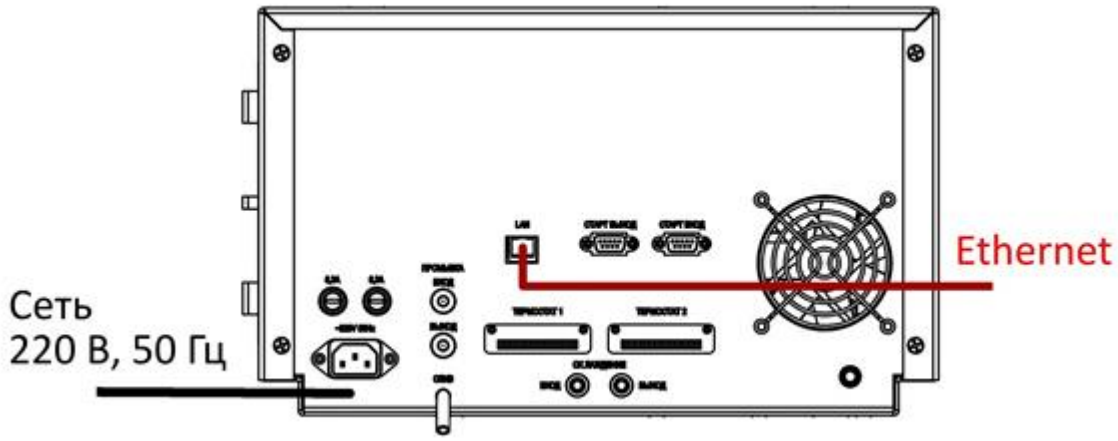


Рисунок 6.1 – Подключение электропитания и сети Ethernet

6.2.1 Подключение к ПК

Соединение дозатора с ПК осуществляется по интерфейсу Ethernet при помощи кабеля коммутационного патч-корд из комплекта ЗИП дозатора.

Перед запуском ПО "Хроматэк-Аналитик" изучите раздел 2.1.12 Руководства по эксплуатации на хроматограф жидкостный "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014" 214.2.840.096РЭ и руководство по эксплуатации программного обеспечения "Хроматэк-Аналитик" 214.00045–51И.

Ниже описана процедура подключения дозатора:

- При помощи патч-корда из комплекта ЗИП соедините дозатор с концентратором. Для этого один конец кабеля вставьте в гнездо LAN на задней панели детектора, другой конец соедините с концентратором LAN, который подключён к сетевой плате компьютера;
- Убедитесь в правильности настройки параметров сетевой платы компьютера. Конфигурирование сетевого интерфейса ПК описано в разделе 2.1.12 руководства по эксплуатации 214.2.840.096РЭ хроматографа жидкостного "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2104".

6.3 Подключение жидкостных трубопроводов

Перед началом работы необходимо включить дозатор в жидкостный тракт хроматографа, обеспечить наличие промывочного растворителя и установить бутыль для слива отработанного растворителя.

Поместить трубку "СЛИВ" в бутыль для слива использованного растворителя. Можно использовать любую стеклянную или пластиковую бутыль.

Бутыль для слива должна находиться ниже уровня дозатора, иначе будет происходить утечка растворителя внутри дозатора из-за эффекта сообщающихся сосудов.

Обеспечить дегазацию и подачу промывочного растворителя. Для этого:

- подключить капилляр FEP из комплекта ЗИП 214.4.060.197 к штуцеру "ПРОМЫВКА ВХОД" на задней панели дозатора при помощи гайки 214.8.939.039-01;

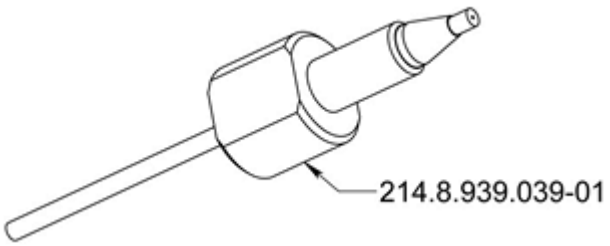


Рисунок 6.2 – Коническое уплотнение трубопроводов

- другой конец капилляра подключить к выходу одного из каналов вакуумного дегазатора при помощи гайки 214.8.939.038, муфты 214.8.658.072 и втулки 214.8.224.044 из комплекта ЗИП;

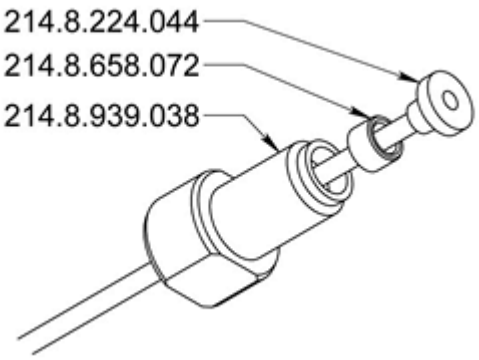


Рисунок 6.3 – Торцевое уплотнение трубопроводов

- налить промывочный растворитель в бутыль из комплекта ЗИП (рекомендации по выбору промывочного растворителя смотри в разделе 5.3.1);
- к входу используемого канала дегазатора подключить трубопровод из комплекта ЗИП дегазатора;

- свободный конец трубопровода поместить в бутыль через отверстие в крышке;
- бутыль установить в лоток для растворителей или на стол рядом с хроматографом (рисунок 4.4).

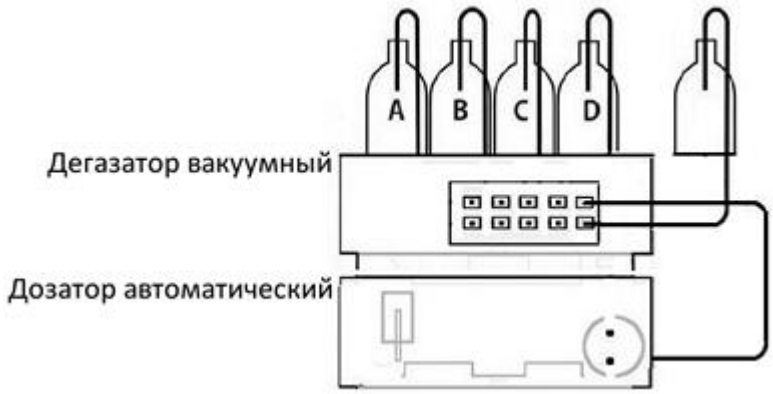


Рисунок 6.4 – Схема подключения трубопровода для промывочного растворителя к дегазатору вакуумному

Перед использованием промывочный растворитель необходимо фильтровать с использованием мембранных фильтров с размером пор 0,45 или 0,22 мкм.

При работе без дегазации промывочного растворителя возможно образование пузырей воздуха в линии отбора пробы и в шприце дозатора. Это может негативно сказаться на воспроизводимости результатов измерений.

Подключить жидкостные трубопроводы к крану-дозатору. Для подключения дозатора автоматического могут применяться трубопроводы из нержавеющей стали (AISI) или полимерные трубопроводы PEEK из комплекта ЗИП дозатора.

Для подключения дозатора с краном из нержавеющей стали могут применяться оба типа трубопроводов. Для подключения дозатора с краном PEEK могут применяться только трубопроводы и уплотнения PEEK.

Не подключайте дозатор с краном PEEK при помощи металлических трубопроводов и уплотнений. Используйте трубопровод PEEK, гайку 214.8.939.042 и муфту 214.8.658.074 из комплекта ЗИП 214.4.060.197.

