

Sepiatec SFC-660Manuale operativo



Note editoriali

Identificazione del prodotto: Manuale operativo (Originale) Sepiatec SFC-660 11594461

Data di pubblicazione: 01.2023

Versione A

BÜCHI Labortechnik AG Meierseggstrasse 40 Postfach CH-9230 Flawil 1

E-mail: quality@buchi.com

BUCHI si riserva il diritto di apportare modifiche al presente manuale, che si rendessero necessarie in base a future esperienze, soprattutto in relazione alla struttura, alle illustrazioni e ai dettagli tecnici. Il presente manuale è protetto da copyright. Le informazioni in esso contenute non possono essere riprodotte, distribuite o utilizzate a fini di concorrenza, né essere rese disponibili a terzi. È inoltre vietata la fabbricazione di qualsiasi componente con l'ausilio del presente manuale, senza una preventiva autorizzazione scritta.

Indice

1	Introduzione al manuale	6
1.1	Caratteri e simboli	6
1.2	Marchi depositati	6
1.3	Strumenti collegati	7
2	Sicurezza	
2.1	Uso corretto	
2.2	Uso improprio	
2.3	Qualifiche del personale	
2.4	Dispositivi di protezione individuale	
2.5	Avvertimenti utilizzati nel presente manuale	
2.6	Simboli di avvertenza	9
2.7	Rischi residui	
	2.7.1 Guasti durante l'esercizio	10
	2.7.2 Superfici surriscaldate	10
	2.7.3 Vapori tossici	10
	2.7.4 Particelle pericolose	10
	2.7.5 Rottura della vetreria	10
	2.7.6 Anomalia di uno strumento collegato (opzionale)	11
	2.7.7 Intrusione da parte di malware dovuta al collegamento con altri dispositivi	o reti 11
2.8	Modifiche	11
2.9	Segnali di avvertenza	11
3	Decembrians del musdette	4.4
ა 3.1	Descrizione del prodotto	
J. I	3.1.1 Procedura di iniezione	
3.2	Struttura	
J.Z	3.2.1 Vista frontale	
	3.2.2 Collegamenti elettrici ed elettronici	
	3.2.3 Collegamenti CO ₂ e liquido refrigerante	
	3.2.4 Collegamenti di scarico	
3.3	Materiale in dotazione	
3.4	Dati tecnici	
J. 4	3.4.1 Sepiatec SFC-660	
	3.4.2 Condizioni ambientali	
	3.4.3 Solventi	
	3.4.4 Rilevatori	
	3.4.5 Pompe	
	3.4.6 Sistema di raffreddamento	
	0.4.0 Cistoma di famicadamento	20
4	Trasporto e conservazione	26
4.1	Trasporto	26
4.2	Conservazione	26
4.3	Sollevamento dello strumento	26
5	Messa in funzione	27
5.1	Luogo di installazione	27
5.2	Prima dell'installazione	28
5.3	Realizzazione dei collegamenti elettrici	28

6	Software	. 29
6.1	Introduzione	. 29
	6.1.1 Avvio del software	. 29
	6.1.2 Immissione valori	. 29
	6.1.3 Uscita dal software	. 30
6.2	Layout	
6.3	Scheda MANUAL	. 32
	6.3.1 Risciacquo del tubo e della siringa	. 33
	6.3.2 Avvio della pompa	
	6.3.3 Impostazione del segnale del rilevatore su zero	
	6.3.4 Sostituzione del modulo di riciclo CO ₂	
6.4	Scheda PARAMETER	
	6.4.1 Impostazione di nuovi metodi	
	6.4.2 Impostazione della modalità gradiente	
	6.4.3 Caricamento dei metodi salvati	
	6.4.4 Modifica dei metodi salvati	
6.5	Scheda COLLECTION	
	6.5.1 Impostazione del controllo del picco	
	6.5.2 Impostazione dell'iniezione in fasi	
6.6	Scheda SYSTEM	
	6.6.1 Controllo della contropressione	
	6.6.2 Controllo della valvola CO ₂	
	6.6.3 Controllo della pompa di spurgo	
6.7	Scheda RUN METHOD	
	6.7.1 Operazioni preliminari all'avvio di un ciclo	
6.8	Modifica durante un ciclo	
	6.8.1 Modifica del numero di iniezioni	
	6.8.2 Modifica del parametro dell'iniezione e del tempo di esecuzione	
0.0	6.8.3 Modifica del parametro della frazione	
6.9	Modulo di riciclo CO₂	. 52
7	Uso	56
7 .1	Avvio del sistema	
7.2	Posizionamento del campione	
7.3	Comando aria di scarico CO₂ (flacone di raccolta)	
7.4	Posizionamento dei flaconi di frazionamento	
7.5	Selezione del metodo	
7.6	Avvio di un ciclo	
7.7	Completamento di un ciclo	
7.8	Spegnimento del sistema	
7.9	Utilizzo dell'interruttore di emergenza	
7.10	Monitoraggio della funzionalità del sistema	
8	Pulizia e manutenzione	
8.1	Pulizia della cella di flusso del rilevatore UV	
8.2	Rimozione della cella di flusso del rilevatore UV	
8.3	Valvola del regolatore di contropressione	
8.4	Valvola di frazionamento	
8.5	Separatori gas-liquido (GLS)	. 62

9	Interventi in caso di guasti	64
	Risoluzione dei problemi	
10	Messa fuori esercizio e smaltimento	66
10.1	Messa fuori esercizio	66
10.2	Smaltimento	66
10.3	Restituzione dello strumento	66
11	Appendice	67
	Parti di ricambio e accessori	

1 | Introduzione al manuale Büchi Labortechnik AG

1 Introduzione al manuale

Il presente manuale operativo è applicabile a tutte le varianti dello strumento. Leggere attentamente il presente manuale operativo prima di utilizzare lo strumento e seguire le istruzioni per garantire un uso sicuro e senza inconvenienti.

Conservare il presente manuale operativo per usi futuri e trasmetterlo ad eventuali successivi utenti o proprietari.

BÜCHI Labortechnik AG non si assume alcuna responsabilità per danni, difetti e malfunzionamenti conseguenti alla mancata osservanza del presente manuale operativo.

Per qualsiasi ulteriore domanda dopo aver letto il presente manuale operativo:

▶ contattate l'assistenza clienti BÜCHI Labortechnik AG Customer Service.

https://www.buchi.com/contact

1.1 Caratteri e simboli



NOTA

Questo simbolo indica informazioni utili e importanti.

- ☑ Questo segno indica un presupposto che deve essere soddisfatto prima dell'esecuzione dell'azione successiva.
- ▶ Questo segno indica un'azione che deve essere eseguita dall'utente.
- ⇒ Questo segno indica il risultato di un'azione eseguita correttamente.

Carattere	Spiegazione
Finestra	Le finestre del software sono identificate da questo carattere.
Schede	Le schede sono identificate da questo carattere.
Finestre di dialogo	Le finestre di dialogo sono identificate da questo carattere.
[Tasti del programma]	I tasti del programma sono contrassegnati in questo modo.
[Nomi dei campi]	I nomi dei campi sono contrassegnati in questo modo.
[Menu / Voci di menu]	I menu o le voci di menu sono contrassegnati in questo modo.
Visualizzazioni dello sta- Le visualizzazioni dello stato sono contrassegnate in que to sto modo.	
Messaggi	I messaggi sono contrassegnati in questo modo.

1.2 Marchi depositati

I nomi dei prodotti e qualsiasi altro marchio depositato o non depositato citati nel presente documento sono utilizzati unicamente a scopo di identificazione e rimangono di proprietà esclusiva dei relativi proprietari.

1.3 Strumenti collegati

Oltre alle indicazioni presenti in questo manuale d'uso, attenersi alle istruzioni e alle specifiche indicate nella documentazione degli strumenti collegati.

2 | Sicurezza Büchi Labortechnik AG

2 Sicurezza

2.1 Uso corretto

Lo strumento è progettato per la cromatografia a fluido supercritico. Lo strumento può essere impiegato in laboratorio ai fini dell'espletamento delle seguenti attività:

- Purificazione
- Separazione di uno o più composti da una miscela

2.2 Uso improprio

Un qualsiasi uso diverso da quello descritto nella sezione Capitolo 2.1 "Uso corretto", pagina 8 e una qualsiasi applicazione non conforme alle specifiche tecniche (si veda la sezione Dati tecnici) costituiscono un uso improprio. In particolare, non sono ammesse le seguenti applicazioni:

- Uso dello strumento in aree che richiedono strumenti antiesplosione.
- Uso dello strumento con solventi che contengono perossidi.

2.3 Qualifiche del personale

Le persone non specializzate non sono in grado di identificare i rischi e quindi sono esposte a pericoli maggiori.

Lo strumento può essere utilizzato esclusivamente da personale di laboratorio debitamente specializzato.

Tali istruzioni operative sono destinate ai seguenti gruppi di lavoro:

Utenti

Gli utenti corrispondono a persone che soddisfano i seguenti criteri:

- Hanno ricevuto formazione in merito all'uso dello strumento.
- Sono a conoscenza del contenuto delle presenti istruzioni per l'uso e delle normative di sicurezza vigenti (che rispettano).
- Sono in grado, sulla base della loro formazione o esperienza professionale, di valutare i rischi associati all'impiego dello strumento.

Operatore

All'operatore (in genere, il responsabile di laboratorio) compete la supervisione dei seguenti aspetti:

- Lo strumento deve essere installato, messo in servizio, utilizzato e sottoposto a manutenzione in modo adeguato.
- Solo il personale adeguatamente specializzato può essere incaricato di eseguire le operazioni descritte nelle presenti istruzioni operative.
- Il personale deve attenersi ai requisiti e alle normative locali vigenti al fine di attuare prassi operative in sicurezza e con la consapevolezza dei rischi implicati.
- Gli incidenti relativi alla sicurezza che si verificano durante l'impiego dello strumento devono essere segnalati al produttore (quality@buchi.com).

Büchi Labortechnik AG Sicurezza | 2

Tecnici dell'assistenza BUCHI

I tecnici dell'assistenza autorizzati da BUCHI hanno frequentato corsi di formazione specifici e sono autorizzati da BÜCHI Labortechnik AG a eseguire interventi specializzati di manutenzione e riparazione.

2.4 Dispositivi di protezione individuale

A seconda delle applicazioni, possono verificarsi pericoli dovuti al calore e a sostanze chimiche aggressive.

- ► Indossare sempre i dispositivi di protezione adeguati, quali occhiali di protezione, indumenti di protezione e guanti.
- Assicurarsi che i dispositivi di protezione soddisfino i requisiti riportati nelle schede di sicurezza di tutte le sostanze chimiche utilizzate.

