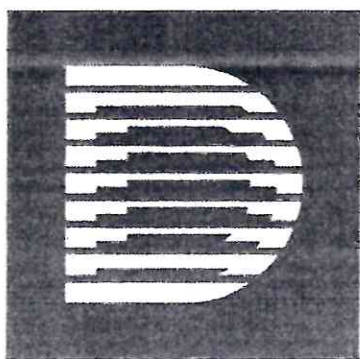




13

DIONEX

ИОННАЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ СИСТЕМА

ICS-5000

ИНСТРУКЦИЯ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

© 2011 Dionex Corporation

Документ № 065342-02 6/10

Пробное издание

26 Май 2011 г.



Верно
начальник лаборатории
Е. А. Заметьев

©2011 напечатано компанией Dionex Corporation.

Все права сохраняются по всему миру.

Напечатано в США.

Переведено на русский язык с разрешения компании Dionex Corporation.

Этот печатный документ охраняется федеральным законом об авторском праве. Никакая часть из этой публикации не может быть скопирована или распространена, передана, преобразована, сохранена в поисковой системе или переведена на любой человеческий или компьютерный язык, в любой форме или же любым способом - электронным, механическим, магнитным, ручным или же каким-либо другим, или же передана третьему лицу без специального письменного разрешения компании Dionex Corporation (адрес: 1228 Titan Way, Sunnyvale, California 94088-3603 U.S.A).

ОТКАЗ ОТ ГАРАНТИИ И ОГРАНИЧЕНИЯ ГАРАНТИИ

Эта публикация предоставлена «как есть» без гарантии любого вида. Компания DIONEX не гарантирует, не берет на себя ответственности и не делает никаких специальных или подразумеваемых заявлений относительно использования или же результатов использования этого документа в отношении правильности, точности, надежности, своевременности или других аспектов. Кроме этого компания DIONEX оставляет за собой право перерабатывать этот документ и время от времени делать изменения содержания в нем без обязательства со стороны компании DIONEX уведомлять любое лицо или любую организацию о такой переработке или о сделанных изменениях.

Торговые марки

AES, Atlas, Chromeleon, EluGen, IonPac, OnGuard и SRS являются зарегистрированными торговыми знаками компании Dionex Corporation. CarboPac, MicroMembrane, MMS, Reagent-Free и RFIC является торговыми знаками компании Dionex Corporation.

Adobe, Adobe Reader и Acrobat являются зарегистрированными торговыми знаками компании Adobe Systems, Incorporated.

Kel-F является зарегистрированным торговым знаком компании 3M Corporation.

FastLock и MSQ Plus являются торговыми знаками компании Thermo Electron Corporation.

PEEK является торговым знаком компании Victrex PLC.

PharMed является зарегистрированным торговым знаком компании Saint-Gobain Performance Plastics.

Teflon является зарегистрированным торговым знаком компании E.I. duPont de Nemours & Company.

Хронология издания

Издание 01, Май 2005 г.