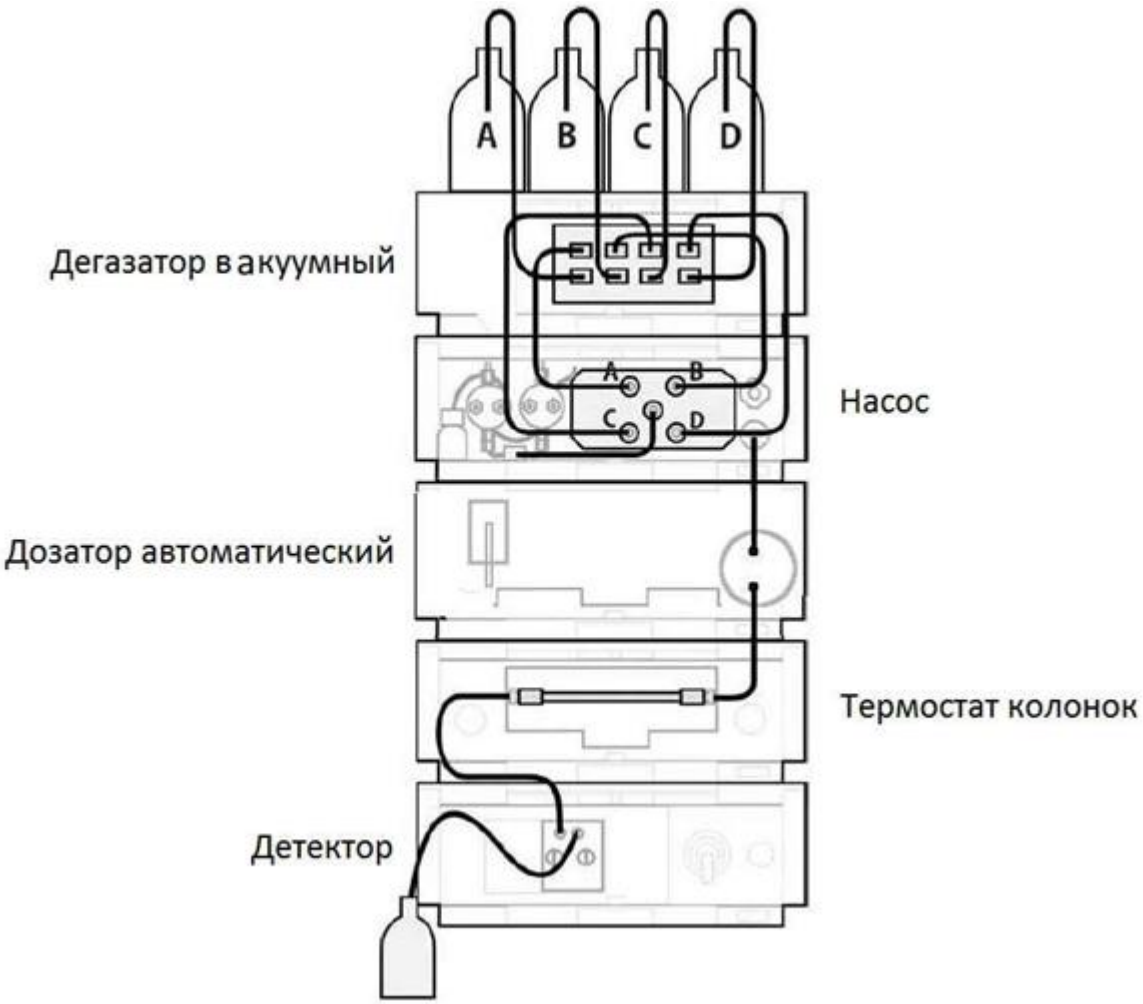


Рисунок 6.5 – Установка дозатора в системе ВЭЖХ

- При помощи трубопровода AISI или PEEK соединяется насос и дозатор. Один конец трубопровода при помощи гайки с муфтой уплотняется в выходном штуцере насоса, другой конец подключается к порту 4 крана-дозатора (рисунок 6.6).
- При помощи трубопровода AISI или PEEK соединяется порт 5 крана-дозатора с хроматографической колонкой или другими устройствами согласно коммутационной схеме или монтажному чертежу хроматографа.

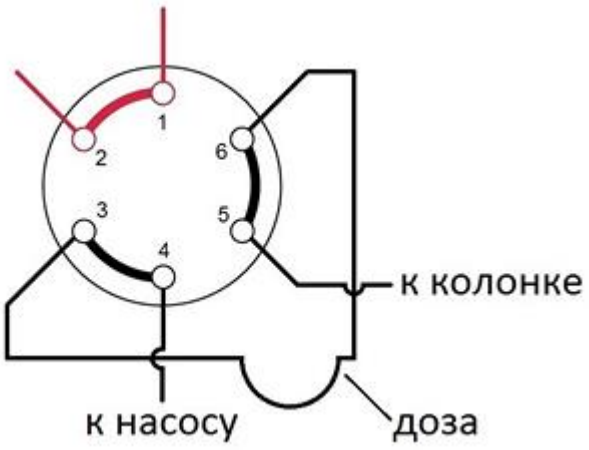


Рисунок 6.6 – Подключение трубопроводов к крану-дозатору

Используйте гайку 214.8.939.043 и муфту 214.8.658.075 для уплотнения трубопроводов из нержавеющей стали, гайку 214.8.939.042 и муфту 214.8.658.074 для уплотнения трубопроводов PEEK.

При использовании муфты с гайкой из нержавеющей стали затяжку необходимо производить ключом 1/4” из комплекта ЗИП хроматографа. При использовании муфты с гайкой PEEK затяжка производится "от руки", либо ключом с небольшим усилием.

Длина трубопровода, соединяющего кран-дозатор с хроматографической колонкой, должна быть минимальной. Для резки трубопроводов используйте специальный инструмент из комплекта ЗИП хроматографа 214.4.060.187.

6.4 Подключение кабеля удалённого управления

Дозатор автоматический имеет интерфейс "СТАРТ ВЫХОД" для передачи сигнала готовности к внешнему устройству.

Если хроматограф готов, между контактами +READY-OUT и –READY-OUT – высокое сопротивление (контакты разомкнуты). В момент ввода пробы в колонку (поворот крана из положения А "Ввод пробы" в положение Б "Анализ") происходит замыкание контактов +START_OUT и –START_OUT.

Не подключайте кабели по своему усмотрению. Если вы хотите подключить другой прибор, сверьтесь с инструкциями.

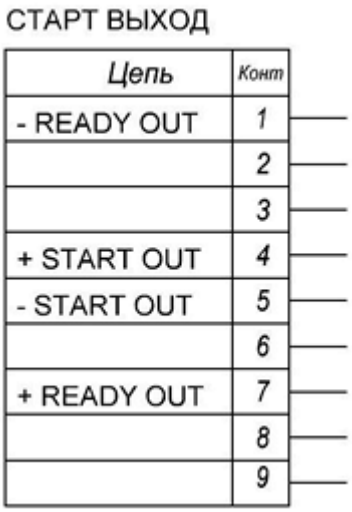


Рисунок 6.7 – Электрическая схема интерфейса

На рисунке 6.8 приведена электрическая принципиальная схема цифрового выхода интерфейса.

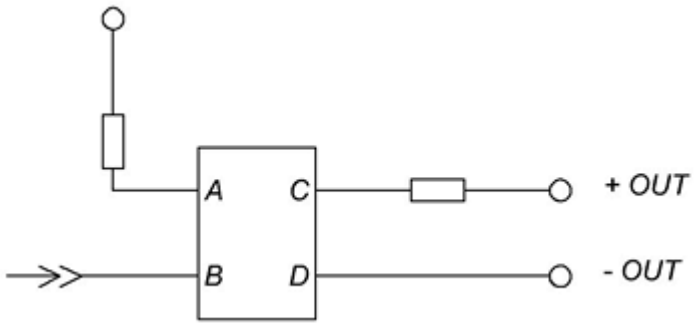


Рисунок 6.8 – Электрическая схема выхода цифрового сигнала интерфейса

7 Порядок работы

7.1 Подключение к ПО и соединение с ПО Хроматэк-Аналитик

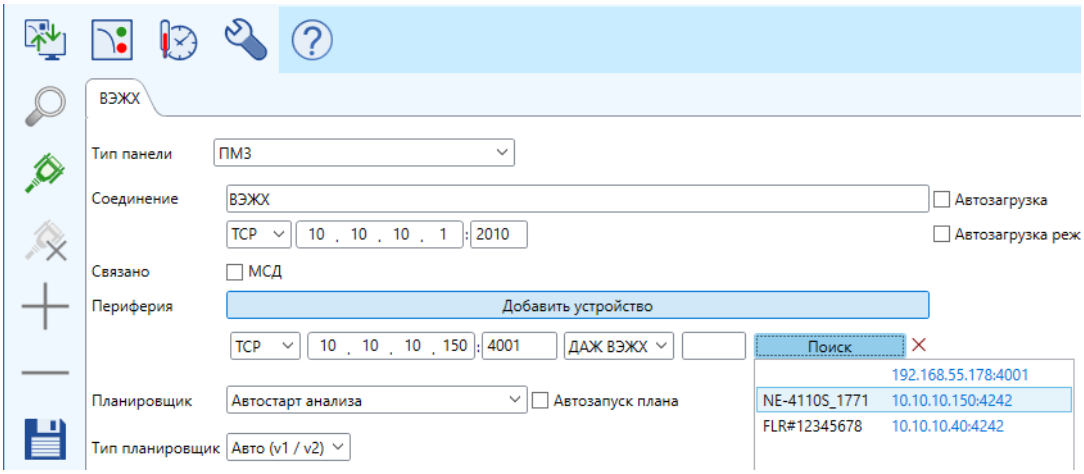
Для работы с дозатором автоматическим используются следующие компоненты программного обеспечения "Хроматэк-Аналитик":

"Панель управления" – предназначена для калибровки, конфигурирования, создания режимов и плана работы дозатора.

