Вы держите в руках капиллярную колонку Chrom A — результат собственных разработок, многолетнего опыта и практической работы наших специалистов в области газовой хроматографии. При соблюдении рекомендаций настоящего руководства ваша колонка сохранит свои рабочие характеристики и обеспечит надёжные и воспроизводимые результаты на протяжении всего срока службы.

Мы находимся в Петербурге и всегда открыты к общению с нашими партнерами. Будем рады ответить на ваши вопросы, поделиться профессиональным опытом и помочь в решении любых задач, связанных с установкой и эксплуатацией колонок Chrom A.

Благодарим вас за выбор Chrom A.

>>> Назначение и область применения

Капиллярные колонки Chrom A предназначены для разделения и анализа компонентов сложных смесей методом газовой хроматографии.

Колонки могут использоваться в составе газовых хроматографов любых производителей, оснащённых инжекторами и детекторами, предназначенными для установки капиллярных колонок, для решения широкого круга аналитических задач в химической, нефтехимической, фармацевтической, пищевой, экологической и других отраслях промышленности.

Настоящее руководство содержит рекомендации по транспортировке, хранению, установке, кондиционированию и эксплуатации капиллярных колонок Chrom A, а также основные правила технического обслуживания и диагностики возможных неисправностей.

Рекомендации руководства распространяются на капиллярные колонки Chrom A с различными типами неподвижных фаз и геометрическими параметрами, если иное не указано в технической документации на конкретное изделие.

>>> Устройство капиллярной колонки

Капиллярная колонка Chrom A изготовлена по технологии WCOT (Wall Coated Open Tubular) и представляет собой тонкостенный капилляр из плавленого кварца, на внутреннюю поверхность которой нанесён тонкий слой неподвижной фазы.

Кварцевый капилляр

Основу колонки образует тонкостенный капилляр из плавленого кварца, геометрические размеры которого (длина и внутренний диаметр) являются одними из основных параметров, влияющих на эффективность разделения.

Неподвижная фаза

На внутреннюю поверхность капилляра равномерно нанесён тонкий слой специального полимерного материала. В процессе анализа компоненты пробы адсорбируются и десорбируются на неподвижной фазе с разной эффективностью, что обеспечивает их разделение и различие во времени удерживания.

Защитное полиимидное покрытие

Снаружи капилляр покрыт полиимидным полимером. Это покрытие повышает механическую прочность и защищает колонку от повреждений при установке и эксплуатации.



>>> Транспортировка и хранение

Транспортировка

Капиллярные колонки Chrom A поставляются в картонных коробках, обеспечивающих защиту от механических повреждений при транспортировке и хранении.

Несмотря на наличие защитного полиимидного покрытия, кварцевый капилляр остаётся хрупким и требует бережного обращения. При транспортировке и перемещении колонки необходимо соблюдать следующие рекомендации:

- не допускать падения упаковки, ударов и сильных механических воздействий;
- не подвергать колонку резким изгибам, скручиванию и чрезмерному натяжению;
- не допускать контакта капилляра с острыми предметами и абразивными поверхностями.

Извлекайте колонку из упаковки аккуратно, удерживая её за каркас, а не за отдельные участки капилляра.

Важно: снимите транспортировочный колпачок с ножки каркаса до установки колонки в хроматограф

Хранение

Если колонка не используется, рекомендуется хранить её в оригинальной упаковке, защищённой от пыли, влаги и механических воздействий.

Перед помещением колонки на хранение необходимо герметично закрыть оба конца капилляра, чтобы предотвратить попадание внутрь пыли, влаги и других загрязнений. Для этой цели можно использовать чистые хроматографические септы.

При хранении следует соблюдать следующие условия:

- избегать воздействия прямых солнечных лучей;
- не допускать контакта колонки с агрессивными химическими веществами;
- хранить колонку в сухом месте при стабильной температуре;
- не допускать механических нагрузок и деформации капилляра.