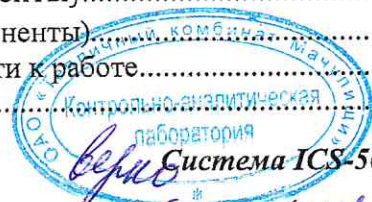
начальник лаборатории
Е.А. Кузнецов



ОГЛАВЛЕНИЕ

1. Введение	7
1.1. Общий обзор хроматографической ионной системы ICS-5000	7
1.1.1. Компоненты системы ICS-5000	8
1.1.2. Управление системой ICS-5000	14
1.2. Документация для хроматографической системы ICS-5000	16
1.3. Об этой инструкции по эксплуатации прибора ICS-5000	17
1.3.1. Общий обзор	17
1.4. Информация по технике безопасности, регулирующих правилах и документах	18
1.4.2. Замечания и предупреждения по технике безопасности	18
1.4.1. Наклейки и этикетки по технике безопасности	19
2. ОПИСАНИЕ	21
Описание насосов DP/SP (Сдвоенного насоса/Одинарного насоса)	21
2.1. Функции на передней панели для насосов DP/SP (Сдвоенного насоса/Мононасоса)	21
2.2. Внутренние компоненты DP/SP (Сдвоенного насоса/Мононасоса)	22
2.2.1. Головки насоса	24
2.2.2. Измерительный преобразователь давления	25
2.2.3. Пропорциональные (дозировочные) клапаны (только для градиентного насоса)	25
2.2.4. Модуль для вакуумной дегазации элюента	25
2.2.5. Система для промывки уплотнений плунжера	26
2.2.6. Статический смеситель	27
2.2.7. Амортизатор колебаний	27
2.3. Схема организации жидкостных потоков в DP/SP (в сдвоенном насосе/одинарном насосе)	28
2.3.1. Схема жидкостного тракта в изократическом насосе	28
2.3.2. Схема жидкостного тракта в градиентном насосе	29
2.4. Задняя панель DP/SP (сдвоенного насоса/одинарного насоса)	30
2.5. Резервуары для элюентов	34
2.5.1. Блок для размещения резервуаров с элюентами (Опционный)	34
ОПИСАНИЕ ЕГ (ГЕНЕРАТОРА ЭЛЮЕНТА)	35
2.6. Функции генератора элюента, расположенные на передней панели	35
2.7. Внутренние детали генератора элюента (EG)	36
2.8. Задняя панель генератора элюента	41
2.9. Схема организации потоков жидкости в генераторе элюента (EG)	43
ОПИСАНИЕ БЛОКА DC (ДЕТЕКТОР/ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МОДУЛЬ)	46
2.10. Функции на передней панели блока DC (Детектор/Хроматографические компоненты)	46
2.11. Внутренние компоненты в блоке DC (Детектор/Хроматографические компоненты)	48
2.11.1. Внутренние компоненты блока DC для капиллярной ИХ	48
2.11.2. Модуль IC Cube для капиллярной ИХ	49
2.12. Зоны контроля температуры в блоке DC	57
2.13. Краны высокого давления	57
2.13.1. Четырехпортовый клан	58
2.13.2. Шестипортовый клан	58
2.13.3. Десятипортовый кран	59
2.14. Кондуктометрический детектор (CD)	61
2.14.1. Термостатируемая кондуктометрическая ячейка	61
2.14.2. Подаватель фоновой электропроводности элюента	62
2.14.3. Схема организации жидкостных потоков для кондуктометрического детектирования	63
2.15. Электрохимический детектор (ED)	65
2.15.1. Амперометрическая ячейка	65
2.15.2. Комбинированный электрод сравнения pH-Ag/AgCl	67
2.15.3. Палладиево-водородный электрод сравнения	68
2.16. Задняя панель блока DC (Детектор/Хроматографические компоненты)	69

2.17. Опция I/O (Ввод/Вывод).....	72
2.17.1. Присоединения I/O (Вводов/Выводов).....	73
2.17.2. Аналоговые выходы.....	74
2.17.3. Выходы Power (Сетевое питание), Relay (Релейное управление) и TTL (Транзисторно-транзисторная логика).....	76
2.17.4. Входы TTL.....	78
2.18. Менеджер автоматизации.....	82
2.18.1. Переключающие краны высокого давления.....	83
2.18.2. Вентили низкого давления.....	84
2.18.3. Управление кранами высокого давления и вентилями низкого давления.....	85
2.18.4. Подогреватель для реакционной спирали RCH-1.....	87
2.19 Режимы работы электрохимического детектора.....	88
2.19.1. Постоянно-токовое амперометрическое детектирование.....	88
2.19.2. Интегральное и импульсное амперометрическое детектирование.....	89
2.19.3. Детектирование с помощью циклической вольтамперометрии.....	91
2.19.4. Формы волны.....	91
2.19.5. Сохранение и повторная обработка амперометрических данных.....	95
Описание блока ТС (Термостат).....	99
2.20. Передняя панель блока ТС (Термостат).....	99
2.21. Внутренние компоненты блока ТС (Термостат).....	100
2.22. Задняя панель блока ТС (Термостат).....	101
2.23. Впускные клапаны.....	103
2.23.1. Управление впускными клапанами.....	104
2.23.2. Подключение впускных клапанов.....	105
2.24. Система идентификации колонок.....	106
2.25. Датчики газа и влаги.....	106
2.26. Принцип работы блока ТС (Термостат).....	107
2.26.1 Оценочная производительность.....	108
3. Конфигурирование системы.....	109
3.1. Общий обзор.....	109
4. ЗАПУСК СИСТЕМЫ.....	115
4.1. Рабочие предупреждения.....	115
4.1.1. Предупреждения по работе EG (генератора элюента).....	115
4.1.2. Рабочие предупреждения при использовании амперометрической измерительной ячейки для ED (электрохимического детектора).....	116
4.2. Контрольный список этапов запуска системы.....	119
4.3. Подготовка образцов для анализа.....	119
4.3.1. Сбор и хранение образцов.....	119
4.3.2. Предварительная подготовка образцов.....	120
4.3.3. Разбавление образцов.....	120
4.3.4. Заполнение виал в автосамплере и установка их на поддоне автосамплера.....	120
Запуск DP/SP (сдвоенного насоса/монопасоса).....	121
4.6. Установка резервуара (резервуаров) с элюентом.....	121
4.7. Установка системы для промывки уплотнений плунжеров.....	122
4.8. Запуск насоса.....	124
Запуск генератора элюента (EG).....	126
4.9 Ввод концентрации элюента.....	126
4.10 Выбор концентрации элюента.....	126
ЗАПУСК БЛОКА DC (Детектор/Хроматографические компоненты).....	129
4.11. Запуск блока DC (Детектор/Хроматографические компоненты).....	129
4.12. Приведение системы в равновесие и проверка готовности к работе.....	130
4.13 Запуск термостата.....	131