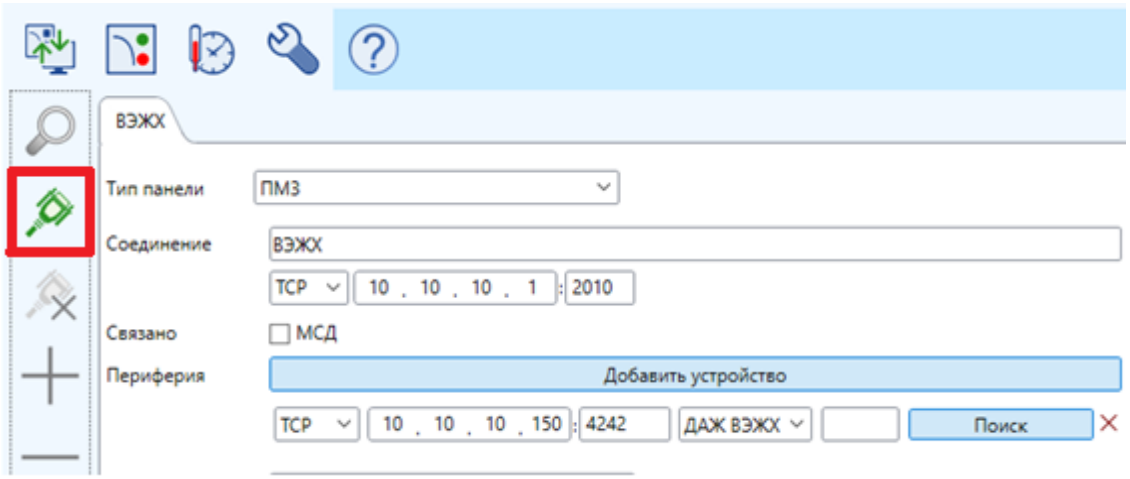
Перед началом использования ПО "Хроматэк-Аналитик" настоятельно рекомендуется изучить руководство по эксплуатации программного обеспечения 214.00045–51И.

7.1.1 Создание соединения с ПК

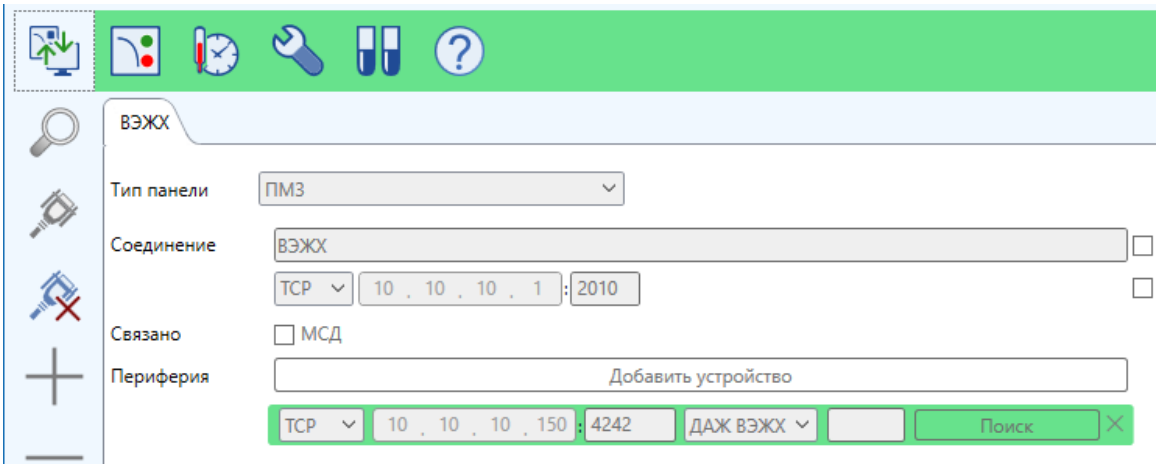
- Запустите программу "Панель управления".
- Нажмите на кнопку "Поиск" на вкладке "Соединения". Выберите дозатор (устройство с TCP/IP: 10.10.10.150).



- Нажмите на кнопку "Подключиться к прибору".



- Если подключение произошло успешно, дозатор в программе "Панель управления" должен выделиться зелёным цветом.



- Нажмите на кнопку "Сохранить настройки соединений", чтобы текущие настройки соединения сохранились.
- Для работы с дозатором перейдите на вкладку планировщик в программе "Панель управления". Работа с программой "Панель управления" описана в руководстве по эксплуатации программного обеспечения "Хроматэк-Аналитик" 214.00045–51И.

7.1.2 Панель управления

Для выполнения калибровки, конфигурирования, создания режимов и плана работы дозатора используется программа "Панель управления". На рисунке 7.1 показан вид окна программы с открытой вкладкой "Состояние".

На вкладке "Планировщик" отображается информация о дозаторе, его текущее состояние и ошибки.

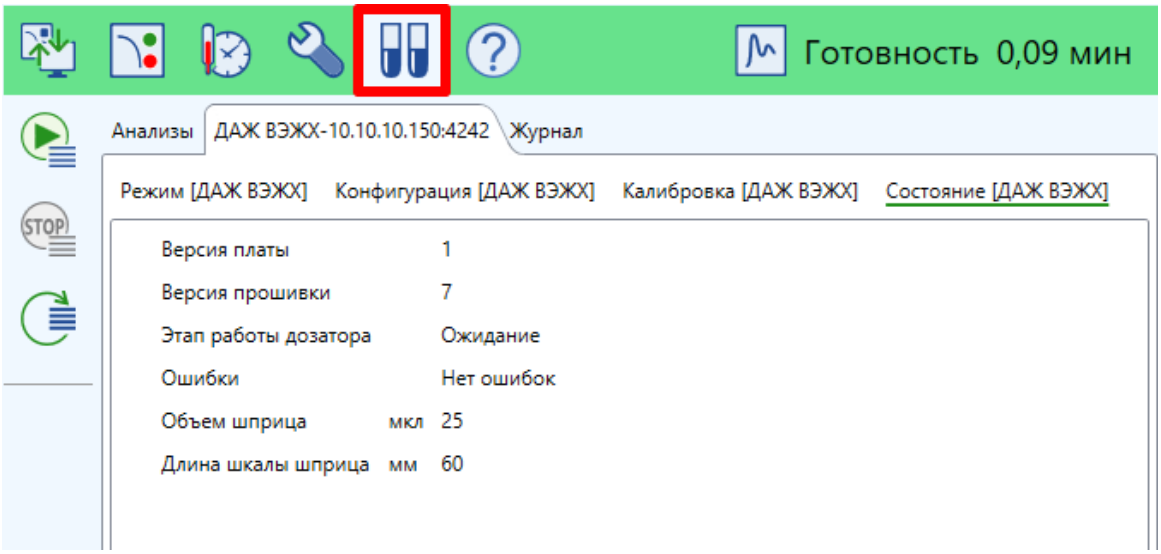


Рисунок 7.1 – Панель управления. Вкладка "Планировщик".

Вся работа с дозатором осуществляется во вкладке "Планировщик" (выделена красным на рисунке 7.1).

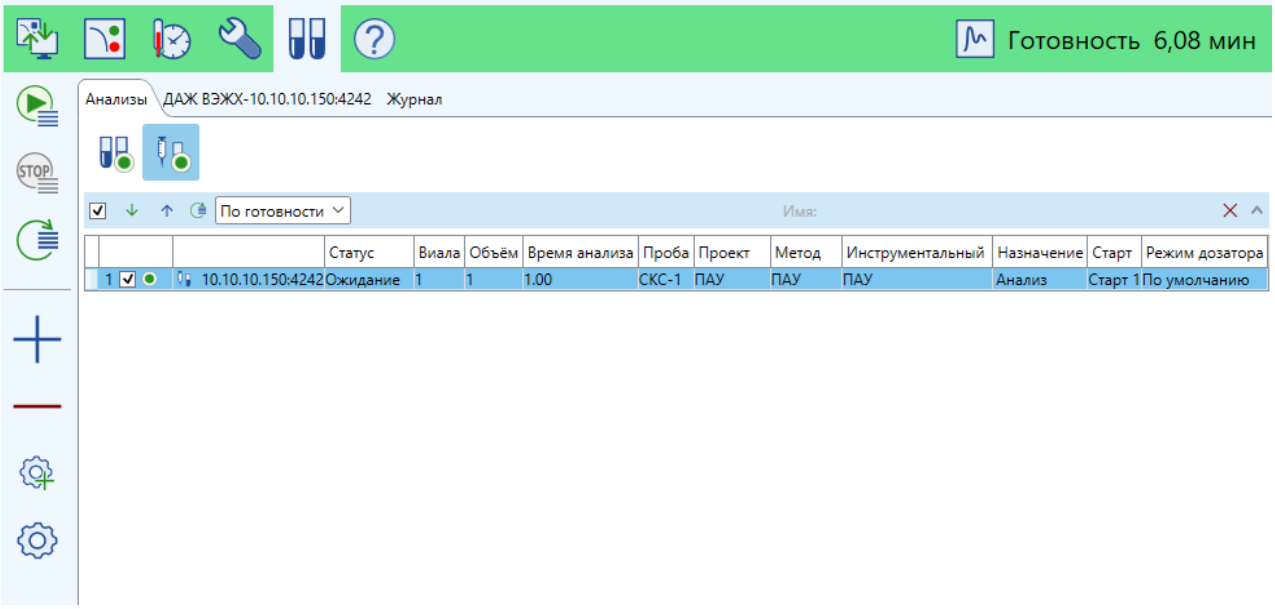


Рисунок 7.2 – Панель управления. Вкладка "Планировщик".