2.5 Avvertimenti utilizzati nel presente manuale

Le avvertenze segnalano all'utente i pericoli che potrebbero presentarsi quando si maneggia lo strumento. I livelli di pericolo sono quattro, ciascuno dei quali è identificabile sulla base dei termini di avvertenza impiegati.

Termine di avvertenza	Significato	
PERICOLO	Indica un pericolo a cui è associato un livello elevato di rischio che, se non prevenuto, può causare gravi lesioni o il decesso.	
AVVERTENZA	Indica un pericolo a cui è associato un livello medio di rischio che, se non prevenuto, può causare gravi lesioni o il decesso.	
ATTENZIONE	Indica un pericolo a cui è associato un livello basso di rischio che, se non prevenuto, può causare lesioni di gravità trascurabile o me- dia.	
AVVISO	Indica un pericolo che potrebbe causare un danno materiale.	

2.6 Simboli di avvertenza

Nel presente manuale operativo o sullo strumento vengono visualizzati i seguenti simboli di avvertimento.

Simbolo	Significato
	Pericolo generico
1 2	Danni al dispositivo
A	Tensione elettrica pericolosa
SSS	Superficie surriscaldata

2 | Sicurezza Büchi Labortechnik AG

2.7 Rischi residui

Lo strumento è stato sviluppato e realizzato avvalendosi dei più recenti progressi in ambito tecnologico. Malgrado ciò, in caso di uso inappropriato dello strumento, potrebbero manifestarsi rischi a danno di persone, proprietà o ambiente. Le specifiche avvertenze riportate in questo manuale segnalano all'utente tali pericoli residui.

2.7.1 Guasti durante l'esercizio

Se uno strumento è danneggiato, la presenza di spigoli vivi, schegge di vetro, parti mobili o cavi elettrici scoperti può cagionare lesioni.

- ▶ Ispezionare regolarmente gli strumenti per verificare che non vi siano danni visibili.
- ▶ In caso di guasti, spegnere immediatamente lo strumento, scollegare il cavo di alimentazione e informare l'operatore.
- ▶ Non continuare a utilizzare strumenti danneggiati.

2.7.2 Superfici surriscaldate

L'area del forno a colonna e gli elementi riscaldanti del dispositivo possono surriscaldarsi. Se toccati, possono causare ustioni cutanee.

▶ Non toccare le superfici calde e, se necessario, indossare guanti protettivi adatti.

2.7.3 Vapori tossici

L'uso dello strumento può generare vapori pericolosi passibili di causare effetti tossici potenzialmente letali.

- ▶ Non inalare i vapori prodotti durante la lavorazione.
- ▶ Assicurarsi che i vapori vengano rimossi mediante un'adeguata cappa aspirante.
- ▶ Utilizzare lo strumento solo in aree adeguatamente aerate.
- ▶ In caso di fuoriuscita di vapori dagli attacchi, ispezionare le ghiere e i raccordi interessati e sostituirli se necessario.
- ▶ Non procedere alla lavorazione di liquidi sconosciuti.
- ▶ Consultare le schede dati di sicurezza relative a tutte le sostanze utilizzate.

2.7.4 Particelle pericolose

L'uso dello strumento può produrre particelle pericolose passibili di causare effetti tossici potenzialmente letali.

- ▶ Non inalare le particelle prodotte durante la lavorazione.
- ► Assicurarsi che le particelle vengano rimosse mediante un'adeguata cappa aspirante.
- ▶ Utilizzare lo strumento solo in aree adeguatamente aerate.
- ▶ In caso di fuoriuscita di particelle dagli attacchi, ispezionare le ghiere e i raccordi interessati e sostituirli se necessario.
- ▶ Non procedere alla lavorazione di miscele di solventi o liquidi sconosciuti.
- ► Consultare le schede dati di sicurezza relative a tutte le sostanze utilizzate.

2.7.5 Rottura della vetreria

Il vetro rotto può causare gravi tagli.

I componenti in vetro danneggiati potrebbero implodere se soggetti ad alta pressione.

Büchi Labortechnik AG Sicurezza | 2

Danni di lieve entità ai giunti smerigliati influiscono sull'effetto di tenuta e possono pertanto ridurre le prestazioni.

- ► Maneggiare con cura la beuta e gli altri componenti in vetro prestando attenzione a non farli cadere.
- ▶ A ogni utilizzo, ispezionare sempre visivamente i componenti in vetro per verificare che non siano danneggiati.
- ▶ Non continuare a utilizzare componenti in vetro danneggiati.
- ▶ Indossare sempre guanti protettivi per lo smaltimento dei vetri rotti.

2.7.6 Anomalia di uno strumento collegato (opzionale)

Una condizione di anomalia di uno strumento collegato può cagionare l'avvelenamento o il decesso.

▶ Verificare che lo strumento collegato sia stato preparato e sottoposto a manutenzione come da documentazione per l'utente.

2.7.7 Intrusione da parte di malware dovuta al collegamento con altri dispositivi o reti

I collegamenti con altri dispositivi o con una rete possono provocare l'intrusione di un malware nello strumento.

► Installare un software antivirus e un firewall sullo strumento prima di collegarlo ad altri dispositivi o ad una rete.

2.8 Modifiche

Le modifiche non autorizzate possono compromettere la sicurezza e provocare incidenti.

- ▶ Utilizzare solo accessori, parti di ricambio e materiali di consumo BUCHI originali.
- ▶ Effettuare modifiche tecniche solo previa autorizzazione scritta di BUCHI.
- ► Eventuali modifiche devono essere effettuate solo ad opera dei tecnici dell'assistenza BUCHI.

BUCHI declina ogni responsabilità per danni, guasti e malfunzionamenti risultanti da modifiche non autorizzate.

2.9 Segnali di avvertenza



A PERICOLO

Rischio di scosse elettriche

Rischio di morte per elettrocuzione

- ► Non rimuovere mai l'alloggiamento.
- ▶ Non azionare mai lo strumento con l'alloggiamento rimosso o senza le pompe incluse.
- ▶ Non utilizzare mai collegamenti elettrici o cavi non forniti con lo strumento.

2 | Sicurezza Büchi Labortechnik AG



A PERICOLO

Rischio di ustioni da freddo

I gas pressurizzati possono generare basse temperature durante la depressurizzazione.

► Indossare sempre dispositivi di protezione individuale adeguati, quali occhiali, indumenti e guanti protettivi.



A PERICOLO

Superficie calda

Il forno a colonna può raggiungere temperature fino a 70 °C. La temperatura può rimanere elevata per un certo periodo di tempo anche dopo aver spento l'alimentazione, in ragione dell'energia immagazzinata internamente.

- ▶ Aprire lo sportello con cautela in modo da consentire la fuoriuscita di aria calda.
- ▶ Sostituire le colonne solo dopo il completo raffreddamento.
- ▶ Indossare sempre dispositivi di protezione individuale adeguati, quali occhiali, indumenti e guanti protettivi.
- ► Assicurarsi che le fessure di ventilazione e il riscaldatore del forno non siano coperti.



ATTENZIONE

Gas pressurizzato

Lo strumento operativo è pressurizzato. È possibile scaricare i gas pressurizzati e i solventi. La $\rm CO_2$ è soffocante in concentrazioni elevate.

- ► Installare i rilevatori di gas sul sito.
- ▶ Predisporre una ventilazione sufficiente.

Büchi Labortechnik AG Sicurezza | 2



△ CAUTELA

Rischio dovuto alla caduta di oggetti o materiali

Lesioni fisiche o danni materiali

▶ Non posizionare mai flaconi di solvente o altri articoli sopra lo strumento.



NOTA

Le pompe si spengono automaticamente al raggiungimento di una pressione di 400 bar.

La cella di flusso del rilevatore è stabile fino a una pressione di 300 bar. Per evitare danni alla cella di flusso, il regolatore di contropressione è programmato per spegnersi a una pressione di 300 bar.



NOTA

Dopo lo spegnimento, il sistema potrebbe essere pressurizzato.

Tenere presente che potrebbe verificarsi una fuoriuscita di gas pressurizzati e solventi.

3 Descrizione del prodotto

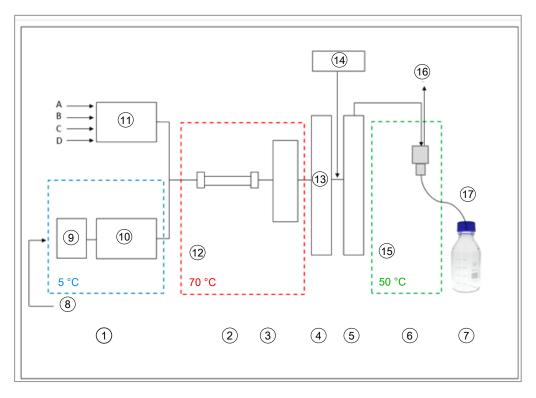
3.1 Descrizione delle funzioni

Lo strumento è destinato a essere impiegato per separazioni preparative su piccole colonne tramite cromatografia a fluido supercritico (SFC).

- La cromatografia a fluido supercritico consente di separare campioni dell'ordine di grammi.
- I separatori gas-liquido (GLS) integrati consentono una rimozione rapida ed efficiente della CO₂ dai componenti separati.

Lo strumento consente:

- Una miscela di CO₂ supercritica e un solvente.
 Con la valvola selettrice per solvente opzionale, è possibile scegliere tra quattro diversi solventi.
- Iniezione di campione liquido o solido
- Separazione su una colonna
- Rilevamento dei componenti mediante un rilevatore UV, ELSD o MS.
- Raccolta delle frazioni desiderate



- 1 Pompe
- 3 Rilevatore, cella di flusso
- 5 Post-riscaldatore
- 7 Frazioni (8 pz.)
- 9 Pre-raffreddamento
- 11 Pompa modificatore
- 13 Valore della pressione BPR, 80 250 bar
- 15 Bassa pressione
- 17 Raccolta di frazioni depressurizzate

- 2 Forno a colonna
- 4 Regolatore di contropressione
- 6 Separatore gas-liquido
- 8 CO_2 in forma liquida, 60 75 bar
- 10 Pompa CO₂
- 12 CO₂ supercritica, 80 250 bar
- 14 Pompa supplementare
- 16 Scarico CO₂

La fase mobile della cromatografia a fluido supercritico è costituita da un fluido supercritico e da un solvente liquido. Questo fluido è un gas condensato al di sopra della temperatura e della pressione critiche. Le sue proprietà sono quelle di un gas e di un liquido. Si utilizza principalmente anidride carbonica (CO_2).