1. Введение

1.1. Общий обзор хроматографической ионной системы ICS-5000

- ❶ Сдвоенный насос ICS-5000
- ❷ Генератор элюента ICS-5000
- ❸ Блок детектор/хроматографические компоненты (DC) ICS-5000



Рисунок 1-1. Система ICS-5000 для сдвоенного анализа с помощью безреагентной ионной хроматографии

Ионная хроматографическая система Dionex ICS-3000 предоставляет пользователю полный диапазон компонентов для безреагентной ионной хроматографии (RFIC™). В этой системе скомбинированы автоматизированная генерация элюента и самоподавление фоновой электропроводности элюента, что делает ионную хроматографию (ИХ) более мощным инструментом анализа, чем когда-либо ранее. Теперь нет необходимости тратить время на приготовление элюентов и регенерирующих растворов: Все что теперь нужно Вам – деионизованная вода. ИХ система автоматически генерирует необходимое количество элюента нужной концентрации, в соответствии с Вашей задачей, при этом обеспечивая превосходные аналитические результаты. В сочетании с использованием капиллярных колонок при величине потока 0.010 мл/мин, система ICS-5000 может использоваться длительное время при минимальном расходе элюента.

начальник лаборатории
Е.А. Лисовский
 Контрольно-аналитическая лаборатория
 Система ICS-5000

Возможность проведения сдвоенных анализов (как одновременно, так и последовательно) в системе ICS-5000 позволяет Вам максимизировать эффективность работы и пропускную способность системы при минимальном времени простоя. Модульная конструкция дает возможность быстро конфигурировать систему и устанавливать оборудование, наиболее соответствующее вашей задаче.

Одноканальная ICS-5000 может системе работать в трех различных режимах:

- В капиллярном режиме используются колонки диаметром 0.4 мм со стандартной величиной потока от 0.005 до 0.02 мл/мин
- В микроколоночном режиме используются колонки диаметром 2 мм со стандартной величиной потока от 0.2 до 0.5 мл/мин
- В обычном режиме используются колонки диаметром 4 мм со стандартной величиной потока от 1.0 до 2.0 мл/мин

Двухканальная ICS-5000 может работать в любой комбинации приведенных выше режимов (один капиллярный канал и один «микро», или же два капиллярных, или один «микро» и один стандартный)

1.1.1. Компоненты системы ICS-5000

Приведенная ниже таблица представляет модули, доступные в линейке изделий для ICS-5000 и дополнительных устройств, которые могут быть добавлены в систему ICS-5000. Для получения краткой информации об устройстве, обратитесь к указанной странице.