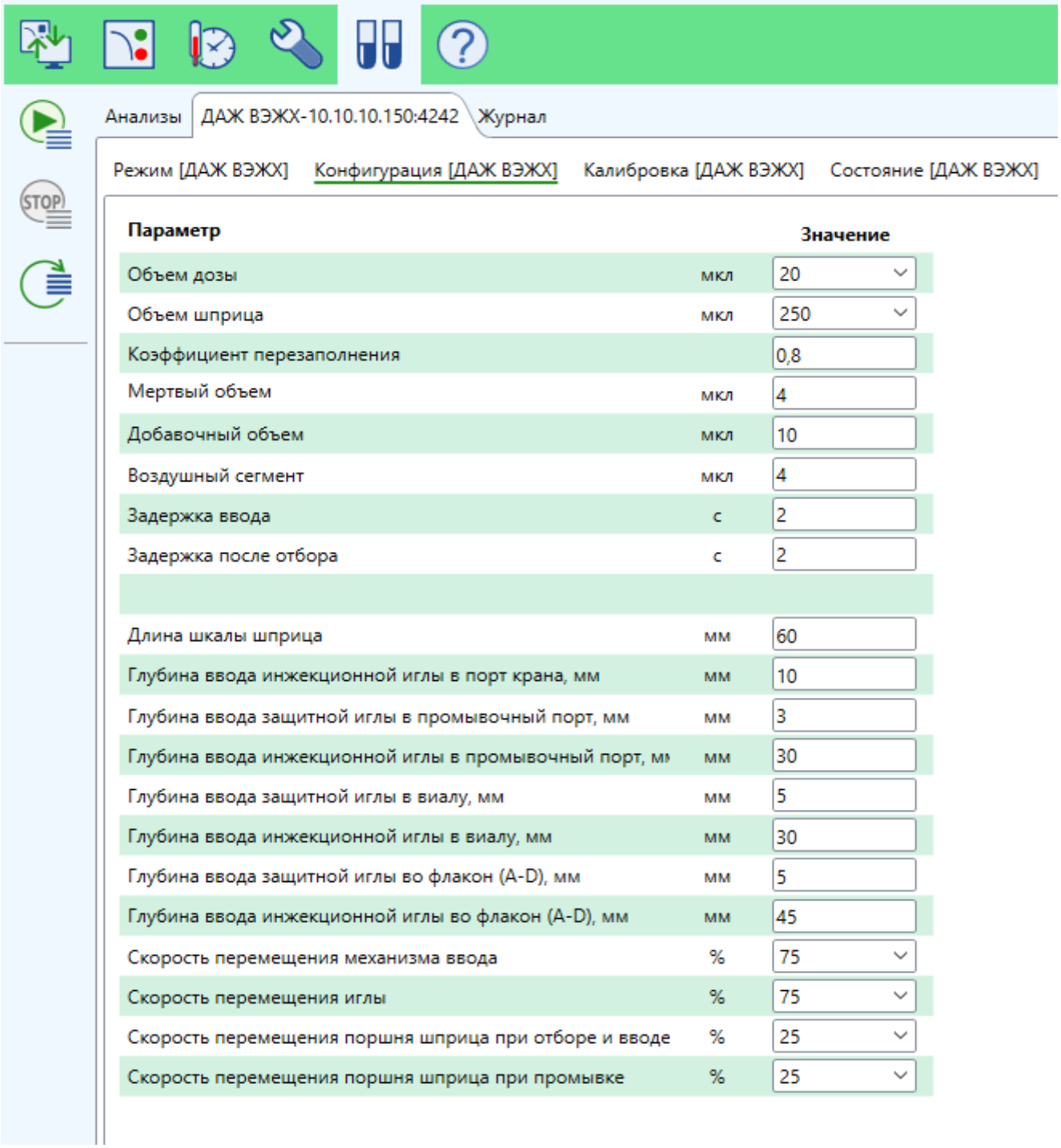
Планировщик включает в себя следующие вкладки:

- **Анализ** – создание плана работы дозатора.
- **Режим ДАЖ** – создание и редактирование режима работы дозатора.
- **Конфигурация ДАЖ** – настройка дозатора.
- **Калибровка ДАЖ** – калибровка и сервисные функции.
- **Журнал** – журнал работы дозатора.

7.2 Порядок работы

7.2.1 Настройка дозатора

Перед первым использованием, а также после замены шприца или дозы, необходимо выполнить настройку дозатора, то есть ввести корректные значения параметров конфигурации.



Параметр		Значение
Объем дозы	мкл	20
Объем шприца	мкл	250
Коэффициент перезаполнения		0,8
Мертвый объем	мкл	4
Добавочный объем	мкл	10
Воздушный сегмент	мкл	4
Задержка ввода	с	2
Задержка после отбора	с	2
Длина шкалы шприца	мм	60
Глубина ввода инжекционной иглы в порт крана, мм	мм	10
Глубина ввода защитной иглы в промывочный порт, мм	мм	3
Глубина ввода инжекционной иглы в промывочный порт, мм	мм	30
Глубина ввода защитной иглы в виалу, мм	мм	5
Глубина ввода инжекционной иглы в виалу, мм	мм	30
Глубина ввода защитной иглы во флакон (A-D), мм	мм	5
Глубина ввода инжекционной иглы во флакон (A-D), мм	мм	45
Скорость перемещения механизма ввода	%	75
Скорость перемещения иглы	%	75
Скорость перемещения поршня шприца при отборе и вводе	%	25
Скорость перемещения поршня шприца при промывке	%	25

Рисунок 7.3 – Интерфейс вкладки "Конфигурация".

Для настройки дозатора нужно перейти на вкладку "Конфигурация ДАЖ" (рисунок 7.3), где перечислены все параметры, и ввести нужные значения. Значения параметров по умолчанию приведены в таблице 7.1.

Таблица 7.1 – Параметры конфигурации

Параметр	**Диапазон значений**	**Значение по умолчанию**
Объём шприца, мкл	до 1000	250
Длины шкалы шприца, мм	60	60
Глубина ввода инжекционной иглы в порт крана, мм		10
Глубина ввода защитной иглы в промывочный порт, мм		3
Глубина ввода инжекционной иглы в промывочный порт, мм		30
Глубина ввода защитной иглы в виалу, мм		5
Глубина ввода инжекционной иглы в виалу, мм		30
Глубина ввода защитной иглы во флакон (A – D), мм		5
Глубина ввода инжекционной иглы во флакон (A – D), мм		45
Скорость перемещения механизма ввода	25, 50, 75, 100	100
Скорость перемещения иглы	25, 50, 75, 100	100
Скорость перемещения поршня шприца при отборе и вводе	25, 50, 75, 100	25
Скорость перемещения поршня шприца при промывке	25, 50, 75, 100	75
Объём дозы, мкл	до 500	100
Мёртвый объём, мкл	0 – 10	4
Коэффициент перезаполнения	0 – 1	0,8
Задержка ввода, с	0 – 5	3
Задержка после отбора, с	0 – 5	2
Добавочный объём, мкл	0 – 10	8
Воздушный сегмент, мкл	0 – 10	4

Параметры конфигурации можно изменить в любой текущий момент времени, если дозатор находится не в режиме выполнения плана.

7.2.2 Калибровка дозатора и сервисные функции

Калибровка координатного механизма

Перед началом работы необходимо выполнить калибровку дозатора. Процедура калибровки предназначена для установки точных координат контрольных позиций дозатора. Это необходимо для обеспечения правильного позиционирования подвижного механизма ввода: при отборе проб из виал, промывках и вводе пробы в инжекционный порт.

Калибровка выполняется при помощи программы "Хроматэк-Аналитик". Все органы управления процессом калибровки расположены на вкладке "Калибровка" планировщика (рисунок 7.4).