Использование после хранения

Перед повторной установкой колонки необходимо убедиться в целостности капилляра и защитного покрытия. После снятия заглушек необходимо обрезать концы колонки, удалив участки, которые могли контактировать с уплотнительным материалом или подвергнуться загрязнению.

>>> Подготовка колонки к установке

Перед установкой капиллярной колонки Chrom A необходимо убедиться в исправности газового хроматографа, подготовить его основные узлы и проверить состояние газовых линий. Правильная подготовка оборудования позволяет избежать загрязнения колонки, повреждения неподвижной фазы и нарушения условий хроматографического разделения.

Все подготовительные работы следует выполнять при соблюдении требований безопасности и рекомендаций производителя газового хроматографа.

Проверка колонки перед установкой

Перед извлечением колонки из упаковки необходимо проверить её маркировку и соответствие технической документации.

Убедитесь, что:

- тип неподвижной фазы соответствует поставленной аналитической задаче;
- длина, внутренний диаметр и толщина плёнки соответствуют заказанной спецификации;
- максимальная рабочая температура колонки соответствует предполагаемым условиям анализа;
- упаковка не имеет видимых повреждений.

После извлечения из упаковки внимательно осмотрите капиллярную колонку и убедитесь в отсутствии повреждений. Не допускается её установка с видимыми повреждениями капилляра, изломами или участками с нарушенным защитным покрытием.

Подготовка газового хроматографа

Перед установкой колонки необходимо подготовить инжектор, детектор и газовые коммуникации прибора.

Важно: перед установкой колонки все нагреваемые зоны хроматографа должны быть охлаждены до безопасной температуры, газовое питание должно быть отключено

Рекомендуется выполнить следующие действия.

Инжектор:

- проверить состояние инжекционной септы и при необходимости заменить её;
- проверить тип, чистоту и состояние лайнера; при наличии загрязнений заменить или очистить его в соответствии с рекомендациями производителя прибора;
- проверить состояние уплотнений инжектора, включая уплотнительное кольцо (O-ring) и нижнее уплотнение (inlet seal).

Детектор:

- убедиться в исправности уплотнений и отсутствии загрязнений;
- проверить готовность детектора к работе и наличие необходимых вспомогательных газов, если они предусмотрены его конструкцией.

Подготовка газа-носителя

Чистота газа-носителя является одним из важнейших факторов, определяющих срок службы капиллярной колонки и стабильность её характеристик. Особенно опасно присутствие кислорода и влаги. При повышенных температурах кислород может вызывать окислительную деградацию неподвижной фазы, приводя к увеличению фонового сигнала, снижению эффективности колонки и сокращению срока её службы.

Перед установкой необходимо:

- убедиться в исправности источников газа-носителя, вспомогательных газов и правильности подсоединения их к хроматографу;
- проверить соответствие чистоты используемых газов требованиям аналитического метода и характеристикам используемого оборудования;
- проверить состояние газовых фильтров и ловушек;
- при необходимости заменить индикаторные ловушки кислорода и влаги;
- проверить герметичность газовых линий и соединений.

Для дополнительной очистки газа рекомендуется использовать специализированные газовые фильтры и ловушки, предназначенные для удаления кислорода, влаги и углеводородных примесей.

Необходимо также убедиться в исправности регуляторов давления и системы контроля расхода газа.

Важно: эксплуатация капиллярной колонки без продувки газом-носителем не допускается. Наличие кислорода при повышенной температуре может привести к необратимому повреждению неподвижной фазы

Необходимые инструменты и расходные материалы

Для правильной установки капиллярной колонки рекомендуется подготовить:

- специальный резак для капиллярных колонок *(рекомендуем использовать сапфировый резак Chrom A, артикул 21-00012525)*;
- увеличительное стекло для визуального контроля качества среза;
- соединительные гайки и феррулы, соответствующие типу соединений и внутреннему диаметру капилляра;
- электронный течеискатель для проверки герметичности соединений;
- расходомер для контроля расхода газа.

Важно: при использовании водорода в качестве газа-носителя необходимо использовать датчик утечек водорода, установленный в термостат хроматографа

Размер и материал феррул необходимо выбирать с учётом конструкции инжектора и детектора, а также рекомендаций производителя газового хроматографа.