Тип изделия	Название изделия
Насос	Сдвоенный насос для ICS-5000 (стр. 12)
	Мононасос для ICS-5000 (стр. 12)
Генератор элюента	Генератор элюента для ICS-5000 (стр. 12)
Блок для установки резервуаров с элюентами	Блок для установки резервуаров с элюентами для ICS-5000 (стр. 13)
Модуль Детектор/Хроматографические компоненты	Модуль Детектор/Хроматографические компоненты для ICS-5000 (стр. 11)
Модуль IC Cube™ (внутри модуля DC)	ICS-5000 IC Cube (стр. 11)
Детектор (внутри модуля DC)	Кондуктометрический детектор для ICS-5000 (стр.
	Электрохимический детектор для ICS-5000
Вспомогательные модули (внутри модуля DC)	Система управления автоматикой для ICS-5000 (стр. 12)
Детектор (вне модуля DC)	Фотодиодный матричный детектор серии ICS (смотрите страницу 15)

	Детектор с перестраиваемой длиной волны серии ICS
Блок термостата	Блок термостата для ICS-5000
Автосамплер	Автосамплер AS (смотрите страницу 13)
	Автосамплер AD-DV (смотрите страницу 14)
Масс-спектрометр	Масс-спектрометр MSQ Plus™ (смотрите страницу 18)

Сдвоенный насос (DP) и мононасос (SP) для системы ICS-5000

Сдвоенный насос и мононасос могут быть настроены для работы в стандартных аналитических, микроколоночных или капиллярных режимах. Капиллярные ионные хроматографические колонки всегда изократичны (допустимо применение элюента одного типа). Стандартные ионные колонки могут также работать при определенном градиенте концентрации элюента и низком давлении. Градиентные насосы могут комбинировать до 4-х различных элюентов. Элюирующая смесь может прокачиваться изократически, изократически с пропорционированием, с линейным изменением состава, со ступенчатым законом изменения состава, с криволинейной зависимостью изменения состава или же в комбинации из перечисленных выше закономерностей.

Мононасос содержит один из следующих типов насосов:

- Изократический насос для капиллярной ионной хроматографии
- Изократический насос для стандартной ионной хроматографии
- Градиентный насос для стандартной ионной хроматографии

Сдвоенный насос содержит два насоса в любой комбинации из вышеприведенных (например, два изократических для капиллярной ИХ, два изократических для стандартной ИХ, один изократический и один градиентный для стандартной ИХ)

Второй насос в системе может использоваться в хроматографическом процессе, или же как вспомогательный зависимый насос, или как вспомогательный независимый насос.

**Capillary
IC**

Насосы для капиллярной ИХ работают при величине потока элюента от 0.001 до 3.0 мл/мин при рабочем давлении 41 МПа

**Analytical
IC**

Насосы для стандартной ИХ работают при величине потока элюента от 0.00 до 10.0 мл/мин при рабочем давлении 35 МПа. Также поддерживается микроколоночная ИХ.

Генератор элюента (EG) в системе ICS-5000

Генератор элюента (EG) непосредственно в потоке создает элюенты из деионизованной воды на основе высокочистой кислоты или щелочи. EG можно настроить для работы в одноканальном, либо в двухканальном режиме.

Каждый канал включает:

- Высокопрецизионный программируемый источник тока (блок питания)

Следующие функциональные компоненты, предназначенные для установки внутри EG должны заказываться отдельно:

- Расходный картридж для генерации элюента (EGC). Каждый картридж содержит соответствующее количество концентрированного раствора электролита.
- Непрерывно регенерирующуюся улавливающую колонку (CR-TC) чтобы удалять посторонние загрязнения от источника деионизованной воды. Колонка CR-TC является электролитически регенерируемым устройством, что позволяет ее функционировать в течение продолжительного периода времени без химической регенерации.
- Устройство для удаления газов при высоком давлении, которое устраняет электролизные газы, образующиеся при генерации элюента

Картридж (EGC) и улавливающая колонка (CR-TC) доступны в двух исполнениях – для систем капиллярной и стандартной ИХ.



Безреагентная ИХ с системой регенерации элюента (RFIC-ER™)

Опция доступна в качестве дополнения к системам ICS-5000, не использующих модуль генерации элюента (EG). Регенерация осуществляется за счет периодического ограничения подачи нового элюента, в результате возможно использование 4-х литров элюирующей смеси в течение четырех недель. Поскольку система является замкнутой, она может непрерывно работать без необходимости перекалибровки в течение 28 дней. В RFIC-ER в качестве элюентов используются растворы карбонатов, смеси карбонатов/бикарбонатов или метансульфоновые (MSA) для изократических разделений на стандартных колонках

Блок для установки резервуаров с элюентами (ЕО) в системе ICS-5000

Блок для установки резервуаров с элюентами (ЕО) удерживает резервуары с элюентом в выемке, которая собирает проливы и утеки жидкости. Сверху на DC можно установить до двух блоков ЕО.