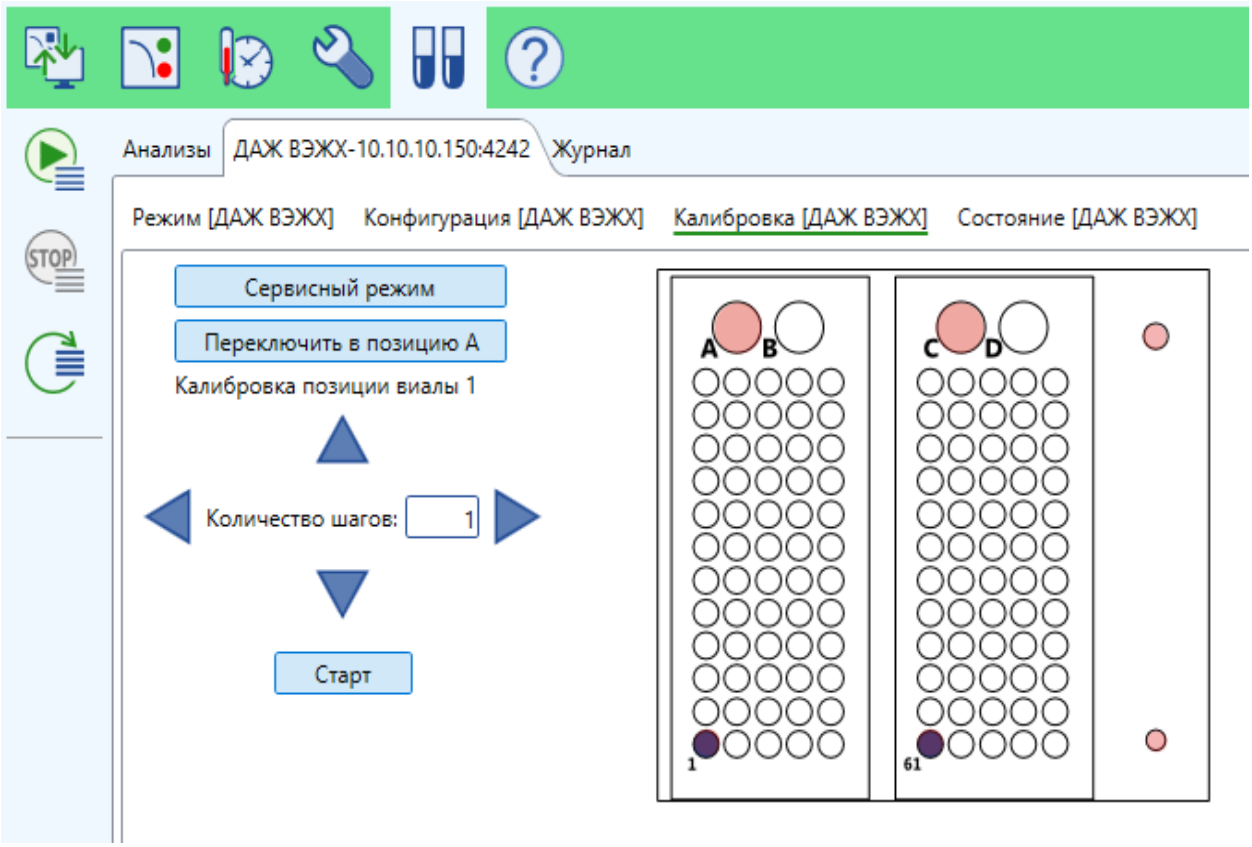


Рисунок 7.4 – Интерфейс вкладки "Калибровка"

Калибровка дозатора выполняется автоматически, нужно только задать позицию для калибровки и, при необходимости, откорректировать координаты механизма ввода.

В дозаторе для калибровки доступны 6 позиций:

- Виала №1;
- Виала №61 (№19, если установлены лотки для флаконов 10 мл);
- Флакон А;
- Флакон С;
- Промывочный порт;
- Инжекционный порт.

Ниже подробно описана последовательность выполнения калибровки.

Последовательность действий при калибровке дозатора:

- Выбирается позиция для калибровки – при помощи щелчка левой кнопки мыши на её изображении. При этом в строке "Позиция" должно отобразиться название выбранной для калибровки позиции.
- При калибровке координат виал 1 или 61 в эту позицию устанавливается калибр из комплекта ЗИП 214.4.060.197.
- Нажатием кнопки "Старт" механизм ввода займёт нужную позицию.
- При помощи кнопок перемещения механизма ввода добиваются того, чтобы датчик касания находился точно над центром калибровочной позиции.
- Нажатием кнопки "Сохранить" механизм ввода перемещается в начальное положение, затем вновь перемещается к калибруемой позиции для контроля.
- В случае некорректной калибровки процедура может быть повторена.

Сервисный режим

Кнопка "Сервисный режим" позволяет перевести дозатор автоматический в состояние, когда могут производится различные операции по обслуживанию механизмов: замена шприца, калибровка датчика нулевого положения поршня шприца, замена иглы, контроль технического состояния.

При нажатии на кнопку "Сервисный режим" происходит следующее:

- механизм ввода занимает положение, близкое к передней панели – между лотками;
- инжекционная игла опускается вниз;
- поршень шприца опускается до середины шкалы;
- все шаговые электродвигатели выходят из режима удержания для возможности ручного перемещения механизмов.

При повторном нажатии кнопки дозатор переходит в рабочий режим: механизм ввода иглы и поршень шприца занимают нулевое (исходное) положение.

Принудительный поворот крана

На вкладке "Калибровка" расположена кнопка принудительного изменения положения крана-дозатора. При однократном нажатии производится переключение позиции крана.

Функция принудительного поворота крана может использоваться в процессе диагностики и сервисного обслуживания дозатора.

Текущее положение крана может быть установлено по световому индикатору, расположенному на контроллере крана, доступ к которому обеспечивается через дверцу для доступа к шприцу.

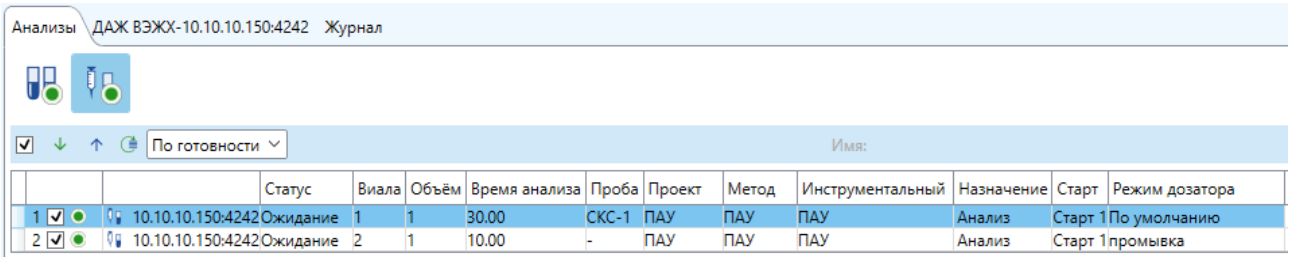
7.2.3 План работы

Перед началом работы оператор с помощью программы "Панель управления" создает план работы. План работы состоит из событий, каждое из которых индивидуально настраивается оператором и выполняется в заданное время. Событие содержит следующую информацию:

- Номер виалы с пробой.
- Инструментальный метод – режим работы хроматографа.
- Назначение анализа (анализ, градуировка, без записи).
- Проект для записи хроматограмм.
- Метод (параметры обработки хроматограмм, записанных в результате выполнения данного события).
- Режим дозатора –выбирается один из сохранённых режимов, или режим по умолчанию.
- Параметры пробы (название, объем, комментарии).

Каждое событие предполагает ввод пробы из одной виалы, если необходимо осуществить ввод из одной виалы несколько раз, то необходимо добавлять несколько однотипных событий в планировщик.

Подробную справку по работе с планировщиком панели управления можно получить в руководстве по эксплуатации программного обеспечения 214.00045–51И.



		Статус	Виала	Объём	Время анализа	Проба	Проект	Метод	Инструментальный	Назначение	Старт	Режим дозатора
1	10.10.10.150:4242	Ожидание	1	1	30.00	СКС-1	ПАУ	ПАУ	ПАУ	Анализ	Старт 1	По умолчанию
2	10.10.10.150:4242	Ожидание	2	1	10.00	-	ПАУ	ПАУ	ПАУ	Анализ	Старт 1	промывка

Рисунок 7.5 – Создание событий плана во вкладке "Анализ"

Анализы проб из виал в данном событии будут выполняться в той последовательности, в которой заданы.

Метод хроматографа и режим работы дозатора сохраняются в виде файла на жестком диске компьютера. Таким образом, если оператор будет использовать несколько режимов работы дозатора, он должен создать соответствующее количество файлов с режимом.

Если внести изменения в файл с режимом работы дозатора и сохранить их, то в плане работы дозатора автоматически будет использоваться изменённый режим.

7.2.4 Создание режима

При создании плана работы дозатора используется созданный заранее и сохранённый в файле на жёстком диске режим дозатора. Режим дозатора содержит информацию об операциях, которые будет выполнять дозатор при выполнении события плана. Для каждого события плана могут быть указаны различные режимы.

При создании режима оператор имеет возможность включить и настроить необходимые операции:

- промывки до отбора пробы;
- разбавление;
- дериватизация;
- отбор и ввод пробы;
- промывки после ввода пробы.