La $\mathrm{CO_2}$ viene trasportata dalla pompa in stato di raffreddamento. Il fluido viene riscaldato oltre la temperatura supercritica nel forno a colonna e miscelato con il modificatore. Il regolatore di contropressione mantiene una pressione elevata per garantire che la fase mobile resti al di sopra del punto critico di $\mathrm{CO_2}$. Il campione viene infine trasportato sulla colonna di separazione dal fluido supercritico. È possibile aggiungere un modificatore per migliorare l'eluizione di sostanze organiche.

Dopo il rilevamento, la CO_2 viene separata dalle sostanze eluite. La posizione della valvola di rilevamento e frazionamento determina in quale GLS è indirizzato il flusso. Il GLS separa la maggior parte della CO_2 , la rimuove dal sistema mediante una tubazione di scarico e la immette nel sistema di ventilazione.

Le frazioni raccolte contengono le sostanze disciolte nel modificatore e una piccola quantità di ${\rm CO_2}$ residua nel materiale organico della pompa supplementare. Le frazioni sono disponibili in forma altamente concentrata per ulteriori analisi.

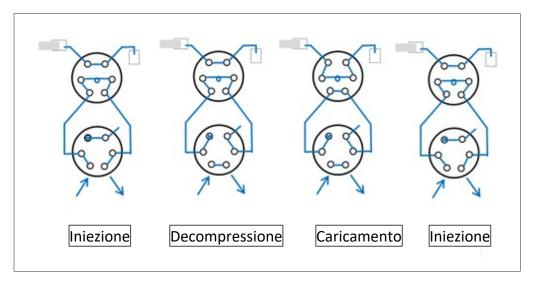


NOTA

Se lo strumento viene utilizzato con il modulo di riciclo CO₂ opzionale, la raccolta delle frazioni avviene sotto pressione.

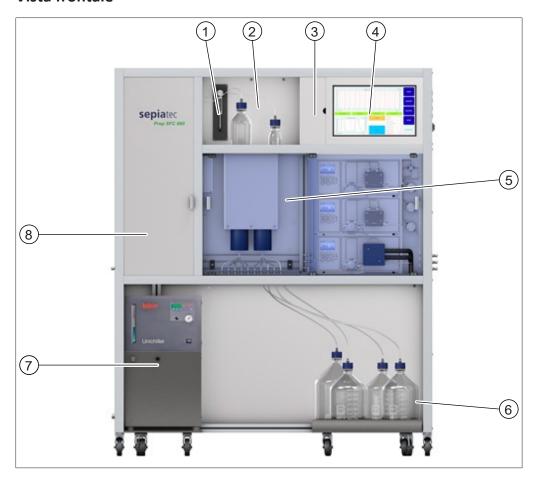
3.1.1 Procedura di iniezione

La pressione nel circuito di campionamento può essere rilasciata in modo controllato in un flacone per scarti prima del caricamento ed è possibile evitare il picco di pressione nel flacone di raccolta.



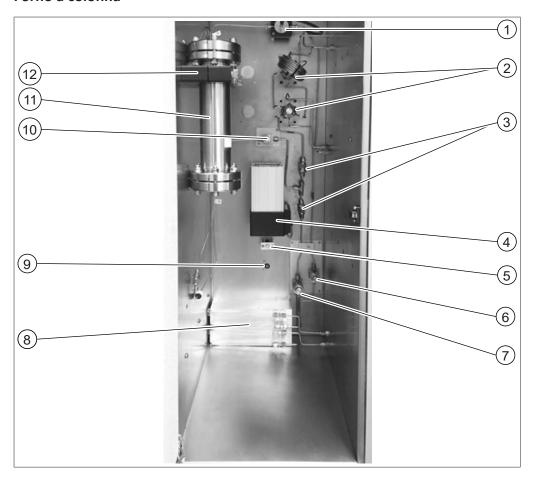
3.2 Struttura

3.2.1 Vista frontale



- 1 Siringa di iniezione
- 3 Coperchio del pannello di controllo
- 5 Pompa per CO₂ e pompa del modifi- 6 catore
- 7 Sistema di raffreddamento
- 2 Cassetto del rilevatore
- 4 Touchscreen
 - Flaconi per frazioni
- 8 Forno a colonna

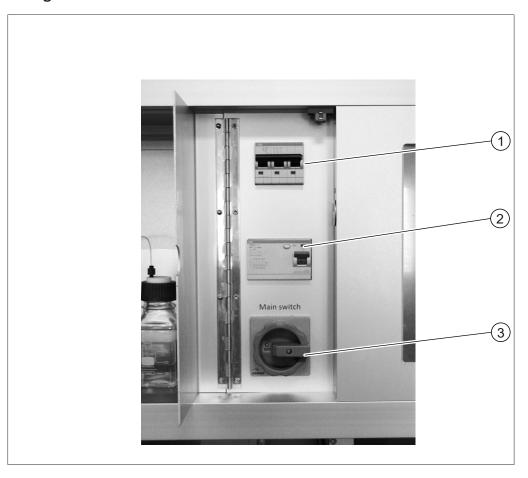
Forno a colonna



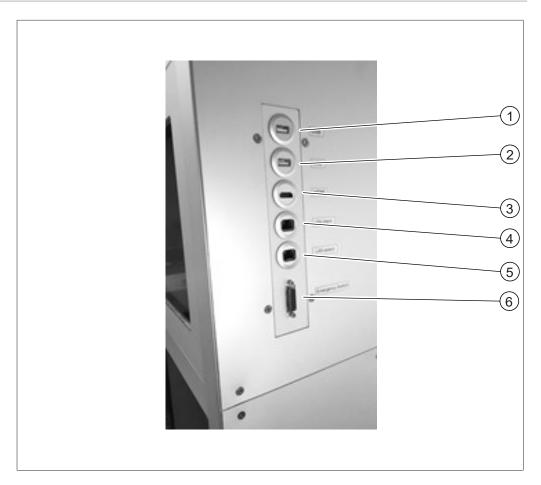
- 1 Cella di flusso con cavo in fibra ottica 2
- 3 Valvole di ritegno
- 5 Sensore di temperatura
- 7 Filtro CO₂
- 9 Sensore di perdite
- 11 Colonna di separazione

- Valvola di iniezione
- 4 Ventola di riscaldamento
- 6 Filtro modificatore
- 8 Modulo di riscaldamento
- 10 Filtro a flusso misto
- 12 Supporto a colonna

3.2.2 Collegamenti elettrici ed elettronici



- 1 Fusibili
- 3 Interruttore principale
- 2 Interruttore automatico FI



- 1 Connessione USB
- 3 Connessione HDMI
- 5 Connessione LAN esterna
- 2 Connessione USB
- 4 Connessione LAN interna
- 6 Collegamento interruttore di emergenza

3.2.3 Collegamenti CO₂ e liquido refrigerante



- Collegamento per erogazione di CO₂ 2 Collegamenti per erogazione modificatore
- 3 Aperture di ventilazione
- 4 Collegamento per l'alimentazione

3.2.4 Collegamenti di scarico

Questo strumento è dotato di tre collegamenti di scarico:

- Sul lato sinistro, è presente lo scarico del vano di frazionamento.
- Sul lato destro, è presente l'uscita della valvola di scarico di sicurezza per CO₂.
- Sul lato posteriore, è presente lo scarico per CO₂ GLS.

3.3 Materiale in dotazione



NOTA

Gli accessori forniti in dotazione con la consegna dipendono dalla configurazione dell'ordine di acquisto.

Gli accessori vengono forniti in dotazione in base all'ordine di acquisto, alla conferma dell'ordine e alla bolla di consegna.

3.4 Dati tecnici

3.4.1 Sepiatec SFC-660

Dimensioni (L \times P \times A)	1.500 mm × 680 mm × 1.780 mm
Peso	320 kg
Tensione di collegamento	Europa: 230 ± 10% V c.a.
	Asia: 220 ± 10% V c.a.
	Stati Uniti: 120 ± 10% V c.a.
Frequenza	50/60 Hz
Consumo di energia	Max. 7.500 W
Fusibile	15 A
Categoria di sovratensione	II
Codice IP	IP 20
Grado di inquinamento	2
Distanza minima su tutti i lati	200 mm
Regolatore	Touchscreen da 15,6", formato 16:9
Sistema	Windows 10 integrato
Software di controllo	Software di controllo Prep SFC
Intervallo della temperatura di esercizio	15 – 25 °C
Pressione di esercizio	Max. 300 bar
Valvola di iniezione	Valvola a 6 porte/2 vie ad azionamento elettrico
Valvola selettrice a colonna	2 valvole a 11 porte/10 vie ad azionamento elettrico (opzionali)
Valvola del regolatore di contropressione	Valvola di ritegno elettromagnetica
Valvola di frazionamento	Valvola a 11 porte/10 vie ad azionamento elettrico
Tubi	Tubi capillari in acciaio inossidabile
	DE: 1/16" DI: 1,0 mm
	DE: 1/8" DI: 1/16"
	DE: 1/8" DI: 2,1 mm
	DE: 1/4" DI: 4,6 mm
Termoregolatore della testa della pompa	Sistema di raffreddamento
Sviluppo del metodo	Su colonne analitiche (DI: 4 – 4,6 mm)

Dimensione colonna	DI: 4 – 16 mm
Lunghezza colonna	Max. 250 mm
Temperatura del forno a colonna	Temperatura ambiente fino a 70 °C.
Capacità standard della colonna	2
Capacità max. della colonna	8 (opzionale)
Numero di raccolta frazioni	1 – 8 pz.
Volumi	Illimitati
Raccolta senza pressione	Standard
Capacità siringa	5,0 mL
	Altri volumi su richiesta
Ciclo	2,5 mL
Iniezione in fasi	Standard
Certificato	CSA/CE

3.4.2 Condizioni ambientali

Solo per uso interno.

Altitudine massima s.l.m.	2.000 m
Temperatura ambiente e di conservazio-	15 – 25 °C
ne	
Umidità relativa massima	45 – 75% (senza condensa)

3.4.3 Solventi



NOTA

Posizionare solo i contenitori dei solventi nel vassoio fornito sotto l'apparecchio. Disporre saldamente le linee di erogazione dagli armadi dei solventi o dalle linee di erogazione centrali evitando di creare sezioni che potrebbero costituire un rischio di inciampo.



NOTA

Dal momento che persino le basse concentrazioni di additivi fortemente acidi o basici possono danneggiare irreversibilmente le fasi stazionarie sensibili, chiedere delucidazioni sulla compatibilità al fabbricante delle colonne.

Il solvente può essere erogato tramite contenitori posizionati nel vassoio presente al di sotto dell'unità. L'erogazione di solvente può avvenire dagli armadi dei solventi o dalle linee di erogazione. Nei sistemi passivi, è necessario assicurarsi che, in relazione al solvente, la differenza di altezza tra la testa della pompa e un punto di aspirazione posto più in basso sia inferiore a circa 1 m al fine di garantire un'aspirazione affidabile.

