

**КОЛОНКА АНИОНООБМЕННАЯ
STAR-ION™ A300**

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

4215 003/32-18294344 РЭ

2006

Оглавление

1. ВВЕДЕНИЕ	3
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ	3
2.1. Принцип работы	3
2.2. Вид колонки Star-Ion A300	4
2.3. Вид предколонки Star-Ion A300 с держателем	4
2.4. Вид колонки и предколонки в сборе	4
3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	5
4. КОМПЛЕКТАЦИЯ	6
5. УСТАНОВКА	6
6. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ	6
6.1. Приготовление подвижной фазы	6
7. ПОРЯДОК РАБОТЫ	7
7.1. Начало работы	7
7.2. Подготовка образца	7
7.3. Завершение работы	7
8. КОНСЕРВАЦИЯ, ХРАНЕНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ОБСЛУЖИВАНИЕ	7
8.1. Перемывка и консервация колонки	7
8.2. Хранение колонки	8
8.3. Транспортирование колонки	8
8.4. Обслуживание	8
9. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	9
Приложение 1	10

1. ВВЕДЕНИЕ

Руководство содержит процедуры по обслуживанию, правила эксплуатации, хранения и транспортировки колонки Star-Ion A300.

Колонки для ионной хроматографии серии Star-Ion A300 заполнены специфическим анионообменным сорбентом на основе сополимера стирол-дивинилбензола с привитыми четвертичными аминогруппами. Колонка предназначена для анализа неорганических анионов и анионов карбоновых кислот. Являясь прекрасной альтернативой колонокам Dionex AS4A, Sarasep AN300 и пр. данная колонка отвечает всем современным требованиям метода ионной хроматографии с подавлением фоновой электропроводности подвижной фазы. Обеспечивая прекрасное разделение неорганических анионов при симметричном нитратном пике, колонки Star-Ion A300 позволяют устойчиво детектировать фторидный пик за его счет высокого разрешения с пиком «мертвого» объема на петле 50 мкл.

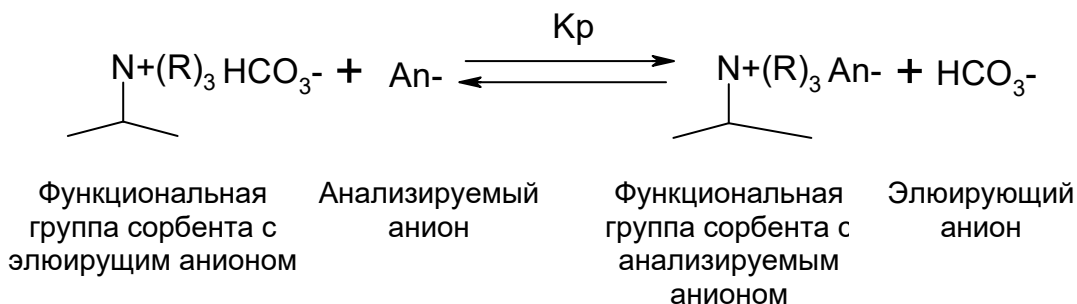
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

Колонка представляет собой цилиндр, заполненный специфическим анионообменным сорбентом, и ограниченный с обеих концов фритами. Фриты выполняют две функции; ограничивают пространство колонки, не позволяя сорбенту вымываться из колонки и выполняют роль распределителя потока подвижной фазы, равномерно распределяя её по площади входного торца колонки. Вход и выход колонки оборудованы фитингами для подсоединения в гидравлический тракт хроматографа.

2.1. Принцип работы

Принцип работы колонки основан на процессе многократной сорбции-десорбции анализируемых ионов на поверхности и в порах анионообменного сорбента. В общем случае уравнение сорбции-десорбции описывается схемой 1.

Схема 1. Уравнение сорбции-десорбции на поверхности анионообменного сорбента.



Различные времена выхода анализируемых анионов, в основном, обусловлены различием в скорости сорбции-десорбции: чем выше скорость, тем меньше время удерживания аниона. За время пребывания в колонке каждый анализируемый анион многократно вступает в реакцию сорбции-десорбции.

2.2. Вид колонки Star-Ion A300

На рис. 1 представлена колонка Star-Ion A300.



Рис. 1. Вид колонки Star-Ion A300.