При работе с кварцевым капилляром рекомендуется использовать защитные очки. *Острые фрагменты плавленого кварца могут представлять опасность при резке и обращении с колонкой.*

Проверка герметичности газовой системы

Перед установкой и нагревом колонки необходимо убедиться в герметичности газовых коммуникаций хроматографа.

Особое внимание следует уделить:

- соединениям газового баллона и редуктора;
- газовым линиям между источниками газов и хроматографом;
- соединениям газовых фильтров и ловушек;
- соединениям инжектора и детектора.

Для проверки рекомендуется использовать электронный течеискатель, предназначенный для обнаружения утечек газа в хроматографических системах. При обнаружении утечки необходимо устранить её причину до начала дальнейших работ.

Наличие негерметичных соединений может приводить к попаданию кислорода и влаги в систему, нестабильности расхода газа, ухудшению формы хроматографических пиков и повреждению неподвижной фазы.

После устранения утечек следует повторно проверить герметичность системы.

Контроль готовности к установке

Перед переходом к установке колонки убедитесь, что все подготовительные операции выполнены.

Газовый хроматограф должен быть исправен, инжектор и детектор очищены, газовые линии герметичны, а газ-носитель соответствует требованиям метода. Только после выполнения этих условий можно приступать к установке капиллярной колонки Chrom A.

>>> Установка капиллярной колонки

Подготовка колонки к монтажу

Перед установкой необходимо определить расположение колонки в термостате хроматографа и убедиться, что её возможно установить в термостат хроматографа. Это особенно важно в тех случаях, когда используются двух- и трехканальные схемы.

Аккуратно извлеките колонку из упаковки и размотайте необходимые участки капилляра. Избегайте резких изгибов, перекручивания и натяжения капилляра.

При размещении колонки в термостате:

- используйте штатный держатель или опорные элементы прибора; колонка должна быть надёжно закреплена в термостате хроматографа;
- располагайте колонку таким образом, чтобы она не соприкасалась со стенками термостата и другими нагретыми поверхностями;
- избегайте перегибов и механического напряжения капилляра;
- не допускайте трения капилляра о металлические кромки, крепёжные элементы и другие детали прибора.

Убедитесь, что оба конца колонки свободно достигают соответствующих узлов подключения.

Установка гаек и феррул

Перед монтажом на каждый конец колонки необходимо установить соединительную гайку и феррулу, соответствующие типу фитинга инжектора и детектора.

Феррула обеспечивает герметичное соединение капилляра с соответствующим узлом хроматографа.

При выборе феррулы необходимо учитывать:

- внутренний диаметр капилляра;
- тип соединения и конструкцию фитинга;
- материал феррулы;
- температурные условия эксплуатации;
- рекомендации производителя газового хроматографа.

Феррулу необходимо устанавливать в правильном направлении, если её конструкция предусматривает определённую ориентацию.



Не рекомендуется использовать повторно деформированные или повреждённые феррулы. При повторном монтаже колонки следует оценить состояние уплотнительных элементов и при необходимости заменить их.

Обрезка капилляра

При установке гайки и феррулы на колонку велика вероятность попадания в колонку материала феррулы, например, графита. Поэтому после проведения данной операции необходима подрезка колонки.

Качество среза капилляра имеет важнейшее значение для получения стабильных хроматографических характеристик.

Для обрезки используйте специальный сапфировый резак Chrom A для капиллярных колонок.

Порядок выполнения операции:

- установите соединительную гайку и феррулу на капилляр;
- оставьте небольшой участок капилляра за феррулой;
- выполните лёгкую насечку специальным резаком, располагая инструмент перпендикулярно продольной оси капилляра на расстоянии 10 – 20 мм от его конца;
- аккуратно надломите колонку в месте произведенной насечки. При правильно сделанной насечке капилляр должен легко обломиться. Если этого не произошло, сделайте насечку еще раз, отступя несколько мм от предыдущего места насечки;
- осмотрите полученный срез с помощью увеличительного стекла.