Se il punto di aspirazione è sopraelevato rispetto alla testa della pompa o se l'erogazione viene garantita attivamente attraverso una linea di pressione, prestare attenzione alla pressione massima di ingresso della pompa (si vedano le specifiche tecniche della pompa).

Verificare che i seguenti solventi siano riforniti in quantità sufficiente per il tempo di funzionamento desiderato:

- Modificatori
- Solventi per il lavaggio delle pompe

Solventi
Metanolo
• Etanolo
• 2-propanolo
 Acetonitrile
Acido formico
Acido acetico
 Acido trifluoroacetico (TFA)
 Soluzione di ammoniaca (acquosa/alcolica)
Dietilammina
Acqua
Metanolo
• Etanolo
• 2-propanolo

Gli additivi fortemente acidi o basici non devono superare una concentrazione del 0,5% in massa nel modificatore. Nel caso dell'acqua, una concentrazione del 5-10% nel modificatore può essere utile per campioni molto polari.

CO ₂	Liquido
Solventi organici per modificatore	4 pz.
	Solo con valvola selettrice per solvente
	opzionale.

3.4.4 Rilevatori

Intervallo lunghezze d'onda	190 – 720 nm
Sorgente luminosa	Lampada al deuterio, lampada Wolfram
Linearità	> 2,0 AU
Accuratezza della lunghezza d'onda	0,5 nm
Numero di diodi	256
Cella di flusso (standard)	3 mm/2 μL/300 bar (percorso ottico/vo- lume/pressione max)
Cella di flusso (opzionale)	10 mm/10 μL/300 bar
Cella di flusso (opzionale)	0,5 mm/3 μL/300 bar

3.4.5 Pompe

Numero di pompe	3	
-----------------	---	--

Teste delle pompe	Pompa modificatore: 150 mL
	Pompa modificatore/supplementare:
	250 mL
	Pompa CO ₂ : 500 mL
Intervallo di portata	0,1 – 150 mL/min
Accuratezza della portata	±2% a 2 – 50% dell'intervallo di flusso con metanolo (acqua 80/20 v/v)
Pressione	Max. 400 bar
Riproducibilità	0,1%
Temperatura di esercizio	5 – 50 °C

3.4.6 Sistema di raffreddamento

Dimensioni (L x P x A)	420 mm × 490 mm × 580 mm
Peso	60 kg
Intervallo della temperatura di esercizio	-20 – 40 °C
	Sistema Prep SFC 660: 0 – 5 °C
Sistema di refrigerazione	Raffreddamento ad aria, senza CFC e HC-FC
Stabilità della temperatura a -10 °C	0,5 K
Tipo di pompa di circolazione	Pompa a immersione
Portata massima della pompa di circola- zione	29 L/min
Temperatura ambiente min.	5 °C
Temperatura ambiente max.	40 °C
Alimentazione elettrica	L'alimentazione viene fornita tramite lo strumento. Per ulteriori dettagli sull'ali- mentazione elettrica, si rimanda al ma- nuale del fabbricante.

4 Trasporto e conservazione

4.1 Trasporto



AVVERTENZA

Rischio di rottura a causa di un trasporto non corretto

- ▶ Assicurarsi che lo strumento venga completamente dismesso.
- ▶ Imballare tutti i componenti dello strumento in modo appropriato per evitare rotture. Utilizzare la confezione originale quando possibile.
- ▶ Evitare movimenti bruschi durante il trasporto.
- ▶ Dopo il trasporto, verificare che lo strumento e tutti i componenti in vetro non siano danneggiati.
- ▶ I danni dovuti al trasporto devono essere segnalati al vettore.
- ▶ Conservare la confezione per il trasporto futuro.

4.2 Conservazione

- ► Assicurarsi che vengano rispettate le condizioni ambientali previste (vedi Capitolo 3.4 "Dati tecnici", pagina 22).
- ▶ Se possibile, conservare lo strumento nell'imballaggio originale.
- ▶ Prima di rimetterlo in uso, verificare che lo strumento, tutti i componenti in vetro, i tubi flessibili e le guarnizioni non siano danneggiati e, se necessario, sostituirli.

4.3 Sollevamento dello strumento



ATTENZIONE

Pericolo dovuto a trasporto non corretto

Le possibili conseguenze sono lesioni da schiacciamento e da taglio e rotture.

- ▶ Lo strumento deve essere trasportato da due persone contemporaneamente.
- ► Sollevare lo strumento nei punti indicati.
- ➤ Sollevamento dello strumento: questa operazione richiede l'intervento di due persone, ognuna in corrispondenza di uno dei punti indicati sul fondo dello strumento.

Büchi Labortechnik AG Messa in funzione | 5

5 Messa in funzione

5.1 Luogo di installazione



NOTA

Non disimballare mai la spedizione se non esplicitamente approvato.



NOTA

Assicurarsi che l'alimentazione elettrica possa essere scollegata in qualsiasi momento in caso di emergenza.

Un tecnico dell'assistenza o un rappresentante autorizzato BUCHI disimballerà e controllerà attentamente la consegna per garantire che tutti i moduli e gli accessori siano nelle condizioni appropriate. Queste operazioni devono essere eseguite prima dell'installazione.

Il luogo di installazione deve soddisfare i seguenti requisiti:

- Superficie stabile e piana.
- Tenere in considerazione le dimensioni e il peso massimi dello strumento. Vedi Capitolo 3.4 "Dati tecnici", pagina 22
- Lasciare uno spazio libero di almeno 200 mm su ciascun lato dello strumento.
- Non esporre lo strumento a carichi termici esterni, quali radiazione solare diretta.
- Non esporre lo strumento ad emissioni elettromagnetiche intense. I campi elettromagnetici nell'intervallo di frequenza tra 200 e 300 MHz possono provocare errori nel funzionamento dello strumento.
- Assicurarsi che il luogo di installazione soddisfi i requisiti riportati nelle schede tecniche di sicurezza di tutti i solventi e i campioni utilizzati.
- Si raccomanda di installare lo strumento in una cappa aspirante che rimuova i vapori e i gas dei solventi direttamente dalle vicinanze (ricambio dell'aria minimo 200 m³/ora).
- Lo strumento è progettato per l'installazione su superfici solide e portanti. Lo strumento può essere collegato a un sistema di sfiato tramite l'ugello di collegamento sul lato sinistro.
- Il diametro interno del condotto di sfiato per lo scarico di CO₂ deve essere di almeno 10 mm.
- Lo strumento deve trovarsi ad almeno 200 mm di distanza da pareti o altri strumenti attigui. La distanza sul retro dello strumento deve essere di almeno 100 mm per garantire un'adeguata ventilazione e un accesso senza restrizioni all'interruttore principale e ai fusibili.
- Predisporre un sistema di raffreddamento esterno per mantenere la testa della pompa di CO_2 a una temperatura costante di circa 10 °C, indipendentemente dalla temperatura ambientale. Capacità di raffreddamento richiesta (etanolo) 0,26 kW, collegamento: 1/4 o 1/8 pollici GAS.
- La linea di alimentazione deve essere posta al riparo da interferenze elettromagnetiche (EMI) e deve essere dotata di messa a terra. Il dispositivo non deve essere collegato a un sistema di alimentazione che sia vulnerabile a

5 | Messa in funzione Büchi Labortechnik AG

improvvise variazioni del consumo di energia. Se si verificano fluttuazioni significative della tensione, potrebbe essere necessario un trasformatore a tensione costante.

- Erogazione di CO₂ in forma liquida, pressione 55 75 bar.
- Connettore da 1/8 pollici (Swagelok).
- Impostare un allarme di CO₂ presso il sito per segnalare la presenza di livelli elevati di tale gas nell'aria.
- L'interruttore di arresto di emergenza, da installare in modo che sia accessibile all'operatore ma esterno alla cappa aspirante, viene utilizzato per spegnere le pompe, gli elementi riscaldanti e l'erogazione di CO₂ in caso di pericolo.
- Ai fini dell'utilizzo di uno spettrometro di massa, sul luogo di lavoro deve essere disponibile una fornitura di azoto (apparecchiatura da laboratorio: generatore o bombola di azoto).
- È necessario raffreddare la testa della pompa CO₂ Prep SFC 660 con un sistema di raffreddamento ad aria a una temperatura costante di 5 °C indipendentemente dalla temperatura ambiente.

5.2 Prima dell'installazione



AVVERTENZA

Danni allo strumento dovuti ad accensione anticipata.

Se si accende lo strumento troppo presto dopo un trasporto, si possono provocare danni.

▶ Lasciare acclimatare lo strumento dopo il trasporto.

5.3 Realizzazione dei collegamenti elettrici



AVVERTENZA

Rischio di danni allo strumento a causa di cavi dell'alimentatore non idonei.

Cavi dell'alimentatore non idonei possono dare luogo a cattive prestazioni o danni allo strumento.

▶ Utilizzare solo cavi dell'alimentatore BUCHI.

Condizione necessaria:

- ☑ L'impianto elettrico corrisponde a quello specificato sulla targhetta identificativa.
- ☑ L'impianto elettrico è dotato di un sistema di messa a terra adeguato.
- ☑ L'impianto elettrico è dotato di fusibili adatti e requisiti di sicurezza elettrica.
- ☑ Il luogo di installazione corrisponde a quello specificato nei dati tecnici. Si veda la sezione Capitolo 3.4 "Dati tecnici", pagina 22.
- ► Collegare la spina di alimentazione all'apposita presa.

Büchi Labortechnik AG Software | 6

6 Software

6.1 Introduzione

Lo strumento è controllato dal software di controllo Prep SFC. Il software è gestito dal touchscreen integrato. Questo software consente di selezionare tutte le informazioni necessarie per una corretta esecuzione della separazione (parametri di separazione, impostazioni di sistema e condizioni di frazionamento).

Tutti i parametri vengono immessi toccando i relativi campi di visualizzazione. Questa operazione apre una finestra di dialogo per immettere e modificare i dati. Per confermarli, toccare il pulsante [OK]. La finestra di dialogo si chiude automaticamente e i dati sono visibili nel campo di visualizzazione.

Tutti i campi di visualizzazione sono raffigurati in questo manuale d'uso. A seconda della configurazione, i campi di visualizzazione sono mostrati in grigio. Questi campi di visualizzazione grigi non sono attivi o non sono inclusi.

6.1.1 Avvio del software

Condizione necessaria:

- ✓ Lo strumento è acceso.
- ► Toccare il simbolo [Prep SFC] sul touchscreen per avviare il software.
- ⇒ Si aprirà la finestra Start.