В каждом блоке ЕО можно разместить до четырех одно- и двухлитровых резервуаров или до двух четырехлитровых резервуаров. Обычно заказываемый блок ЕО сконфигурирован на размещение четырех двухлитровых резервуаров (P/N 072058).

Все резервуары, предназначенные для использования со сдвоенным насосом/монопасосом можно поддавливать инертным газом.

Если Вы планируете применять резервуары с поддавливанием, необходимо использовать опционные принадлежности для ЕО и стойку (P/N 074423).

В принадлежности входит регулятор давления и узел манометра с четырьмя выходами (для подсоединения четырех резервуаров для элюентов), а также необходимые трубки и присоединительные фитинги. Если необходимо применение дополнительных резервуаров, следует заказать второй регулятор (P/N 074422).

начальник лаборатории
Е.А. Резниченко

Верно
Контрольно-аналитическая лаборатория

Безреагентная ИХ с автоматическим приготовлением растворов образцов-электролитов (RFIC-ESP™)

Использование RFIC-ESP открывает доступ к методикам автоматической подготовки образцов, в которых используется наличие собственных электролитов, в результате чего снижается стоимость и увеличивается качество анализов.

Устройства (Dionex CR-TC), работающие в системе RFIC-ESP, могут использоваться для предварительного удаления катионов из образца при анализе содержания анионов. Другое устройство – AutoNeutralization™ позволяет нейтрализовать раствор сильной кислоты или основания (до 25% для фосфорной кислоты и гидроксида натрия). А электролитический очиститель воды позволяет получить дистиллят с уровнем шума порядка нг/л, что очень важно при обнаружении следовых количеств веществ с предварительным концентрированием.

Модуль Детектор/Хроматографические компоненты (DC) для системы ICS-5000

Модуль DC обеспечивает создание пространства с контролируемой температурой для хроматографических компонентов в системе ICS-5000. В модуле DC можно разместить компоненты для двух каналов, собранных либо для последовательной, либо для параллельной работы.

В модуле DC могут быть размещены следующие компоненты системы:

- Кондуктометрический детектор
- Электрохимический детектор
- Краны для ввода проб
- Переключающие краны
- Защитные и аналитические колонки
- Подаватели фоновой электропроводности элюента
- Менеджер автоматизации для ICS-5000 или модуль ICS-5000 IC Cube™

Кондуктометрический детектор (CD) в системе ICS-5000

Кондуктометрический детектор (CD) является модульным детектором с интегрированной ячейкой с двойной детектирующей способностью (параллельная или последовательная). Детектор CD имеет сигнальный диапазон до 15000 μS (мкСм) и способен работать в хроматографических приложениях с большим уровнем фонового сигнала (без подавления фоновой электропроводности). Кондуктометрический детектор устанавливается в верхнем отсеке CD. Для вдвоенных систем возможна установка двух детекторов.

Электрохимический детектор (ED) в системе ICS-5000

Электрохимический детектор (ED) является модульным детектором с ячейкой с двойной детектирующей способностью (параллельная или последовательная). Электрохимический детектор поддерживает различные формы сигнала, множественное интегрирование и возможность дополнительной обработки полученных данных после окончания аналитической процедуры

Под управлением Chromeleon 6.8 детектор способен собирать данные, необходимые для построения трехмерных амперометрических кривых

В электрохимический детектор могут устанавливаться рабочие электроды из золота, серебра, платины или стеклоглерида. Электрохимический детектор устанавливается в верхнем отсеке DC. Для сдвоенных систем возможна установка двух детекторов.

Capillary IC ICS-5000 IC Cube™

Модуль IC Cube™ содержит компоненты, необходимые для решения задач капиллярной ИХ. Каждый модуль содержит кран для ввода проб, нагреватель колонки, заменяемые картриджи с рабочими компонентами капиллярного ИХ. Доступны картриджи для следующих частей хроматографа: устройство удаления карбонатов (CRD), подавитель фоновой электропроводности элюента, защитная и разделительная колонки, дегазатор модуля генерации элюента (EG). Модуль IC Cube устанавливается в верхней части блока DC. Для сдвоенных систем возможна установка двух модулей.