Правильно выполненный срез должен быть ровным, располагаться под прямым углом к оси капилляра и не иметь сколов, трещин и неровностей.

При обнаружении дефектов необходимо повторить обрезку.



<u>Важно: не используйте ножницы, бокорезы и другие инструменты, не предназначенные для обрезки кварцевых капилляров. Неправильная обрезка может привести к образованию сколов и частичному перекрытию внутреннего канала</u>

Установка колонки в инжектор

Перед установкой убедитесь, что инжектор охлаждён до безопасной температуры.

Вставьте подготовленный конец колонки в инжектор на глубину, предусмотренную конструкцией конкретной модели газового хроматографа. Глубина установки имеет существенное значение:

- при недостаточной глубине установки возможно ухудшение переноса пробы из инжектора в колонку и снижение чувствительности анализа;
- при чрезмерной глубине установки возможно нарушение процесса испарения и смешивания пробы, что приводит к ухудшению воспроизводимости результатов.

После установки зафиксируйте соединение гайкой с феррулой, соблюдая рекомендации производителя прибора и используемого типа фитинга. Не допускайте смещения колонки во время затягивания соединения. В то же время нельзя допускать чрезмерного затягивания гайки. В противном случае возможно разрушение колонки в месте подсоединения.



После подключения к инжектору выполните подключение второго конца колонки к детектору.

Перед установкой необходимо убедиться, что детектор охлаждён до безопасной температуры.

Установите гайку и феррулу, после чего обрежьте конец капилляра, как описано выше. Вставьте капилляр в детектор на глубину, предусмотренную конструкцией конкретной модели хроматографа.

Зафиксируйте соединение в соответствии с рекомендациями производителя газового хроматографа.

При установке в детектор необходимо учитывать его конструктивные особенности и требования к положению конца капилляра относительно детектора.

Проверка положения колонки и соединений

После подключения обоих концов убедитесь, что колонка правильно размещена в термостате, не имеет резких изгибов и не соприкасается с нагретыми или острыми элементами конструкции.

Проверьте надёжность фиксации соединений и убедитесь в отсутствии механического натяжения капилляра.

После завершения монтажа необходимо проверить герметичность соединений инжектора и детектора, например, с помощью электронного течеискателя.

При обнаружении утечек устраните их и повторите проверку.

Не приступайте к нагреву колонки до подтверждения герметичности системы и обеспечения стабильной подачи газа-носителя.

Проверка потока газа-носителя

После подключения колонки включите подачу газа-носителя и установите параметры давления и расхода в соответствии с геометрическими характеристиками колонки и требованиями аналитического метода.

Убедитесь, что газ свободно проходит через колонку и отсутствуют признаки нарушения герметичности соединений.

Нагрев колонки допускается только после подтверждения стабильного потока газа-носителя.

Завершение установки

После завершения монтажа убедитесь, что параметры колонки правильно указаны в программном обеспечении управления газового хроматографа.

В настройках прибора должны быть указаны фактические геометрические характеристики колонки: длина и внутренний диаметр капилляра.

Перед началом анализа необходимо выполнить продувку и кондиционирование колонки.

Продувка и кондиционирование предназначены для удаления воздуха и остаточных загрязнений из внутреннего объёма капиллярной колонки, что критично для стабилизации фонового сигнала при рабочих температурах.

Продувка колонки

Перед началом нагрева необходимо удалить воздух из внутреннего объёма капилляра путём продувки газом-носителем. Продувка выполняется при комнатной температуре, до начала температурной программы, в течение не менее 15 минут.

Порядок выполнения:

- убедитесь, что колонка правильно установлена, а соединения герметичны.
- откройте подачу газа-носителя;
- установите давление и расход в соответствии с геометрическими параметрами колонки и рекомендациями производителя газового хроматографа;
- обеспечьте непрерывную подачу газа-носителя через колонку;
- выполняйте продувку не менее 15 минут.

В течение всей процедуры необходимо поддерживать стабильный поток газа-носителя.