- 1 – Заглушка;
- 2 – Указатель направления потока;
- 3 – Шильдик с указанием марки колонки и номера.

2.3. Вид предколонки Star-Ion A300 с держателем

Предколоночная система STAR-ION (Guard Cartridge system) состоит из держателя предколонки (Guard holder) и предколонки (Security guard) размером 10 x 4.6 мм ID. Система представлена на рис. 2. Внешний вид предколонки и держателя предколонки представлен на рис. 2.

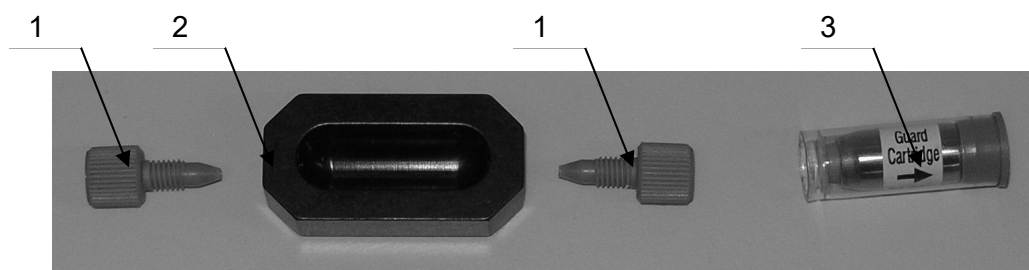


Рис. 2. Вид держателя предколонки и предколонки.

- 1 – Прижимная винт-феррула, входит в комплект держателя предколонки;
- 2 – Корпус держателя предколонки;
- 3 – Предколонка в транспортной упаковке.

2.4. Вид колонки и предколонки в сборе

На рис. 3 представлен внешний вид колонки и предколонки с собранным виде



Рис. 3. Колонка и предколонка Starion A300 в собранном виде.

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

В таб. 1 приведены технические характеристики колонки Star-Ion A300, а в таб. 2 ориентировочные времена удерживания пиков в стандартных условиях разделения.

Таб. 1. Технические характеристики колонки Star-Ion A300.

Характеристика		Значение
1	Материал сорбента	сверхсшитый SDVB
2	Форма сорбента	сферическая
3	Функциональные группы	четвертичные аминогруппы
4	Максимальное рабочее давление на колонке, бар, не более	70
5	Максимальное рабочее давление на колонке с предколонкой, бар, не более	85
6	Максимальная температура, С ⁰ , не более	45
Стандартные условия разделения:		
7	7.1	Состав подвижной фазы
	7.2	Поток подвижной фазы в см ³ /мин
	7.3	Тип детектирования
		1,7ммоль/л NaHCO ₃ , 1,8ммоль/л Na ₂ CO ₃ р-р в воде
		1,5
		Кондуктометрический, с подавлением (supprressed)
8	Ограничения в использовании растворителей	Не рекомендуется использовать органические растворители
9	Внутренний размер колонки (длина, диаметр)	100 x 4,6
10	Габаритные размеры (длина с заглушками диаметр трубки) мм	145 x 12
11	Входной и выходной фитинги	Внутренняя резьба 10-32
12	Масса колонки с заглушками, кг, не более	0,03

Таб. 2. Ориентировочные времена удерживания анионов.

Подвижная фаза 1,7 ммоль/л NaHCO ₃ 1,8 ммоль/л Na ₂ CO ₃ , Скорость потока 1,5 см ³ /мин.			
№	Имг/он	Концентрация мг/л	Время удерживания*
1	Бромат	20	2,9
2	Формиат	20	1,8
3	Хлорат	20	7,5
4	Хлорит	20	2,2
5	Гиппохлорит	20	2,8
6	Гликолят	20	1,6
7	Гиппофосфит	20	2,6
8	Сульфид	100	18,2
9	Фосфит	20	6,8
10	Фторид	5	1,5
11	Хлорид	10	2,1
12	Нитрит	20	2,7
13	Бромид	20	3,4
14	Нитрат	20	4,2
15	Фосфат	30	7,0
16	Сульфат	20	8,3

* В таблице приведены ориентировочные времена удерживания, которые могут различаться от колонки к колонке.