- ► Toccare il pulsante [VERIFY].
- ➡ Il sistema verifica che tutti gli elementi funzionali stiano rispondendo correttamente.

6.1.2 Immissione valori

Immissione di numeri

- ▶ Toccare un campo di immissione.
- ⇒ Sullo schermo viene visualizzata una finestra di dialogo con una casella di immissione numerica.



▶ Immettere il valore.

6 | Software Büchi Labortechnik AG

- ► Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.
- ► Toccare il pulsante [CANCEL] per uscire dalla finestra di dialogo senza modificare i valori.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.

Immissione di nomi

- ▶ Toccare un campo di immissione.
- ⇒ Sullo schermo viene visualizzata una finestra di dialogo con una casella di immissione alfanumerica.
- ▶ Immettere il valore.
- ▶ Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.

6.1.3 Uscita dal software

Condizione necessaria:

- ☑ Il ciclo è concluso.
- \square Le pompe sono spente.
- ➤ Toccare il pulsante [EXIT] per uscire dal software.
- ⇒ Il software di controllo Prep SFC si chiude.



6.2 Layout



Büchi Labortechnik AG Software | 6

N.	Nome	Descrizione
1	Visualizzazione <i>Chromato-</i>	Consente di visualizzare i valori rilevati.
2	Scheda MANUAL	Consente di avviare e arrestare manualmente un ciclo. Si veda la sezione Scheda MANUAL.
3	Scheda <i>PARAMETER</i>	Consente di impostare, caricare e modificare il parametro. Si veda la sezione Scheda PARA-METER.
4	Scheda COLLECTION	Consente di configurare le condizioni di frazionamento, il numero di picchi da raccogliere e il metodo di frazionamento. Si veda la sezione Scheda COLLECTION.
5	Scheda SYSTEM	Consente di configurare le impostazioni del sistema. I parametri di sistema vengono impostati in questa finestra. Non dipendono dal metodo che è stato caricato e possono essere regolati singolarmente per ogni ciclo. Si veda la sezione Scheda SYSTEM.
6	Scheda RUN METHOD	Consente di avviare un metodo caricato e visualizzarlo online. Questa finestra viene utilizzata per avviare il ciclo corrente che può essere monitorato online. Si veda la sezione Scheda RUN METHOD.
7	Pulsante [VERIFY]	Consente di verificare che tutti gli elementi funzionali stiano rispondendo correttamente.
8	Pulsante [EXIT]	Consente di uscire dal software di controllo.
9	Pulsante [SERVICE]	Consente di aprire le impostazioni di assistenza del sistema.
10	Pulsante [Windows]	Consente di uscire dal software di controllo. Consente di aprire la schermata iniziale di Windows.

6 | Software Büchi Labortechnik AG

6.3 Scheda MANUAL



N.	Nome	Descrizione
1	Scheda MANUAL	Consente di avviare e arrestare manualmente un ciclo.
2	Pulsante [FILL SYRINGE]	Consente di sciacquare il tubo collegato alla siringa.
3	Pulsante [SERVICE]	Consente di aprire le impostazioni di assistenza del sistema. Vengono visualizzati i parametri, i segnali del sensore e le posizioni delle valvole del modulo di riciclo.
4	Pulsante [AUTO ZERO]	Consente di impostare il segnale del rilevatore su zero.
5	Pulsante [START PUMP]	Consente di avviare la pompa.
	Pulsante [STOP PUMP]	Consente di arrestare la pompa.
6	Pulsante [INJECTION]	Consente di avviare l'iniezione dopo l'avvio della pompa.
	Pulsante [END INJECTION]	Consente di terminare l'iniezione.
7	VALVOLA CO ₂ (in grigio)	La valvola è chiusa.
	VALVOLA CO ₂ (in verde)	La valvola è aperta.
	VALVOLA CO ₂ (in rosso)	La pressione di ingresso di CO ₂ è eccessiva, il sistema non può essere avviato.
	VALVOLA CO ₂ (in giallo/arancione lampeggiante)	La pressione di ingresso CO ₂ è insufficiente. Le pompe possono essere avviate manualmente per un risciacquo. Non è possibile avviare un ciclo automatico.
8	Pulsante [LAMP ON]	Si veda la sezione Scheda RUN METHOD.
9	Pulsante [TEMPERATURE]	-
10	Pulsante [BACK PRESSURE]	

Büchi Labortechnik AG Software | 6

6.3.1 Risciacquo del tubo e della siringa

Percorso di navigazione:

- → MANUAL
- ➤ Toccare il pulsante [FILL SYRINGE] per sciacquare il tubo collegato alla siringa.
- ⇒ Sullo schermo viene visualizzata una finestra di dialogo con una casella di immissione numerica.
- ▶ Immettere il valore.
- ► Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.



6.3.2 Avvio della pompa



NOTA

Prima di o durante un metodo isocratico eseguito dopo l'avvio della modalità manuale. Toccando il pulsante [STOP PUMP] si apre una nuova finestra che consente di modificare i parametri o di arrestare la pompa.

Percorso di navigazione:

- → MANUAL
- ► Toccare il pulsante [START PUMP].
- ⇒ Si apre una nuova finestra.



- ► Toccare il pulsante [CHANGE PARAMETERS].
- ⇒ Si apre una nuova finestra che consente di modificare il flusso e la percentuale del modificatore.
- ▶ Immettere il valore.
- ▶ Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.



6 | Software Büchi Labortechnik AG

- ► Toccare il pulsante [INJECTION].
- ▶ Immettere il valore.
- ▶ Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.



- ► Toccare il pulsante [END INJECTION] per arrestare l'iniezione.
- ► Toccare il pulsante [STOP PUMP] per arrestare la pompa.

AVVERTENZA! È possibile avviare un ciclo automatico mentre la pompa è ancora in funzione, ma l'iniezione deve essere terminata.

Il cromatogramma può quindi essere richiamato nel menu *COLLECTION*. I parametri di frazionamento possono essere regolati per ulteriori separazioni automatiche.

6.3.3 Impostazione del segnale del rilevatore su zero

Percorso di navigazione:

- → MANUAL
- → [SERVICE]
- ► Toccare il pulsante [AUTO ZERO].
- ⇒ Il segnale del rilevatore è impostato su zero.

6.3.4 Sostituzione del modulo di riciclo CO₂

Percorso di navigazione:

→ MANUAL

→ [SERVICE]



NOTA

I pulsanti attivati risultano di colore verde.

- ► Toccare il pulsante [SERVICE].
- ⇒ Si apre una nuova finestra. Vengono visualizzati i parametri, i segnali del sensore e le posizioni delle valvole del modulo di riciclo.
- ▶ Prendere visione della tabella dei parametri.
- ➤ Toccare il pulsante per attivare o disattivare la funzione corrispondente.



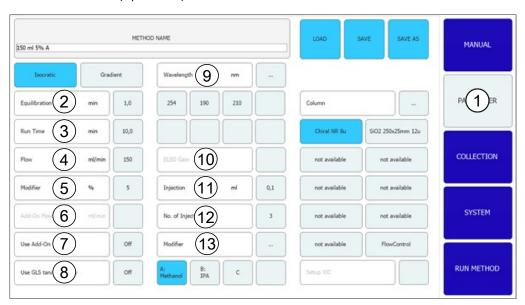
Büchi Labortechnik AG Software | 6

- ► Toccare il pulsante [BACK TO MAIN VIEW] per chiudere la finestra della vista manutenzione.
- ⇒ La finestra si chiude automaticamente.

6.4 Scheda PARAMETER

Il menu dei parametri presenta due modalità isocratiche a seconda della configurazione:

- Rilevatore UV
- Rilevatore DAD (opzionale)



N.	Nome	Descrizione
1	Scheda PARAMETER	Consente di impostare, caricare e modificare il parametro.
2	Equilibration	Durata di equilibrazione della colonna espressa in minuti.
3	Run Time	Tempo di esecuzione della separazione espresso in minuti.
4	Flow	Portata in mL/min.
5	Modifier	Concentrazione del modificatore in percentuale.
6	Add-On Flow	Portata in mL/min della pompa supplementare.
7	Use Add-On	Stabilisce se la terza pompa viene utilizzata come pompa supplementare (attiva) o funziona in sinergia con la pompa del modificatore (inattiva).
8	Use GLS tandem mode	Combina due GLS per portate più elevate.
9	Wavelength	Lunghezza d'onda alla quale avviene il rileva- mento in nm.
10	ELSD Gain	Numero di guadagno ELSD.

6 | Software Büchi Labortechnik AG

N.	Nome	Descrizione
11	Injection	Volume di iniezione espresso in mL.
12	No. of Injections	Numero di iniezioni da eseguire in successione.
13	Modifier	Selezione dell'ingresso nella pompa del modificatore.

6.4.1 Impostazione di nuovi metodi

Percorso di navigazione:

→ PARAMETER

- ► Toccare il pulsante [METHOD NAME].
- ⇒ Sullo schermo viene visualizzata una finestra di dialogo con una casella di immissione alfanumerica.
- ▶ Immettere il valore.
- ► Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.
- ► Toccare il pulsante COLUMN [...] per immettere la definizione di una colonna.
- ⇒ Si apre una nuova finestra che permette di scegliere una colonna da un elenco o aggiungerne una nuova.
- ► Toccare il pulsante appropriato [A], [B], [C] o [D] per selezionare l'attacco del solvente.
- ➤ Toccare il pulsante MODIFIER [...] per immettere la definizione del solvente.
- ⇒ Si apre una nuova finestra che consente di scegliere un solvente da un elenco o aggiungerne uno nuovo.
- ► Impostare i parametri nella parte sinistra della finestra.

Rilevatore opzionale

► Toccare il pulsante WAVELENGTH [...] per impostare il numero di lunghezze d'onda.

6.4.2 Impostazione della modalità gradiente

Percorso di navigazione:

→ PARAMETER

- ► Toccare il pulsante [GRADIENT].
- ⇒ Si apre una nuova finestra che visualizza la tabella dei gradienti.

- ► Toccare un'area all'interno della tabella dei gradienti.
- ⇒ Si apre una nuova finestra che permette di modificare la tabella dei gradienti.
- ➤ Toccare il campo sul pannello di controllo con uno sfondo blu o bianco per immettere i valori di tempo, modificatore e flusso.



- ▶ Immettere il valore.
- ► Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.

AVVERTENZA! Il volume necessario di CO₂ viene calcolato automaticamente.

- ➤ Toccare il pulsante [ADD] per inserire una riga nella parte inferiore della tabella.
- ➤ Selezionare una riga e toccare il pulsante [DELE-TE] per rimuovere una riga.

AVVERTENZA! Il ciclo del gradiente è mostrato nella parte superiore sinistra della finestra dei gradienti.