Важно: не допускается нагрев колонки без потока газа-носителя. Присутствие кислорода при повышенной температуре может вызвать окислительную деградацию неподвижной фазы и привести к необратимому ухудшению характеристик колонки

Кондиционирование колонки

Кондиционирование представляет собой термическую обработку колонки при повышенной температуре в потоке газа-носителя. Основная задача процедуры — удаление остаточных летучих компонентов и стабилизация фонового сигнала для минимизации его влияния на результаты анализа.

Рекомендуемый порядок выполнения:

- убедитесь, что продувка колонки завершена и поток газа-носителя стабилен;
- установите начальную температуру термостата в соответствии с выбранной температурной программой;
- постепенно повышайте температуру до температуры кондиционирования;
- поддерживайте заданную температуру в течение необходимого времени, контролируя стабильность базовой линии детектора.

Температуру кондиционирования рекомендуется выбирать примерно на 10 – 20 °C выше максимальной температуры, используемой в аналитическом методе, но она ни в коем случае не должна превышать максимально допустимую изотермическую температуру колонки, которая указана в паспорте колонке (а также на шильде и упаковке).

Продолжительность кондиционирования зависит от типа неподвижной фазы, толщины её слоя, температурного режима и требований к чувствительности анализа.

Для многих стандартных применений достаточно выдержки продолжительностью около одного часа. Полярные фазы и колонки с увеличенной толщиной плёнки могут требовать более продолжительного кондиционирования.

Контроль стабильности фонового сигнала

Во время кондиционирования необходимо наблюдать за изменением фонового сигнала детектора.

В начале нагрева возможно временное увеличение фонового сигнала, связанное с удалением летучих компонентов и выходом колонки на рабочую температуру.

В результате кондиционирования фоновый сигнал должен стабилизироваться.

Если фоновый сигнал продолжает расти, остаётся нестабильным или не достигает устойчивого состояния, необходимо проверить герметичность соединений, чистоту газа-носителя и состояние газовых фильтров.

При отсутствии стабилизации не следует бесконтрольно увеличивать продолжительность или температуру кондиционирования. Необходимо установить причину нестабильности.

Ограничения при кондиционировании

При выполнении процедуры необходимо соблюдать следующие требования:

- не превышать максимально допустимую изотермическую температуру колонки;
- не нагревать колонку без непрерывной подачи газа-носителя;

- использовать только чистый газ-носитель, очищенный от кислорода и влаги;
- не допускать утечек в соединениях инжектора и детектора.

Для детекторов с высокой чувствительностью, в частности МСД и ЭЗД, в отдельных случаях может быть целесообразно проводить первоначальное кондиционирование без подключения колонки к детектору. Такая процедура должна выполняться с учётом рекомендаций производителя прибора и конструкции колонки.

Завершение кондиционирования

После достижения стабильного фонового сигнала колонка готова к проведению аналитических измерений.

Для подтверждения правильности установки и работоспособности системы рекомендуется выполнить анализ тестовой смеси или стандартного образца с известным составом.

Полученные результаты следует сравнить с ожидаемыми характеристиками разделения и паспортными данными колонки.

>>> Эксплуатация капиллярной колонки

Соблюдение рекомендованных условий эксплуатации является важным фактором, обеспечивающим стабильность хроматографических характеристик и продолжительный срок службы капиллярной колонки.

На рабочие характеристики колонки влияют температурный режим, чистота газа-носителя, состав анализируемых проб, условия ввода образца и состояние элементов газового хроматографа.

Температурный режим

При эксплуатации колонки необходимо соблюдать температурные ограничения, указанные в технической документации на конкретное изделие.

Для каждой колонки устанавливаются:

- минимальная рабочая температура;
- максимальная изотермическая температура (определяет предельную температуру, при которой колонка может работать в течение продолжительного времени);
- максимальная температура в программируемом режиме (допускает кратковременный нагрев колонки до указанного значения в рамках температурной программы).

Превышение допустимых температур может привести к ускоренной деградации неподвижной фазы, увеличению фонового сигнала и сокращению срока службы колонки.