4. КОМПЛЕКТАЦИЯ

В таб. 3 приведена комплектация колонки Star-Ion A300

Таб. 3. комплектация колонки Star-Ion A300.

1	Колонка Star-Ion A300	1 шт.
2	Заглушки, установлены на фитингах колонки	2 шт.
3	Паспорт колонки с хроматограммой смеси 7 тестовых анионов	1 шт.
4	Настоящее руководство по эксплуатации	1 шт.
5	Упаковка: картонная коробка 50×95×240 (400) мм	1 комп.

Внимание! Держатель предколонки и предколонка не входят в комплект поставки и заказываются отдельно.

5. УСТАНОВКА

Колонка собирается с предколонкой как показано на рис. 3 и устанавливается между инжектором и подавателем фоновой электропроводности. Соединение колонки и предколонки осуществляется с помощью прижимных винт-феррул и капилляров, входящих в комплект держателя предколонки и в стартовый набор хроматографа. Следует помнить, что использование предколонки значительно продлевает срок службы аналитической колонки.

Температура окружающего воздуха должна быть в пределах от +4 до +45 °С. С целью получения стабильных значений времён удерживания, колебания температуры не должны превышать $1 \div 2$ °С, для этого не располагайте колонку на прямом солнечном свете, вблизи тяги, или используйте термостат колонок.

6. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

6.1. Приготовление подвижной фазы

Для приготовления подвижной фазы возможно использование органических соединений (карбоновых кислот и их солей). Однако, основными рекомендуемыми подвижными фазами являются карбонат/бикарбонатные буферные растворы (см. таб. 1. поз. 7.1.) и растворы содержащие гидроксид ион.

Внимание! При приготовлении подвижной фазы нельзя применять органические растворители, так как это неизбежно приведет к выходу колонки из строя.

При приготовлении подвижной фазы следует использовать хроматографически чистые реактивы и деионизованную воду. (допускается применение бидистиллированной воды). После приготовления рекомендуется отфильтровать подвижную фазу через фильтр с диаметром пор 0,2-0,45 мкм. Перед применением необходимо отдегазировать подвижную фазу. Допускается совмещать процедуру дегазации и фильтрации подвижной фазы перед применением.

Для работы следует использовать только свежеприготовленные подвижные фазы, так как в процессе хранения за счет влияния атмосферного углекислого газа, химический состав подвижной фазы меняется, что приводит к невозможности воспроизведения условий разделения.*

*В ряде случаев при нестабильности времён удерживания анализируемых анионов, рекомендуется приготовить подвижную фазу заблаговременно за 12 ÷ 24 часа до использования по назначению, и оставить ёмкость с подвижной фазой открытой.

7. ПОРЯДОК РАБОТЫ

7.1. Начало работы

Установите необходимый расход подвижной фазы, например 1,5 см³/мин, на насосе, включите поток подвижной фазы. Через 10 - 20 мин. после получения стабильной базовой линии колонка готова к работе.

Одним из критериев выхода колонки на режим является отсутствие случайных пиков.

Внимание! Максимальный расход для колонки Star-Ion A300 100*4,6мм составляет 2 см³/мин.

7.2. Подготовка образца

Перед введением образца в хроматограф рекомендуется отфильтровать образец через 0,2 ÷ 0,45 мкм фильтр. Вместо фильтрации, возможно использовать центрифугирование образца.

При большой концентрации анализируемых ионов, образец необходимо перед введением в хроматограф развести деионизованной водой.

Образцы, взятые из элементов питания (щелочных батареек), содержат большие количества гидроксид аниона. При этом детектирование хлорида и других ионов сильно затруднено или вообще невозможно. Для решения этих проблем по отдельному заказу возможна поставка специальных компонентов твердофазной экстракции (ТФЭ) для подготовки образца. Так, для снижения в пробе содержания карбонатного, гидроксидного иона и поддержание необходимого рН используется набор STAR-ION-IC-H. Для снижения мешающего количества ионов галогенов используется набор STAR-ION-IC-Ag, при избытке сульфатов - набор STAR-ION-IC-Ba. В любом случае, при решении конкретных аналитических проблем следует проконсультироваться с Поставщиком.