Менеджер автоматизации (AM) в системе ICS-5000

Менеджер автоматизации (AM) состоит из панели для монтажа компонентов, расположенной на базовом основании. На AM имеются монтажные места для установки устройств, предназначенных для подготовки образцов, и размещения компонентов системы для проведения постколоночных реакций: переключающих кранов, электромагнитных кранов, реакторных спиралей и т. д. Менеджер автоматизации устанавливается в верхнем отсеке блока DC, над детекторами.

Автосамплер AS (AS)

Автосамплер AS является мощным, полнофункциональным автосамплером, который с высокой точностью подает образец (объемы в интервале от 1.0 до 100 мкл, шаг изменения 0.1 мкл или объемы в интервале от 100 до 8000 мкл, шаг изменения 1 мкл) на кран для ввода пробы. Автосамплер может работать в нескольких режимах:

- *Concentrate (Концентрирование)* – Образец подается в единичную аналитическую систему для следового анализа и устранения мешающего влияния матрицы; вместо дозирующей петли в кране для ввода пробы устанавливается колонка для предварительного концентрирования пробы.
- *Simultaneous (Одновременный)* – Образец подается в две аналитические системы одновременно; на каждом кране для ввода пробы устанавливается дозирующая петля. Образец подается одинаково в две системы (по 50 % объема в каждую), это позволяет осуществить отдельные анализы как раз с одним образцом.
- *Sequential (Последовательный)* – Образец последовательно подается в две аналитические системы. Это позволяет осуществить ввод двух независимых образцов в два хроматографических приложения с использованием одного автосамплера. Когда первая система находится в режиме анализа, вторая система подготавливается и загружается для анализа образца.

- *Sequential Concentrate (Последовательный с концентрированием)* – Образец последовательно подается в две аналитические системы; вместо дозирующей петли на кране для ввода пробы устанавливается колонка для предварительного концентрирования.
- *Reagent Prime (Заполнение реагентом)* (доступно только в режиме *Concentrate – Концентрирование*) – Заполнение соединительных линий реагентом. Например, выполнение режима *Reagent Prime (Заполнение реагентом)* во время этапа устранения матрицы гарантирует, что соответствующий реагент будет находиться в соединительном трубопроводе для устранения мешающего влияния матрицы и обеспечит устранение взаимного загрязнения между образцами.
- *Reagent Flush (Отмывка от реагента)* (доступно только в режиме *Concentrate – Концентрирование*) – Отмывка концентрирующей колонки с реагентом (например, известный источник чистой дистиллированной воды) чтобы удалить нежелательные компоненты матрицы образца.

AS-DV автосамплер (AS-DV)

Автосамплер AS-DV является стандартным устройством для загрузки проб объемом 0.1-5.0 мл (с шагом 0.1 мл) в полость для ввода проб или же в концентрирующую колонку системы ИХ.

ICS-5000 имеет 50 виал объемом 0.5 или 5.0 мл, или различные комбинации этих объемов. Виалы могут быть использованы в произвольном порядке, из каждой можно приготовить несколько образцов. Автосамплер запоминает размер виал и степень заполнения каждой из них

Фотодиодный матричный детектор PDA серии ICS

Детектор PDA является оптическим детектором, который может измерять спектр поглощения в интервале длин волн от 190 до 800 нм. Дейтериевая лампа оптимизирована для работы в УФ диапазоне (от 190 до 380 нм), вольфрамовая лампа накаливания предназначена для работы в видимой части спектра (от 380 до 800 нм).

Детектор PDA позволяет накопить до пяти 2D хроматограмм при пяти отдельных длинах волн без необходимости собирать данные для трехмерного представления.

Накопление хроматограмм при индивидуальных длинах волн вместо спектров предоставляет два преимущества:

- Устраняет необходимость проводить расшифровку хроматограмм, не требующих спектральных данных
- Экономит дисковое пространство в компьютере.

Детектор с перестраиваемой длиной волны серии ICS (VWD)

VWD является двухлучевым (луч сравнения и луч измерения) фотометром с перестраиваемой длиной волны. Спектральный диапазон от 190 до 900 нм обеспечивается двумя источниками света: дейтериевой лампой для ультрафиолетовой зоны и обычной лампой накаливания для измерений в видимой области. Четырехканальный детектор проводит измерения на четырех длинах волн одновременно. VWD также содержит встроенный фильтр на основе оксида гольмия