При разработке аналитического метода рекомендуется выбирать температурные условия с учётом свойств неподвижной фазы и характеристик определяемых соединений.

Важно: не допускается длительная эксплуатация колонки при температуре, превышающей её максимальную изотермическую температуру

Выбор и чистота газа-носителя

Для работы капиллярных колонок Chrom A необходимо использовать газ-носитель высокой чистоты, соответствующий требованиям аналитического метода и производителя хроматографического оборудования.

В газовой хроматографии наиболее распространены следующие газы-носители: гелий (He), водород (H_2) и азот (N_2). Выбор газа-носителя зависит от аналитической задачи, требуемой эффективности разделения, скорости анализа и типа детектора. Чистота газа-носителя имеет принципиальное значение для сохранения характеристик колонки. Особенно нежелательно присутствие кислорода и влаги, которые при повышенных температурах могут вызывать деградацию неподвижной фазы.

Для снижения риска загрязнения рабочих газов рекомендуется использовать специализированные газовые фильтры и ловушки, предназначенные для удаления кислорода, влаги и углеводородных примесей. Необходимо регулярно контролировать состояние фильтров и своевременно заменять их при достижении предельной ёмкости.

Условия ввода проб

Правильный выбор условий ввода пробы позволяет снизить нагрузку на колонку и обеспечить эффективность разделения.

При эксплуатации рекомендуется учитывать следующие факторы:

- объём вводимой пробы (должен соответствовать используемому режиму ввода и геометрическим параметрам колонки; чрезмерная нагрузка может привести к перегрузке колонки, ухудшению формы пиков и снижению эффективности разделения);
- концентрация анализируемых компонентов (при слишком высокой концентрации отдельных компонентов возможно превышение ёмкости колонки, что приводит к асимметрии хроматографических пиков и ухудшению разделения);
- чистота пробы (необходимо по возможности исключать попадание в колонку механических частиц, нелетучих веществ и компонентов, способных загрязнять или химически повреждать неподвижную фазу; для проб с высоким содержанием нелетучих компонентов рекомендуется использовать соответствующую пробоподготовку);
- температура инжектора (должна обеспечивать эффективное испарение компонентов пробы, но не должна приводить к термическому разложению анализируемых соединений или образованию продуктов, способных загрязнять колонку).

Химическая совместимость анализируемых проб

Перед началом анализа необходимо убедиться в химической совместимости компонентов пробы с материалом неподвижной фазы.

Особое внимание следует уделять соединениям, способным вызывать химическую деградацию неподвижной фазы. Не рекомендуется вводить в стандартные капиллярные колонки с полимерными неподвижными фазами концентрированные неорганические кислоты и щёлочи.

При работе с химически активными соединениями необходимо учитывать особенности конкретной неподвижной фазы.

Предотвращение загрязнения колонки

Загрязнение колонки является одной из распространённых причин ухудшения хроматографических характеристик.

Основными источниками загрязнения могут быть:

- нелетучие компоненты анализируемых проб;
- остатки предыдущих образцов;
- продукты разложения компонентов пробы;
- загрязнённые лайнеры и септы;
- примеси, поступающие с газом-носителем.

Для снижения риска загрязнения рекомендуется:

- использовать чистые и подготовленные образцы;
- своевременно заменять инжекционные септы;
- контролировать чистоту испарительного лайнера;
- периодически проверять состояние уплотнений инжектора;
- использовать газовые фильтры и ловушки;
- не допускать перегрузки колонки компонентами пробы.

При появлении признаков загрязнения необходимо установить источник проблемы до проведения восстановительных процедур.

Рекомендации при длительной работе

Для поддержания стабильных характеристик колонки рекомендуется регулярно контролировать состояние хроматографической системы.

Особое внимание следует уделять:

- стабильности фонового сигнала детектора;
- воспроизводимости времени удерживания;
- форме и симметрии хроматографических пиков;
- изменению эффективности разделения;
- состоянию газовых фильтров и герметичности соединений.