Примеси переходных металлов, взаимодействуя с сорбентом колонки, оказывают вредное влияние на работу колонки (блокируются функциональные группы). Кроме того, если в образце содержатся ионы, сорбирующиеся на колонке, десорбция которых затруднена, снижается емкость колонки и время удерживания целевых компонентов.

7.3. Завершение работы

Выключите поток подвижной фазы. В подвижной фазе колонка может храниться до двух дней.

Если перерыв в работе составит более двух дней необходимо перемыть и/или законсервировать колонку согласно п. 8.1.

8. КОНСЕРВАЦИЯ, ХРАНЕНИЕ, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ОБСЛУЖИВАНИЕ

8.1. Перемывка и консервация колонки

Консервация колонки необходима при перерывах в работе более двух дней. Для консервации колонки необходимо перемыть колонку с подвижной фазы на деионизованную воду, для этого замените подвижную фазу на деионизованную воду, прокачайте с рабочим расходом деионизованную воду в течении 15 минут. Колонка перемыта.

При значительных перерывах в работе с целью предотвращения высыхания сорбента колонки после перемывки колонки на деионизованную воду, отсоедините колонку от гидравлического тракта хроматографа и закройте заглушками входной и выходной фитинги колонки. Колонка законсервирована.

8.2. Хранение колонки

Хранить колонку рекомендуется законсервированной при +4 °С в холодильнике.

ВНИМАНИЕ! Колонку категорически запрещается замораживать т.к. это может привести к её необратимому повреждению.

8.3. Транспортирование колонки

Транспортировка колонки осуществляется после её консервации согласно п. 8.1. в транспортной упаковке предприятия – производителя или любой другой таре исключающей механическое повреждение, и может перевозиться железнодорожным или автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах или авиационным транспортом в отапливаемых герметизированных отсеках.

ВНИМАНИЕ! Колонку категорически запрещается замораживать т.к. это может привести к её необратимому повреждению.

8.4. Обслуживание

Колонка относится к разряду расходных элементов, на которые распространяется ограниченная гарантия.

Обслуживание колонки заключается в проведении следующих процедур:

- 1 – замена предколонок при превышении давления, указанного в таб. 1;
- 2 – промывка колонки десяти кратной концентрацией подвижной фазы, (17 ммоль NaHCO_3 + 18 ммоль Na_2CO_3) в течении 1 ÷ 2 часов.

9. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

В таб. 3 приведён список возможных неисправностей колонки Star-Ion A300 и способы их устранения.

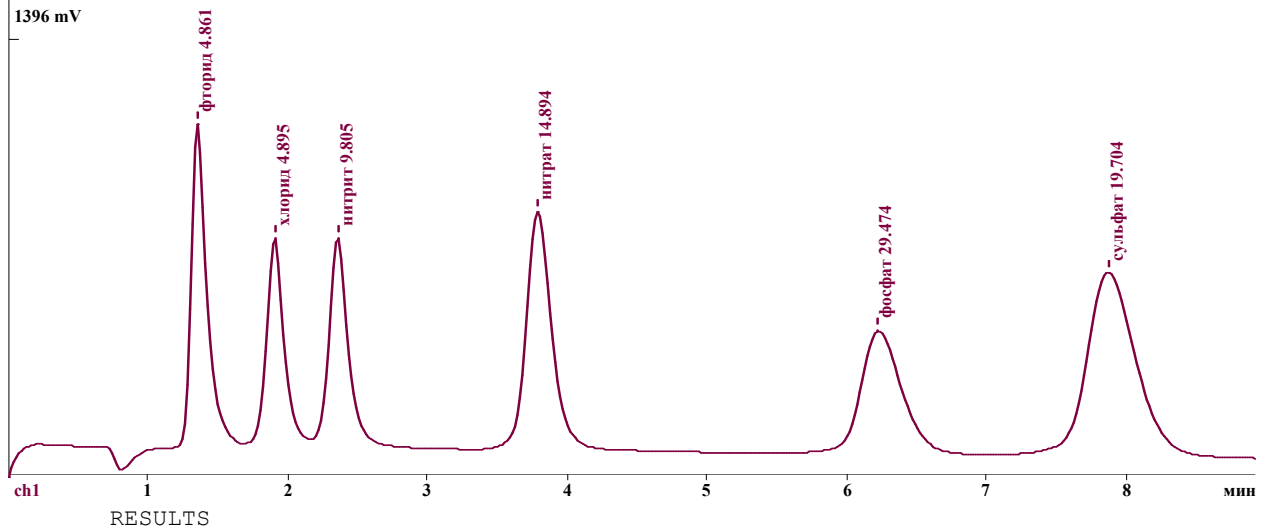
Таб. 3. Возможные неисправности колонки Star-Ion A300 и способы их устранения.