- ➤ Toccare il pulsante [OK] per confermare e tornare al menu dei parametri.
- ➤ Toccare il pulsante [CANCEL] per annullare le modifiche e tornare al menu dei parametri.
- ⇒ Viene visualizzato il gradiente programmato.

AVVERTENZA! Nella modalità isocratica e nella modalità gradiente, in questa finestra vengono stabiliti i valori per la durata dell'equilibrazione, la lunghezza d'onda, il volume di iniezione e l'ingresso del modificatore.



- ➤ Toccare il pulsante [SAVE AS] per salvare il parametro con un nome diverso.
- ⇒ Sullo schermo viene visualizzata una finestra di dialogo con una casella di immissione alfanumerica.
- ➤ Toccare il pulsante [SAVE] per impostare il parametro nei metodi.

AVVERTENZA! Il numero di iniezioni da eseguire in sequenza non viene salvato nel metodo e deve essere specificato nuovamente ogni volta che quest'ultimo viene ricaricato o che si avvia il sistema.

6.4.3 Caricamento dei metodi salvati

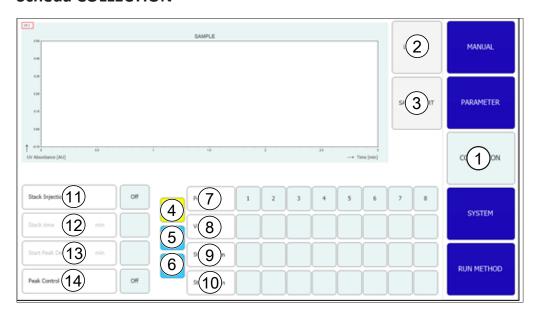
Percorso di navigazione:

- → PARAMETER
- ➤ Toccare il pulsante [Load] per aprire i metodi salvati.
- ⇒ Viene visualizzato un elenco di tutti i metodi.
- ► Selezionare il metodo necessario.
- ► Toccare il pulsante [Load] per aprire il metodo selezionato.

6.4.4 Modifica dei metodi salvati

Un metodo che è stato salvato e aperto può essere elaborato come descritto nella sezione Capitolo 6.4.1 "Impostazione di nuovi metodi", pagina 36. Questo metodo deve essere salvato nuovamente prima di poterlo avviare.

6.5 Scheda COLLECTION



N.	Nome	Descrizione	
1	Scheda COLLECTION	Consente di configurare le condizioni di frazionamento, il numero di picchi da raccogliere e il metodo di frazionamento.	
2	Pulsante [Load Run]	Consente di aprire i processi completati.	
3	Pulsante [Save Report]	Consente all'operatore di salvare un rapporto in formato PDF.	
4	Pulsante [TIME]	Consente di selezionare il frazionamento a tempo.	
5	Pulsante [PEAK]	Consente di selezionare il frazionamento basato sul picco.	
6	Pulsante [T/P]	Consente di attivare il frazionamento combinato. In questa modalità, i picchi vengono ricercati negli intervalli programmati.	
7	Peak No.	Numero di picchi da raccogliere.	
8	Vial	Flacone di frazionamento in cui viene raccolta la frazione.	
9	Start min	Avvio del frazionamento.	
	Start AU	Questo valore corrisponde alla soglia per l'avvio della raccolta.	
10	Stop min	Fine del frazionamento.	
	Stop AU	Fine del rilevamento del picco.	
11	Stack injection	Consente di avviare e arrestare l'iniezione in fasi.	
12	Stack time	Il tempo tra un'iniezione e l'altra.	

N.	Nome	Descrizione
13	Start peak detect time	Consente di avviare la modalità di rilevamento e controllare i picchi.
14	Peak control	Consente di impostare i parametri relativi alle iniezioni multiple.
	Trace	Rilevatori opzionali. Consente di stabilire quale lunghezza d'onda UV viene utilizzata per il rilevamento del pic- co.
		Questo valore viene utilizzato per determina- re quale linea di cromatogramma è mostrata nel grafico generale del menu RUN.
	V	Parte intermedia tra i picchi, la cosiddetta «valle».



NOTA

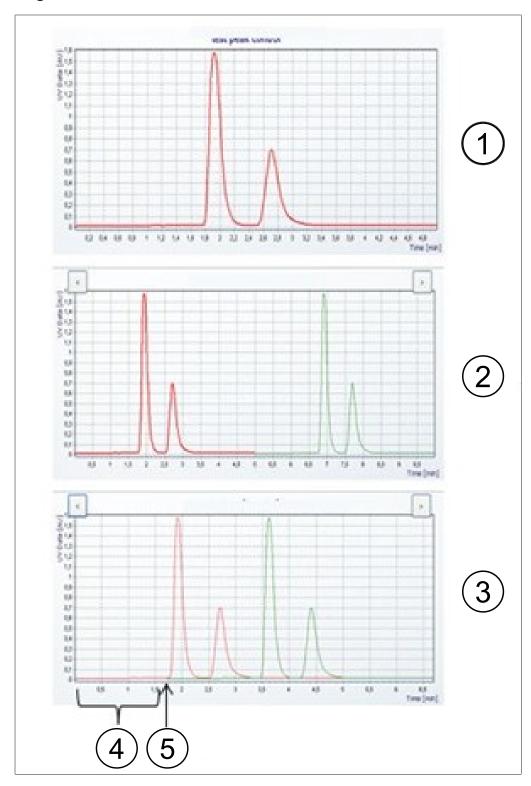
È possibile raccogliere fino a otto frazioni in totale. Tutte le parti di un ciclo che non devono essere raccolte confluiranno nel contenitore dei rifiuti.

Finestra di controllo del picco



N.	Nome	Descrizione
1	Use Peak Control	Consente di attivare e disattivare il controllo del picco.
2	Controlled Peak	Numero del picco controllato.
3	Automatic Shift ON	La finestra di raccolta viene corretta automaticamente.
	Automatic Shift OFF	Lo spostamento del picco risulta inferiore allo spostamento massimo.
4	Max. Shift	La differenza massima di spostamento è espressa in secondi. Lo spostamento massimo consentito dal tempo di ritenzione osservato durante la prima iniezione.
5	Min. Height	L'altezza minima è espressa in percentuale. Consente di confrontare l'altezza minima del picco controllato con il picco della prima iniezione. Se il picco è più contenuto, il ciclo viene arrestato automaticamente. L'altezza minima è espressa in percentuale. Se il picco è più contenuto, il ciclo viene arrestato automaticamente.

Diagramma dell'iniezione



N.	Nome	Descrizione
1	Prima iniezione	Cromatogramma della prima iniezione.
2	Iniezioni multiple	Cromatogramma delle iniezioni multiple.
3	Iniezioni in fasi	Cromatogramma dell'iniezione in fasi.
4	Tempo tra le fasi	Il tempo tra un'iniezione e l'altra.

N.	Nome	Descrizione
5	Avvio della seconda iniezio-	Ora in cui avviene la seconda iniezione.
	ne	

6.5.1 Impostazione del controllo del picco

Quando si utilizza una modalità di frazionamento con rilevamento del picco, il numero programmato di picchi viene confrontato con il numero di picchi effettivo rilevato alla fine di ogni iniezione. Il ciclo si arresta automaticamente se il rilevamento dei picchi non va a buon fine.

Il numero di picchi da raccogliere viene stabilito toccando il numero di picco appropriato. L'operatore può specificare l'ora di inizio e l'ora di fine del frazionamento e il flacone per campione in cui raccogliere le frazioni per il numero selezionato. L'ora di inizio del picco successivo deve essere superiore all'ora di fine del picco precedente. Il tempo di arresto della frazione finale deve essere inferiore al tempo di esecuzione della separazione totale. Toccare il pulsante [Peak No.] se non deve essere raccolto alcun picco. Questa operazione disattiva i campi di immissione. La funzione di controllo dei picchi consente al sistema di riconoscere automaticamente quando un picco si trova al di fuori dell'area di raccolta e di arrestare il ciclo o correggere di conseguenza la finestra di raccolta. Se si utilizza una modalità con rilevamento del picco, il numero di picchi rilevati deve essere uguale al numero di picchi programmati, altrimenti il ciclo si arresterà. Questo test viene eseguito anche se il controllo del picco è disattivato.

Percorso di navigazione:

- → COLLECTION → [Peak control]
- ➤ Toccare il pulsante [OFF] per disattivare il controllo del picco.
- ► Toccare il pulsante [ON] per attivare il controllo del picco.
- ⇒ Viene visualizzata una nuova finestra in cui impostare le condizioni di controllo.
- ▶ Impostare le condizioni di controllo.



► Toccare il pulsante [OK] per confermare.

6.5.2 Impostazione dell'iniezione in fasi

L'iniezione in fasi in modalità isocratica consente di risparmiare tempo nel frazionamento di campioni voluminosi. Le parti del campione vengono iniettate dopo l'eluizione di un picco.

Percorso di navigazione:

→ COLLECTION

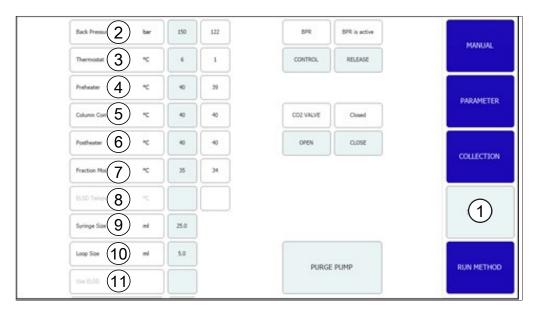
► Toccare il pulsante [Stack injection] per selezionare l'opzione di iniezione in fasi.



- ➤ Toccare il pulsante [Stack time] per immettere il tempo tra le fasi.
- ➡ Il tempo tra le fasi determina il momento in cui viene eseguita l'iniezione successiva.
 Questo tempo deve essere inferiore a quello di esecuzione, ma sufficiente a includere tutti i frazionamenti.



6.6 Scheda SYSTEM



N.	Nome	Descrizione
1	Scheda <i>SYSTEM</i>	Consente di configurare le impostazioni del si- stema. I parametri di sistema vengono impo- stati in questa finestra. Non dipendono dal metodo che è stato caricato e possono essere regolati singolarmente per ogni ciclo.
2	Back Pressure	Indica la contropressione nel sistema espressa in bar.
3	Thermostat	Temperatura nello scambiatore di calore espressa in °C.

N.	Nome	Descrizione
4	Preheater	Temperatura nel preriscaldatore espressa in °C.
5	Column Compartment	Temperatura nel forno a colonna espressa in °C.
6	Postheater	Temperatura nel post-riscaldatore espressa in °C.
7	Fraction Module	Temperatura nel modulo frazioni espressa in °C.
8	ELSD Temperature	Temperatura per l'ELSD espressa in °C.
9	Syringe Size	Volume della siringa espresso in mL o μL.
10	Loop Size	Volume del circuito di iniezione espresso in mL.
11	Use ELSD	Consente di attivare o disattivare l'ELSD.