При обнаружении отклонений от привычных характеристик необходимо проверить не только состояние колонки, но и исправность инжектора, детектора и газовых коммуникаций.

Своевременное обслуживание элементов хроматографической системы позволяет снизить вероятность загрязнения и преждевременного выхода колонки из строя.

Работа колонки в режиме ожидания

Если колонка остаётся установленной в газовом хроматографе, но временно не используется для анализа, рекомендуется соблюдать условия хранения и ожидания, предусмотренные производителем прибора.

При длительных перерывах в работе целесообразно снять колонку, герметично закрыть её концы и поместить в оригинальную упаковку.

Перед повторным использованием необходимо проверить состояние колонки, установить её в соответствии с рекомендациями настоящего руководства и при необходимости выполнить продувку и кондиционирование.

>>> Техническое обслуживание и восстановление характеристик колонки

В процессе эксплуатации капиллярная колонка может постепенно терять первоначальные хроматографические характеристики. Причинами этого могут быть загрязнение неподвижной фазы, накопление высококипящих компонентов, воздействие химически активных соединений, попадание кислорода и влаги, а также работа при повышенных температурах.

Своевременное техническое обслуживание позволяет в ряде случаев восстановить характеристики колонки и продлить срок её эксплуатации.

Перед проведением любых восстановительных процедур необходимо установить вероятную причину ухудшения работы колонки. Не все проблемы связаны непосредственно с её состоянием: аналогичные проблемы могут возникать вследствие загрязнения инжектора, негерметичности системы или неисправности детектора.

Признаки ухудшения характеристик колонки

На необходимость технического обслуживания могут указывать следующие признаки:

- повышение фонового сигнала;
- ухудшение формы хроматографических пиков;
- увеличение времени удерживания отдельных компонентов;
- снижение эффективности разделения;
- ухудшение сходимости и повторяемости результатов анализа;
- появление дополнительных пиков при анализе холостой пробы.

Появление одного или нескольких перечисленных признаков не всегда свидетельствует о деградации неподвижной фазы. Перед проведением восстановительных процедур рекомендуется проверить герметичность газовой системы, чистоту инжектора, состояние септы и лайнера, а также качество газа-носителя.

Важно: необходимо проводить техническое обслуживание хроматографа в сроки, установленные производителем оборудования (как правило, не реже одного раза в год)

Удаление загрязнённого участка колонки

Одним из наиболее распространённых способов восстановления характеристик капиллярной колонки является удаление части капилляра со стороны инжектора.

Передний участок колонки наиболее подвержен загрязнению, поскольку именно через него поступает анализируемая проба. Нелетучие компоненты, остатки септы и частицы феррул могут накапливаться в начале колонки и ухудшать форму хроматографических пиков.

Важно: перед удалением загрязнённого участка колонки все нагреваемые зоны хроматографа должны быть охлаждены до безопасной температуры, газовое питание должно быть отключено

Для удаления загрязнённого участка необходимо:

- отключить колонку от инжектора и извлечь её из соответствующего фитинга;
- с помощью сапфирового резака Chrom A удалить небольшой участок капилляра со стороны инжектора;
- проверить качество полученного среза под увеличением;
- повторно установить колонку с использованием новой или исправной феррулы;
- проверить герметичность соединения;
- выполнить продувку и при необходимости кондиционирование колонки.

Длина удаляемого участка зависит от степени загрязнения и геометрических параметров колонки. В большинстве случаев достаточно удалить несколько десятков сантиметров.

После удаления загрязнённого участка рекомендуется проверить эффективность разделения с использованием стандартной смеси или контрольного образца.

Важно: удаление переднего участка не является универсальным способом восстановления колонки. Если причиной ухудшения характеристик является деградация неподвижной фазы по всей длине капилляра, данная процедура не позволит полностью восстановить первоначальные свойства

Повторное кондиционирование

Если ухудшение характеристик связано с накоплением высококипящих или сильно удерживаемых компонентов, восстановить работоспособность колонки в некоторых случаях можно путём повторного кондиционирования.