Вид отказа	Это может быть по след. причине	Возможные причины отказа	Что Вы должны сделать
1. Высокое давление на колонке и/или предколонке	1.1. Механическое загрязнение гидравлического тракта или забивание фрита предколонки	1.1.1. Образец не достаточно отфильтрован	1.1.1.1. Строго следуйте п.7.2. при приготовлении образца 1.1.1.2. Замените предколонку на новую
		1.1.2. подвижная фаза недостаточно отфильтрована	1.1.2.1. Строго следуйте п. 6.1. при приготовлении 1.1.2.2. Замените предколонку на новую
	1.2. Расход подвижной фазы выше 2 см ³ /мин	1.2.1. Неверно установленный расход подвижной фазы	1.2.1.1. Установите расход подвижной фазы менее 2 см ³ /мин
2. Времена выхода анализируемых анионов увеличились	2.1. Элюирующая способность подвижной фазы стала меньше	2.1.1. Подвижная фаза изменила свой состав при испарении (характерно при работе с бикарбонатным буфером)	2.1.1.1. приготовьте свежую подвижную фазу согласно п. 6.1.
3. Время выхода анализируемых компонентов уменьшилось	3.1. Элюирующая способность подвижной фазы выше	3.1.1. Неправильно приготовленная подвижная фаза	3.1.1.1. Приготовьте подвижную фазу заново согласно методики определения
	3.2. Загрязнена поверхность сорбента колонки	3.2.1. В образце содержатся нефтепродукты или ионы переходных металлов	3.2.1.1. Промойте колонку согласно п. 8.4. 3.2.1.2. Обратитесь в сервисную службу
4. Пики анализируемых компонентов стали уширяться и/или двоиться	4.1. Перегрузка колонки образцом	4.1.1. недостаточное количество функциональных групп для эффективного удерживания анализируемого иона	4.1.1.1. Разведите образец деионизованной водой.
	4.2. Загрязнение сорбента колонки	4.2.1. Подвижная фаза приготовлена на загрязнённой воде	4.2.1.1. Приготовьте подвижную фазу только на деионизованной или дистиллированной воде 4.2.1. Замените предколонку на новую
	4.3. Просадка сорбента в колонке	4.3.1. Превышение рабочего давления на входе в колонку	4.3.1.1. Замените колонку 4.3.1.2. Обратитесь в сервисную службу

Приложение 1.

В данном приложении приведена типичная хроматограмма характерная для колонки Star-Ion A300 в стандартных условиях.

Analysis from: 19.07.2004 14:01:55
 File: E:\Колонка Star-Ion A300\o7191401.CHW
 Last save: 06.07.2006 23:50:16
 Method: CD.mtw
 Last save: 19.07.2004 14:00:56
 Run operator:
 Analysis number: 1002
 SAMPLE: 1
 Vial number: 1
 Volume: 100.0 µl
 COLUMN: STAR-ION
 Size: 4.6x 100 mm
 ELUENT A: 1.7 mM NaHCO₃ + 1.8 mM Na₂CO₃
 Flow: 1.50 мл/мин
 Temperature: 20.0 C
 Pressure: 3.9 МПа



Quantitation method: Заказной
 Standard component: Нет

No	Retention мин	Width/2 мин	Height mV	Area mV*сек	TP	Conc.	Name
1	1.349	0.112	1040.70	8279.74	650	4.861	фторид
2	1.902	0.127	678.27	6125.83	1004	4.895	хлорид
3	2.353	0.137	675.29	6745.99	1255	9.805	нитрит
4	3.784	0.186	765.43	9807.21	1973	14.89	нитрат
5	6.223	0.306	391.93	7905.35	2153	29.47	фосфат
6	7.866	0.364	588.07	14193.13	2403	19.7	сульфат
6	8.916	0.205	4139.69	53057.25	1573	83.63	