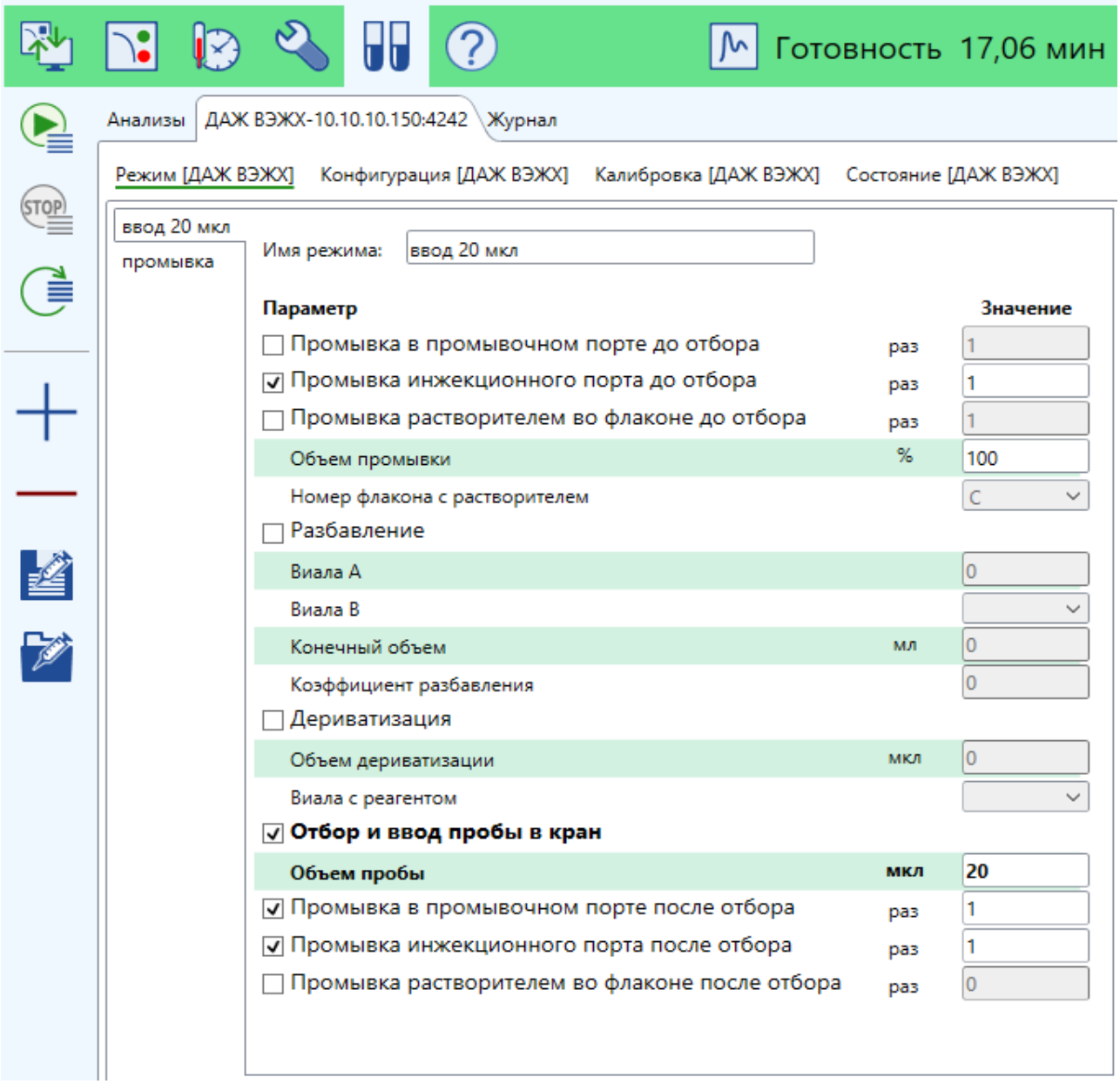


Рисунок 7.6 – Создание режима

Для создания или редактирования режима перейдите на вкладку **"Режим ДАЖ"** планировщика. В левой колонке имеются кнопки:



Сохранить. Позволяет сохранить новый или отредактированный режим в файл.



Открыть. Позволяет открыть ранее сохранённый режим для просмотра или для редактирования.

При создании или редактировании режима последовательно включаются или выключаются необходимые параметры, отмечаются галочкой перед названием параметра. При включении параметра в режиме задаётся значение этого параметра в правом столбце.

Таблица 7.2 – Параметры режима ДАЖ

Параметр	**Диапазон значений**	**Описание**
Промывка в промывочном порте до отбора	0 – 10	Количество циклов промывки
Промывка инжекционного порта до отбора	0 – 10	Количество циклов промывки
Промывка растворителем во флаконе до отбора	0 – 10	Количество циклов промывки
Объём промывки	0 – 100%	Объём растворителя, используемый для каждого промывки (в процентах от объёма шприца)
Номер флакона с растворителем	A, B, C, D	Флакон с растворителем для промывки
Разбавление		Включение процедуры разбавления образца растворителем
Виала A	1 – 120 (1 – 36)	Виала с образцом, который необходимо разбавить
Виала B	A, B, C, D	Флакон с растворителем
Конечный объём, мл	0 – 1,5	Объём конечного раствора
Коэффициент разбавления	0 – 1000	Кратность разбавления
Дериватизация		Включение дериватизации
Объём дериватизации, мкл	$0 - (V_s - 25)$*	Объём реагента, добавляемого в виалу с образцом
Виала с реагентом	A, B, C, D	Флакон с реагентом
Отбор и ввод пробы в кран		Включение процедуры отбора и ввода пробы
Объём пробы, мкл	$0 - (V_s - 25)$*	Объём вводимого образца

Параметр	Диапазон значений	Описание
Промывка в промывочном порте после отбора	0 – 10	Количество циклов промывки
Промывка инжекционного порта после отбора	0 – 10	Количество циклов промывки
Промывка растворителем во флаконе после отбора	0 – 10	Количество циклов промывки

* максимальный объём вводимой пробы и дериватизации зависит от объёма установленного шприца и равен $(V_s - 25)$ мкл, где V_s – это объём шприца в микролитрах.

Все операции, активированные в режиме, производятся с виалой или последовательностью виал, указанных в событии плана, для которого используется данный режим.

Если параметр не задействован в режиме, то поле для ввода значения становится неактивным.

При вводе недопустимого параметра поле выделяется красным. В таком случае необходимо изменить значение параметра на заведомо корректное.

Режим заполнения дозы

В зависимости от заданного объёма пробы, дозатором автоматически определяется режим заполнения дозы. Возможны два варианта:

- полное заполнение дозы;
- частичное заполнение дозы.

Таблица 7.3 – Режим заполнения дозы

Заданный объём	Режим заполнения
Задан объём пробы равный объёму дозы.	Используется режим полного заполнения дозы. В кран вводится объём пробы: $$V = V_d + (K + 1) \cdot V_{sample}$$
Задан объём пробы меньше, чем объём дозы.	Используется режим частичного заполнения дозы. В кран вводится объём пробы: $$V = V_d + V_{sample}$$

V_{sample} – заданный объём пробы;

V_d – мёртвый объём.

K – коэффициент перезаполнения дозы. Коэффициент перезаполнения может принимать значения 0 – 1 и определяет излишек пробы в долях от заданного объёма, вводимый в дозу.

7.2.5 Создание нового события плана

Редактирование плана, а также запуск и остановка выполнения плана осуществляются кнопками, расположенными в левой части окна планировщика (рисунок 5.7).

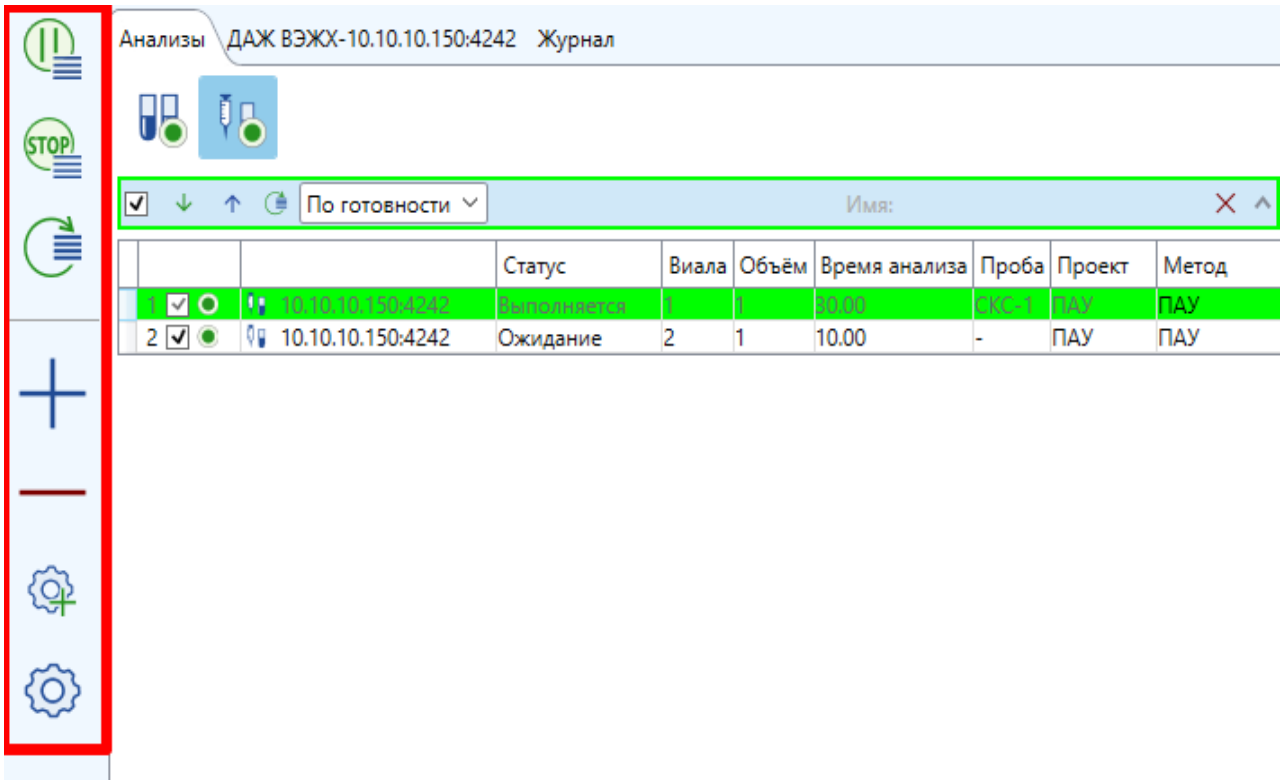


Рисунок 7.7 – Редактирование плана



Добавление новой строки в план. При нажатии в план добавляется новая строка, которая будет дублировать предыдущую.