Процедура выполняется в соответствии с рекомендациями соответствующего раздела настоящего руководства.

Повторное кондиционирование проводят при температуре, не превышающей максимально допустимую изотермическую температуру конкретной колонки. Во время процедуры необходимо контролировать стабильность фонового сигнала детектора.

Если после повторного кондиционирования фоновый сигнал не стабилизируется, следует проверить наличие других причин загрязнения или повреждения колонки.

Ограничения восстановительных процедур

Не все виды повреждений могут быть устранены техническим обслуживанием.

В частности, следующие показатели могут свидетельствовать о необратимом ухудшении характеристик колонки:

- значительное повышение фонового сигнала, сохраняющееся после повторного кондиционирования;
- выраженное ухудшение эффективности разделения, не устраняемое удалением загрязнённого участка.

В таких случаях дальнейшее использование колонки может приводить к нестабильным и невоспроизводимым результатам анализа.

Критерии замены колонки

Решение о замене колонки рекомендуется принимать на основании совокупности её хроматографических характеристик и результатов диагностики газового хроматографа.

Колонку следует заменить, если:

- наблюдается существенное и необратимое ухудшение эффективности разделения;
- повторное кондиционирование и удаление загрязнённого участка не позволяют восстановить рабочие характеристики;
- обнаружено механическое повреждение капилляра;
- неподвижная фаза подверглась необратимой химической или термической деградации.

Для объективной оценки состояния колонки рекомендуется периодически проводить контрольный анализ стандартной смеси и сравнивать полученные результаты с исходными характеристиками.

Своевременная замена колонки позволяет избежать получения недостоверных аналитических результатов и снизить риск нарушения воспроизводимости измерений.

>>> Техническая поддержка и гарантийные условия

Техническая поддержка

Компания ECA Service — производитель капиллярных колонок Chrom A, уделяет особое внимание качеству выпускаемой продукции и технической поддержке пользователей.

Наши специалисты готовы оказать консультационную помощь по вопросам установки, эксплуатации и обслуживания капиллярных колонок, а также помочь в решении задач, возникающих в процессе проведения хроматографического анализа.

При обращении в техническую поддержку рекомендуется предоставить следующую информацию:

- серийный номер используемой колонки;
- тип газового хроматографа и установленного детектора;
- условия проведения анализа;
- описание возникшей проблемы и наблюдаемых отклонений;
- хроматограммы или другие данные, которые могут помочь в диагностике.

Предоставленная информация позволит нашим специалистам быстрее определить возможные причины проблемы и предложить варианты её решения.

Гарантия производителя (гарантийные условия)

Изготовитель гарантирует соответствие капиллярных хроматографических колонок и предколонок для газовой хроматографии Chrom A требованиям ТУ 26.51.82-001-61046817-2026 при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения, монтажа и эксплуатации, установленных настоящим Руководством.

Гарантийный срок эксплуатации составляет 3 месяца с даты передачи продукции потребителю, указанной в сопроводительных (отгрузочных) документах.

В случае выявления производственного брака в течение гарантийного срока изготовитель обязуется по согласованию с потребителем безвозмездно устранить недостатки, заменить или доработать изделие при условии предоставления подтверждающих документов.

Претензии по гарантии принимаются и рассматриваются при наличии:

- документов, подтверждающих дату передачи продукции потребителю;
- сведений о серийном номере колонки;
- протоколов контроля качества (тестовой хроматограммы) и подтверждения соблюдения условий эксплуатации.

Гарантийные обязательства не распространяются на изделия с повреждениями или дефектами, возникшими вследствие:

- нарушения правил транспортировки, хранения, монтажа и указаний настоящего Руководства;
- эксплуатации за пределами установленных температурных ограничений или воздействия химически несовместимых сред;
- вмешательства третьих лиц, самостоятельного ремонта или модификации изделия, а также использования продукции не по назначению.

Обратная связь

Мы высоко ценим наше сотрудничество с пользователями продукции Chrom A. Если у вас возникли вопросы, предложения или замечания по качеству продукции, будем рады получить обратную связь.