6.6.1 Controllo della contropressione

Il pulsante di controllo del regolatore di contropressione si trova nell'angolo superiore destro. Il campo bianco ne mostra lo stato.

Percorso di navigazione:

→ SYSTEM Condizione necessaria: ☑ Lo strumento è in funzione. Stato BPR **BPR** BPR is active visualizzato: «BPR is active». ► Toccare il pulsante [RELEASE]. CONTROL RELEASE ⇒ La valvola si apre e rilascia la pressione nel sistema. Lo stato BPR passa a «BPR is open». Condizione necessaria: ☑ Stato BPR visualizzato: «BPR is open». **BPR** BPR is open ► Toccare il pulsante [CONTROL]. ⇒ La valvola si chiude e attiva la regolazione CONTROL RELEASE della contropressione. Lo stato BPR passa a

6.6.2 Controllo della valvola CO₂

«BPR is active».

Il pulsante che controlla la valvola ${\rm CO_2}$ è in posizione centrale. Il campo bianco mostra lo stato della valvola ${\rm CO_2}$.

Percorso di navigazione:

→ SYSTEM

Condizione necessaria:

- ☑ Stato della VALVOLA CO₂ visualizzato: «Closed».
- ► Toccare il pulsante [OPEN].
- ⇒ La valvola si apre. Lo stato della VALVOLA CO₂ passa a «Open».

CO2 VALVE Closed CLOSE **OPEN**

Condizione necessaria:

☑ Stato della VALVOLA CO₂ visualizzato: «Open».

- ► Toccare il pulsante [CLOSE].
- ⇒ La valvola si chiude. Lo stato della VALVOLA CO₂ passa a «Closed».



6.6.3 Controllo della pompa di spurgo

Percorso di navigazione:

SYSTEM

→ [Purge Pump]

Condizione necessaria:

- ☑ Lo strumento è in funzione.
- ☑ Stato della VALVOLA CO₂ visualizzato: «Closed».
- ► Toccare il pulsante [Purge Modifier Pump] o il pulsante [Purge Add-on Pump].
- ⇒ Si apre una nuova finestra che consente di impostare la pompa del modificatore.



▶ Toccare il pulsante [Open] per aprire la valvola di spurgo delle pompe.

AVVERTENZA! La pompa di spurgo supplementare è dotata di un solo ingresso. Di conseguenza, non è possibile selezionare l'ingresso del modificatore.

AVVERTENZA! Se la pressione nella pompa è superiore alla pressione massima della pompa di spurgo, l'operazione di spurgo non inizierà.

- ▶ Selezionare l'ingresso del modificatore e la portata.
- ► Toccare il pulsante [Pump Start] per avviare il ciclo.
- ▶ Toccare il pulsante [Pump Stop] per chiudere la valvola di spurgo in corrispondenza della pompa e uscire dallo spurgo.

6.7 Scheda RUN METHOD



N.	Nome	Descrizione
1	Cromatogramma	Il cromatogramma corrente è mostrato nella sezione superiore della finestra.
2	Barra del titolo	Il nome del metodo e il nome del campione vengono visualizzati nella barra del titolo. Il numero dell'iniezione può essere visualizza- to nella barra del titolo.
3	Grafico generale del processo	Nel grafico generale del processo nell'angolo in basso a sinistra, i cromatogrammi vengono visualizzati sovrapposti in caso di iniezioni multiple. In caso di iniezione in fasi, le frazioni raccolte vengono visualizzate sovrapposte.
4	Stato del parametro	Lo stato dei singoli parametri di sistema e dei parametri del metodo durante il ciclo è mo- strato nella tabella nell'area in basso a destra.
5	Pulsante [PEAK CONTROL] (grigio)	Il controllo del picco è disattivato.
	Pulsante [PEAK CONTROL] (verde)	Il controllo del picco è attivo. La posizione dei picchi non è mutata rispetto alla prima inie- zione.
	Pulsante [PEAK CONTROL] (arancione)	Il controllo del picco è attivo. Il picco da moni- torare si è spostato e la finestra di raccolta è stata regolata automaticamente.
	Pulsante [PEAK CONTROL] (rosso)	Il controllo del picco è attivo. Il picco monitorato è al di fuori dell'intervallo di raccolta e il ciclo è stato interrotto.

N.	Nome	Descrizione
6	Pulsante [LAMP OFF] (grigio)	La lampada è spenta.
	Pulsante [LAMP HEATING] (giallo)	La lampada si sta riscaldando.
	Pulsante [LAMP ON] (verde)	La lampada è accesa.
7	Pulsante [TEMPERATURE] (rosso)	Le temperature in tutte le parti monitorate (area colonne, modulo di preriscaldamento e frazionamento) non sono state raggiunte. Il ciclo non può essere avviato.
	Pulsante [TEMPERATURE] (giallo)	L'area colonne e il preriscaldamento hanno raggiunto la temperatura impostata. Il ciclo può essere avviato.
	Pulsante [TEMPERATURE] (verde)	Il modulo di frazionamento, l'area colonne e il preriscaldamento hanno raggiunto i rispettivi intervalli di temperatura. Le iniezioni possono essere eseguite.
8	Pulsante [BACK PRESSURE] (arancione)	La valvola del regolatore di contropressione è attiva. Le pompe possono essere avviate. È anche possibile avviare un ciclo, ma la durata dell'equilibrazione inizia il calcolo solo dopo il raggiungimento della contropressione.
	Pulsante [BACK PRESSURE] (verde)	È stata raggiunta la contropressione imposta- ta nel sistema. Il ciclo può essere avviato.
	Pulsante [BACK PRESSURE] (giallo)	La contropressione impostata nel sistema non è stata raggiunta entro 2 minuti dall'avvio, la pressione è risultata inferiore di 10 bar rispetto alla pressione impostata per più di 30 secondi durante il funzionamento oppure la pressione è scesa per oltre 50 bar durante il funzionamento. Le pompe sono spente poiché potrebbe essersi verificata una perdita.
9	Pulsante [CHANGE]	Il pulsante consente di modificare i parametri durante il ciclo.

6.7.1 Operazioni preliminari all'avvio di un ciclo

Percorso di navigazione:

- → RUN METHOD
- ► Toccare il pulsante [Start].
- ⇒ Sullo schermo viene visualizzata una finestra di dialogo con una casella di immissione alfanumerica.
- ▶ Immettere il nome del campione.

- ► Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.
- ► Avviare un ciclo. Si veda la sezione Capitolo 7.6 "Avvio di un ciclo", pagina 58.

6.8 Modifica durante un ciclo



NOTA

Il numero minimo di iniezioni corrisponde all'iniezione corrente o al valore 1 se l'equilibrazione è ancora in esecuzione.

Il numero di iniezioni può essere modificato per tutti i tipi corrispondenti.



NOTA

In caso di iniezione multipla, è possibile regolare il volume di iniezione e il tempo di esecuzione per i processi isocratici.



NOTA

La modifica del volume di iniezione viene applicata alla successiva aspirazione del volume del campione non ancora avviata. Se l'avvio del processo di iniezione è successivo rispetto a quanto previsto per un nuovo volume aumentato, l'iniezione seguente attenderà la durata di tempo necessaria. Questa attesa non modificherà il tempo di esecuzione.



NOTA

I parametri di frazionamento possono essere regolati a partire dal secondo frazionamento.



NOTA

Quando le soglie vengono modificate, l'effetto viene simulato sui dati già registrati e mostrato nel grafico. L'aumento della pendenza caudale (frecce a destra) sposta la linea a sinistra e viceversa.



NOTA

Se gli intervalli di raccolta vengono modificati, i valori utilizzati in origine vengono mostrati in un colore meno vivace e i valori impiegati al momento vengono visualizzati nel colore noto.



NOTA

Se i processi vengono caricati nel menu di raccolta, vengono visualizzati i valori originali per la raccolta. Se viene mostrata solo un'iniezione, vengono visualizzati i valori utilizzati in quest'ultima.

6.8.1 Modifica del numero di iniezioni

Percorso di navigazione:

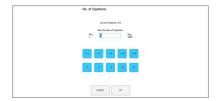
→ RUN METHOD → [Change]

AVVERTENZA! Questa finestra si chiude automaticamente dopo 10 secondi se non viene effettuata alcuna selezione.

- ➤ Toccare il pulsante [No. of Injections] per modificare il numero di iniezioni.
- ⇒ Si apre una nuova finestra.



➤ Toccare un pulsante [negative number] per impostare un numero minimo.



- ► Toccare il pulsante [CANCEL] per chiudere la finestra senza apportare alcuna modifica.
- ► Toccare il pulsante [OK] per aggiornare la versione della quantità di solvente.
- ⇒ La finestra si chiude automaticamente.

6.8.2 Modifica del parametro dell'iniezione e del tempo di esecuzione

Percorso di navigazione:

→ RUN METHOD

→ [Change]

AVVERTENZA! Questa finestra si chiude automaticamente dopo 10 secondi se non viene effettuata alcuna selezione.

- ➤ Toccare il pulsante [Injection] o il pulsante [Run Time] per modificare i parametri.
- ⇒ Sullo schermo viene visualizzata una finestra di dialogo con una casella di immissione numerica.



- ▶ Immettere il valore.
- ► Toccare il pulsante [OK] per confermare.
- ⇒ Il valore viene salvato.
- ⇒ La finestra di dialogo si chiude.



AVVERTENZA! Il volume massimo utilizzato non è determinato solo dal circuito di iniezione o dalla capacità della siringa, ma anche dal tempo che intercorre tra le iniezioni.

- ► Toccare il pulsante [CANCEL] per chiudere la finestra senza apportare alcuna modifica.
- ► Toccare il pulsante [OK] per aggiornare la versione della quantità di solvente.
- ⇒ La finestra si chiude automaticamente.

6.8.3 Modifica del parametro della frazione

Percorso di navigazione:

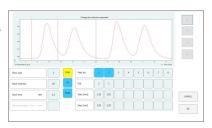
→ RUN METHOD → [Change]

AVVERTENZA! Questa finestra si chiude automaticamente dopo 10 secondi se non viene effettuata alcuna selezione.

- ▶ Toccare il pulsante [Collection Parameters].
- ⇒ Si apre una nuova finestra.

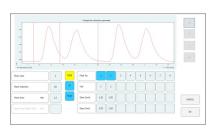


- ► Toccare il pulsante [Show Last].
- ⇒ Questo pulsante consente di visualizzare e alternare tra l'ultima, le ultime due o le ultime tre iniezioni (se sono già registrate).