Удаление выбранной строки из плана.

При создании нового события плана необходимо заполнение всех полей новой строки плана. Если событие плана дублирует предыдущее, необходимо лишь изменение требуемых полей (например, номер виалы или режим).

Дополнительные поля предназначены для автоматического заполнения паспорта хроматограммы (проба, комментарии, объём и др.).

Подробную справку по работе с планировщиком панели управления можно получить в руководстве по эксплуатации программного обеспечения 214.00045–51И.

7.3 Рекомендации по работе с дозатором

7.3.1 Общие рекомендации

- Дозатор необходимо содержать в чистоте. При работе дозатора дверцы доступа к лоткам должны быть закрыты.
- При работе с дозатором допускается использовать виалы со специальными разрезными септами для прокола "тупой" иглой. При использовании септ без надреза возможно продавливание их внутрь виалы.
- При длительных перерывах – а иногда и в процессе работы – в шприце может возникать воздушный пузырёк, от которого можно избавиться многократной промывкой. Заданием нескольких циклов промывки иглы в промывочном порте обычно пузырёк исчезает. Если пузырёк "прилип" к поршню или к стенке шприца, можно лёгким постукиванием по корпусу шприцу его "изгнать".

7.3.2 Настройка конфигурации и режима дозатора

- Для отбора и ввода пробы рекомендуется задавать низкую скорость перемещения поршня. Оптимальные значения скорости при отборе и вводе: 25% или 50%. Чем выше вязкость жидкостей, тем ниже должна быть скорость отбора.
- При промывке скорость шприца может быть выше, однако нужно иметь в виду, что при быстром перемещении поршня происходит разрежение и могут образовываться воздушные пузыри. При использовании вязких промывочных растворителей (например, чистый изопропанол) скорость шприца должна быть меньше.
- Для вязких образцов рекомендуется задавать большее значение задержки при вводе и отборе пробы. Типичное значение задержек: 1 – 2 секунды, для более вязких образцов рекомендуется задавать время задержки 2 – 3 секунды.
- Перед каждым вводом рекомендуется использовать хотя бы один цикл промывки: промывка иглы в промывочном порте или промывка инжекционного порта.
- При работе в режиме частичного заполнения дозы в режиме дозатора обязательно должен использоваться хотя бы один цикл промывки инжекционного порта и объём промывки должен быть не меньше объёма дозы (рекомендуется объём промывки не менее двух объёмов дозы).
- Рекомендуемое значение коэффициента перезаполнения при работе в режиме полного заполнения дозы: не менее 0,5.
- Для определения оптимальных параметров работы дозатора рекомендуется проводить ряд пробных серий анализов.

7.3.3 Выбор промывочного растворителя

- В большинстве случаев в качестве промывочного растворителя рекомендуется использовать элюент.
- При работе с водно-солевыми буферными растворами в качестве растворителя используется вода.

- Промывочный растворитель должен хорошо смешиваться одновременно с пробой и с элюентом.
- При использовании режима частичного заполнения дозы незначительное количество промывочного растворителя может попадать в хроматограф вместе с пробой, поэтому используются чистые растворители, не содержащие компоненты, которые могут удерживаться хроматографической колонкой или которые могут повредить колонку.
- Нельзя использовать для промывки растворители с высокой вязкостью.

8 Техническое обслуживание

Дозатор не требует сложного технического обслуживания.

8.1 Информация о выработке ресурса

Для контроля выработки ресурса дозатора необходимо включить счётчик количества совершённых вводов пробы.

Для включения счётчика перейдите на вкладку "Сервис" панели управления и установите галочку слева от строки "Замена шприца дозатора ВЭЖХ".

После включения счётчика в конце строки будет отображаться количество вводов дозатором и при достижении значения 4000, ПО будет выводить напоминание о необходимости обслуживания дозатора.

8.2 Обслуживание подвижных механизмов

Подвижные механизмы дозатора не требуют сложного технического обслуживания. Для продления срока службы дозатора рекомендуется эксплуатировать его в чистом помещении, чтобы исключить попадание пыли на подвижные части дозатора.

Запрещается смазывать рельсы и шкивы любыми типами смазки. При скоплении большого количества пыли на рельсовых направляющих, её нужно удалить сухой безворсовой тканью.

8.3 Замена шприца и калибровка датчика нулевого положения поршня

Замену шприца необходимо выполнить в двух случаях:

- объём установленного шприца не позволяет задавать режим дозатора в соответствии с методикой проведения анализа;
- шприц по каким-либо причинам вышел из строя (произошла поломка или выработка ресурса).

Замена шприца может производиться пользователем. Процедура замены не требует демонтажа дозатора из хроматографа и снятия кожуха.

После замены шприца необходимо выполнить процедуру калибровки датчика нулевого положения поршня. Не выполнение калибровки может привести к быстрому износу шприца или поломке шприца и механизма дозирования

Замена шприца выполняется следующим образом:

Последовательность действий при замене шприца:

- Нажатием кнопки "Сервисный режим" – на вкладке "Калибровка ДАЖ" – дозатор переводится в сервисный режим. При этом поршень шприца опускается на половину длины шкалы.
- Открывается дверца доступа к механизму дозирования на правой боковой стенке дозатора.
- Ослабляется винт фиксации поршня (рисунок 4.5).
- Вручную, удерживая за стеклянный корпус, выкручивается шприц из тройника. Если усилия недостаточно, используется ключ "на 13" и зацепление за металлическую шайбу в нижней части корпуса.
- Шприц извлекается из механизма дозирования.
- Новый шприц несколько раз промывается растворителем, который используется для промывки иглы дозатора.
- Шприц заполняется растворителем так, чтобы в нём не было воздушных пузырьков.
- Шприц в заполненном состоянии устанавливается в механизм дозирования и фиксируется в тройнике вращением по часовой стрелке.
- Затяжка шприца производится усилием "от руки" за металлическую часть шприца. Если усилия недостаточно – после закручивания до упора, необходимо заменить фторопластовую шайбу в тройнике.
- Затягивается винт фиксации поршня.
- Выполняется калибровка датчика нулевого положения.
- Нажатием кнопки "Рабочий режим" на вкладке "Калибровка ДАЖ" дозатор переводится в рабочий режим.
- Выполняется процедура промывки иглы в промывочном порте, несколько раз (5 – 10). Контролируется отсутствие воздуха в шприце.

Не применяйте чрезмерное усилие – и не используйте гаечный ключ при затяжке шприца. Чрезмерное усилие может привести к поломке шприца.

Калибровку датчика нулевого положения необходимо производить после замены шприца.

Ниже подробно описана последовательность выполнения калибровки.

Последовательность действий при калибровке дозатора:

- Дозатор переводится в сервисный режим нажатием кнопки "Сервисный режим" на вкладке "Калибровка ДАЖ". При этом поршень шприца опускается на половину длины шкалы.
- Ослабляется винт фиксации 8 (рисунок 4.4).
- Вращением гайки калибровки нулевого положения 7 (рисунок 4.4) влево датчик поднимается до крайнего верхнего положения.

- Нажатием кнопки "Калибровка шприца" на вкладке "Калибровка" панели управления поршень шприца поднимается до упора вверх, затем опускается на величину 1 мм.
- Вращением гайки калибровки нулевого положения 7 (рисунок 4.4) вправо достигается срабатывание светового индикатора 9.
- Положение датчика фиксируется винтом фиксации 8.
- Нажатием кнопки "Рабочий режим" на вкладке "Калибровка ДАЖ" дозатор переводится в рабочий режим.

8.4 Чистка шприца

Для чистки шприца необходимо его снять, следуя инструкциям из данного раздела, затем выполнить все требуемые операции и установить шприц в дозаторе.

Чистка шприца производится при визуальном обнаружении загрязнений на уплотнителе поршня шприца или на внутренней поверхности стеклянного корпуса.

Для чистки шприца не допускается использование металлических щёток, лезвий и прочих инструментов, которые могут повредить рабочие поверхности шприца.

Для чистки шприца рекомендуется выполнить следующие процедуры:

Последовательность действий при чистке шприца:

- Шприц извлекается из дозатора согласно инструкции, приведённой в данном разделе.
- Поршень извлекается из корпуса шприца.
- Обе детали помещаются в стакан, заливаются смесью воды с этанолом (1:1) и выдерживаются в таком состоянии несколько часов (до 24 -х).
- Затем детали шприца промываются в ультразвуковой ванне, используя тот же раствор этанола в воде.
- Если на деталях остались следы загрязнений, поршень протирается мягкой безворсовой тканью, а стеклянный корпус промывается ватной палочкой.
- Шприц собирается и устанавливается в дозатор согласно инструкции в данном разделе.
- Калибровку шприца допускается не проводить.

8.5 Обслуживание инжекционного порта

Замена инжекционного порта производится в случае износа уплотнителя порта или его загрязнения. Рекомендуется производить замену инжекционного порта после 4000 анализов.

Замена инжекционного порта выполняется согласно приведённой инструкции:

Последовательность действий при замене инжекционного порта:

- Инжекционный порт выкручивается из крана. Порт уплотняется небольшим усилием, поэтому имеется возможность его выкручивания без использования инструмента.
- Заменяемый порт 214.6.454.170 извлекается из комплекта ЗИП дозатора.

- Заменяемый порт устанавливается в кране и закручивается до уплотнения. Приложение чрезмерного усилия недопустимо. **Инструмент для затяжки не используется!**
- Выполняется процедура калибровки инжекционного порта (раздел 7).

Для промывки инжекционного порта он снимается с крана и промывается в ультразвуковой ванне с использованием подходящего растворителя. Затем порт устанавливается обратно, следуя инструкции, приведённой выше.

Для промывки рекомендуется использовать растворитель, который лучше всего растворяет класс веществ, которые привели к загрязнению порта.

Не используйте инструмент для затяжки инжекционного порта в кране. Уплотнение осуществляется небольшим усилием. Если сомневаетесь в том, какое усилие необходимо приложить, закрутите порт до "лёгкого" упора, затем доверните еще примерно на 45°.

8.6 Обслуживание инжекционной иглы

При правильной эксплуатации дозатора инжекционная игла не требует периодического обслуживания.

В случае поломки или сильного загрязнения иглы, её можно заменить или промыть.

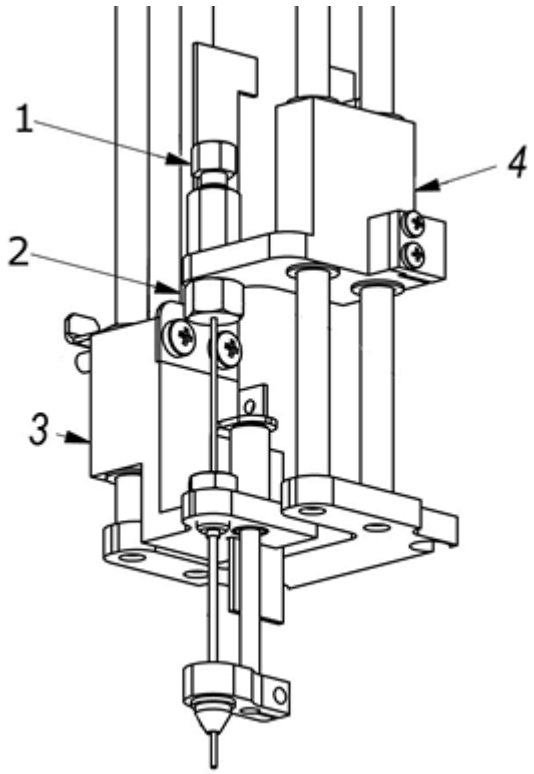
Снимать иглу для промывки следует только в том случае, если канал внутри иглы полностью засорён и растворитель не поступает через иглу. В других случаях для промывки используйте функции промывки дозатора.

Инжекционная игла снимается следующим образом:

Последовательность действий при снятии инжекционной иглы:

- Дозатор переводится в сервисный режим (раздел 7).
- Откручивается гайку 1 (рисунок 8.1) при помощи ключа 1/4’’, снимается капилляр с иглы, прикладывая к нему усилие вверх.
- Откручивается гайка 2 ключом 5/16’’.
- Извлекается игла, прикладывая к ней усилие вниз. Для удобства, в сервисном режиме, каретки 3 и 4 возможно перемещать вручную вниз и вверх.
- Установка иглы производится в обратном порядке.

Гайка 2 фиксирует иглу и не влияет на герметичность, не затягивайте её с чрезмерным усилием.



1 – гайка, 2 – ключ 5/16, 3 – каретка, 4 – каретка

Рисунок 8.1 – Замена инжекционной иглы

8.7 Возможные неисправности и способы их устранения

Таблица 8.1 – Возможные неисправности дозатора и способы их устранения

Проблема	**Причина**	**Вариант решения**
Отсутствует повторяемость результатов.	Воздушный пузырь в линии отбора пробы или в шприце.	Выполните процедуру промывки иглы в промывочном порте несколько раз до тех пор, пока воздух полностью не выйдет. Обеспечьте дегазацию промывочного растворителя. Подключите трубопровод подачи промывочного растворителя к вакуумному дегазатору (раздел 6).
	Проба частично остаётся в инжекционном порте и/или игле.	Включите функцию промывки инжекционного порта перед вводом пробы в используемом режиме дозатора.
	Отсутствует уплотнение иглы в инжекционном порте.	Увеличьте глубину опускания инжекционной иглы в инжекционный порт. При плотном вводе иглы должен быть слышен характерный звук усилия привода. Если количество анализов превысило 4000, рекомендуется произвести замену уплотнителя инжекционного порта (раздел 8).
	Высокий износ или загрязнение уплотнителя поршня шприца.	Выполните чистку шприца (раздел 8). Если количество анализов превысило 4000, рекомендуется произвести замену шприца (раздел 8).
	Отсутствует герметичность в местах соединений.	Проверьте качество уплотнения в местах соединения трубопровода с иглой и с тройником, в месте соединения шприца с тройником и в месте соединения трубопровода подачи промывочного растворителя с тройником и входным штуцером. При необходимости подтяните винты.
	Не зафиксирован поршень шприца в лапке привода.	Затяните винт фиксации поршня шприца.

Проблема	Причина	Вариант решения
Нет пика искомого компонента на хроматограмме при вводе пробы дозатором	Проба не вводится в дозу из-за загрязнения инжекционного порта.	Снимите инжекционный порт (раздел 8) и промойте его в растворителе с использованием ультразвуковой ванны. Если загрязнение не удаётся удалить, замените инжекционный порт.
	Проба не вводится в дозу из-за загрязнения инжекционной иглы.	Снимите инжекционную иглу (раздел 8) и промойте её в растворителе с использованием ультразвуковой ванны.
	Проба не вводится в дозу из-за загрязнения дозы.	Замените или промойте дозу.
	Ошибка поворота крана.	Проконтролируйте визуально состояние крана по световому индикатору на контроллере крана. Если кран не переходит в нужную позицию, несколько раз измените положение крана принудительно при помощи кнопки на вкладке "Калибровка" панели управления.
Инжекционная игла не опускается в виалу, инжекционный порт или промывочный порт. После касания датчиком возникает сообщение об ошибке.	Не откалиброваны ключевые позиции дозатора.	Выполните процедуру калибровки всех контрольных позиций дозатора.
После включения возникает сообщение об ошибке. Дозатор не переходит в рабочее состояние.	Ошибка инициализации.	Сообщить в службу ремонта и эксплуатации предприятия-изготовителя.

9 Транспортирование и хранение

9.1 Подготовка к хранению

Перед длительным хранением дозатора необходимо выполнить его консервацию следующим образом:

Последовательность действий при консервации:

- в бутыль для промывочного растворителя налить этиловый или изопропиловый спирт;
- выполнить не менее 5 циклов промывки иглы в промывочном порте;
- выполнить не менее 5 циклов промывки инжекционного порта.

9.2 Подготовка к транспортированию при отрицательных температурах

Перед хранением или транспортированием детектора при отрицательных температурах необходимо выполнить действия, описанные в разделе 6.1 ("Подготовка к хранению").

Для предотвращения повреждения механических частей необходимо зафиксировать подвижный узел дозирования при помощи пластикового хомута.

Запрещается транспортирование дозатора при наличии воды в шприце, кране и жидкостных трубопроводах.

10 Сведения о рекламациях

В случае отказа в работе *изделия* в период гарантийного срока эксплуатации необходимо:

- составить технически обоснованный акт рекламации о несоответствии техническим характеристикам, указанным в паспорте;
- сделать выписки из раздела "Свидетельство о приемке";
- указать дату, организацию или лицо, производившее ввод в эксплуатацию;
- указать проведенные мероприятия по техническому обслуживанию.

Допускается направить заверенные руководителем предприятия, эксплуатирующего *изделие*, копии разделов "Свидетельство о приемке", "Учет технического обслуживания".

АКТ следует направить по адресу:

424000 г. Йошкар-Ола, ул. Строителей, 94, ЗАО "СКБ Хроматэк" или

Для корр.: РФ, Марий Эл, 424000, г. Йошкар-Ола, главпочтамт а/я 84.

Телефон/факс: (8362)68-59-16. E-mail: mail@chromatec.ru

Телефоны служб:

Сервисная поддержка тел. +7(8362)68-59-19, 68-59-32, факс.+7(8362)68-59-87

E-mail: service@chromatec.ru

Коммерческий отдел тел. +7(8362)68-59-68, 68-59-69, факс 68-59-70,

E-mail: sales@chromatec.ru