AVVERTENZA! Il metodo per il frazionamento (a tempo e/o basato sul picco) e il tempo di rilevamento del picco iniziale non possono essere modificati dopo l'avvio del ciclo. Questi pulsanti sono a scopo puramente informativo.

- ➤ Toccare uno dei pulsanti valore per Start o Stop per modificare il parametro della frazione.
- ⇒ Il valore viene mostrato in blu.



- ➤ Toccare il pulsante [>] per modificare il valore +0,01.
- ➤ Toccare il pulsante [<] per modificare il valore -0.01.
- ► Toccare il pulsante [>>] per modificare il valore 0.05.
- ► Toccare il pulsante [<<] per modificare il valore -0,05.



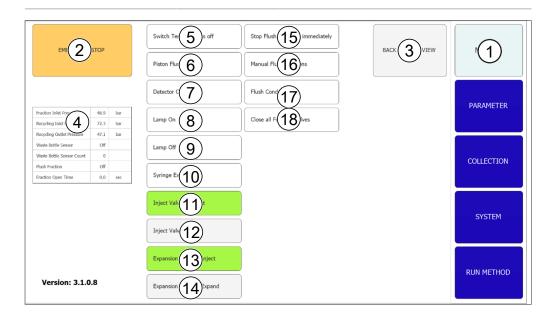
► Toccare il pulsante [OK] per applicare le modifiche.

6.9 Modulo di riciclo CO₂

Percorso di navigazione:

→ MANUAL

→ [SERVICE]



N.	Nome	Descrizione
1	Scheda MANUAL	Consente di avviare e arrestare manualmente un ciclo.
2	Pulsante [EMERGENCY STOP]	Consente di eseguire l'ARRESTO DI EMERGENZA.
3	Pulsante [BACK TO MAIN VIEW]	Consente di tornare alla vista della scheda MANUAL.
4	Tabella dei parametri	Consente di visualizzare diversi parametri relativi al modulo di riciclo.
5	Pulsante [Switch Temperatu- re OFF]	Consente di disattivare tutti i termoregolatori.
6	Pulsante [Piston Flush 10 sec]	Consente di lavare il pistone per 10 secondi.
7	Pulsante [Detector Calibra- tion]	Consente di avviare manualmente la calibrazione del rilevatore UV.
8	Pulsante [Lamp ON]	Consente di accendere la lampada.
9	Pulsante [Lamp OFF]	Consente di spegnere la lampada.
10	Pulsante [Syringe Exchange]	Consente di spostare la pompa a siringa in una posizione che permetta la sostituzione della siringa in vetro.
11	Pulsante [Inject Valve to In- ject]	Consente di portare la valvola di iniezione in posizione manuale.
12	Pulsante [Inject Valve to Load]	Consente di portare la valvola di iniezione in posizione di carico.
13	Pulsante [Expansion Valve to Inject]	Consente di portare la valvola di espansione in modalità di iniezione.
14	Pulsante [Expansion Valve to Expand]	Consente di portare la valvola di espansione in modalità di espansione.
15	Pulsante [Stop Flush Fraction immediately]	Questo pulsante annulla i cicli di fraziona- mento di tutti e 10 i canali GLS.
16	Pulsante [Manual Flush Frac- tions]	Questo pulsante avvia il ciclo di frazionamento di un canale GLS selezionabile in una nuova finestra.
17	Pulsante [Flush condensate]	Questo pulsante simula il rilevamento di un li- quido nella prima bombola in modo da elimi- nare eventuali residui di condensa.
18	Pulsante [Close all Fraction Valves]	Questo pulsante chiude tutte le valvole di frazionamento ai fini della manutenzione del modulo di riciclo.
19	Versione software	Mostra la versione corrente del software.

Tabella dei parametri

Fraction In 1 essure	46.9	bar
Recycling (2) ressure	72.3	bar
Recycling 3 Pressure	47.1	bar
Waste Bott 4 isor	Off	
Waste Bott 5 Isor Count	0	
Flush Frad 6	Off	
Fraction O 7 Ime	0.0	sec

N.	Nome	Descrizione
1	Fraction Inlet Pressure	La pressione all'ingresso dei separatori gas-liquido.
2	Recycling Inlet Pressure	La pressione dell'erogazione di CO ₂ che entra nel modulo di riciclo.
3	Recycling Outlet Pressure	La pressione della CO ₂ riciclata.
4	Waste Bottle Sensor	Il sensore è impostato su [ON] per rilevare il liquido o su [OFF] per non rilevarlo.
5	Waste Bottle Sensor Count	Questo valore indica la frequenza alla quale il sensore ha rilevato il liquido. Questo valore indica il grado di stabilità del funzionamento del separatore di riciclo e del separatore gasliquido. Un valore basso equivale a condizioni stabili. Un valore elevato corrisponde all'inglobamento di molto liquido. Questo valore è impostato su zero a ogni avvio nella finestra Run Method.
6	Flush Fraction	Questo valore indica se la valvola di frazionamento è chiusa (OFF) o aperta (ON).
7	Fraction Open Time	Questo valore indica che il frazionamento è in corso e per quanto tempo la valvola di frazio- namento continuerà a essere aperta.

Descrizione funzionale

Se la pressione di ingresso per riciclo e la pressione di uscita per riciclo sono approssimativamente uguali, la pompa CO_2 viene fornita con CO_2 riciclata. Nella prima bombola del modulo di riciclo, potrebbe condensarsi del modificatore disciolto. Il liquido si raccoglie nella parte inferiore della bombola in cui è installata una combinazione valvola-sensore-valvola. Quando il sensore rileva del liquido, la valvola superiore si chiude e quella inferiore si apre per scaricare la condensa. In ragione del modulo di riciclo, anche i separatori gas-liquido (GLS) sono sotto pressione. Il liquido frazionato viene immesso nel modulo di riciclo tramite linee flessibili stabili alla pressione. Per ciascuno dei dieci GLS è disponibile una combinazione valvola-tubo di raccolta-valvola.

Quando nel software viene attivato un GLS per il frazionamento, la valvola superiore (ingresso della valvola di frazionamento) si apre e il tubo di raccolta si riempie di liquido frazionato. Il software utilizza la portata della pompa del modificatore per calcolare per quanto tempo la valvola può rimanere aperta e quando è piena. Il software chiude e apre la valvola inferiore (uscita della valvola di frazionamento) per trasferire il liquido frazionato nel recipiente di raccolta.

7 | Uso Büchi Labortechnik AG

7 Uso

7.1 Avvio del sistema

- ▶ Accendere il termostato esterno. La temperatura raccomandata è di 5 °C.
- ► Accendere il sistema di raffreddamento.
- ▶ Premere l'interruttore di accensione/ spegnimento.
- □ In questo modo si accendono i componenti fisici rimanenti.
- ► Accendere il sistema con l'*interruttore* principale.
- ⇒ Questa operazione avvia anche il computer e il touchscreen.
- ► Rilasciare il pulsante dell'interruttore di emergenza.
- ► Premere il pulsante verde accanto all'interruttore di emergenza.
- ➤ Toccare il simbolo [Prep SFC] sul touchscreen per avviare il software.
- ⇒ Si aprirà la finestra del software di controllo Prep SFC.





➤ Toccare il pulsante [Verify] per assicurarsi che tutti i moduli comunichino correttamente.

7.2 Posizionamento del campione



NOTA

I tubi capillari devono scendere in linea retta e senza tensione.

▶ Posizionare il campione nell'apposito vassoio.

Büchi Labortechnik AG Uso | 7

Inserire i tubi capillari attraverso i raccordi del supporto fino a raggiungere la base del flacone per campione.



7.3 Comando aria di scarico CO₂ (flacone di raccolta)

Nel vano dei separatori gas-liquido (GLS) è presente un flacone di raccolta sul lato destro per il solvente che non è stato completamente separato nei suddetti strumenti.

Normalmente, la separazione completa del liquido avviene nel GLS, ma in determinate circostanze e a seconda delle condizioni operative (portata, solvente e temperatura del modulo di riscaldamento della decompressione o temperatura del GLS), è possibile raccogliere piccole quantità di liquido nel flacone di raccolta.

- ▶ Aprire il flacone di raccolta.
- ► Svuotarlo.
- ► Avvitare saldamente il tappo sul flacone.

AVVERTENZA! Assicurarsi che il tappo del flacone sia chiuso saldamente. Nello scomparto del GLS non devono fuoriuscire gas né solventi.



Nella fase iniziale di un ciclo:

➤ Controllare periodicamente il livello del flacone di raccolta per assicurarsi che il GLS funzioni correttamente.

7.4 Posizionamento dei flaconi di frazionamento



NOTA

I flaconi per frazioni di qualsiasi capacità possono essere collocati nel vassoio di sicurezza al di sotto del modulo GLS.

Il numero di GLS corrisponde al numero di uscita della valvola di frazionamento.



NOTA

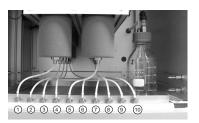
A seconda della portata selezionata, si possono raccogliere fino a 8 frazioni (modalità singola, portata max. 180 mL/min) o fino a 4 frazioni (modalità tandem, portata superiore a 180 mL/min). In modalità tandem, i GLS 1 e 2, 3 e 4, 5 e 6 e 7 e 8 sono collegati in parallelo.

In questa modalità, i tubi per frazioni inseparabili (ad es., GLS 1 e 2 per la frazione 1) devono essere collegati al medesimo flacone di frazionamento.

7 | Uso Büchi Labortechnik AG

▶ Posizionare i flaconi per frazioni al di sotto dell'unità in un vassoio di raccolta adatto.

- ► Collegare i tubi capillari appropriati dei separatori gas-liquido al flacone per frazioni.
- ▶ Collegare i tubi 9 e 10 al contenitore dei rifiuti.
- ► Collegare i tubi non utilizzati per la raccolta delle frazioni al contenitore dei rifiuti.



7.5 Selezione del metodo

Percorso di navigazione:

- → PARAMETER
- ➤ Toccare il pulsante [Load] per selezionare il metodo che si desidera utilizzare.
- Specificare il numero di iniezioni da eseguire in sequenza.
- Verificare che nella posizione della colonna selezionata sia presente la colonna corretta.
- ► Toccare il pulsante di menu *COLLECTION*.
- ▶ Definire il numero di frazioni da raccogliere e la scala temporale di frazionamento.
- ► Verificare le impostazioni di sistema nella finestra corrispondente.

Per informazioni più dettagliate sull'impostazione dei metodi, sulla regolazione delle condizioni di frazionamento e sulle specifiche delle impostazioni del sistema, si veda la sezione Software.

7.6 Avvio di un ciclo



NOTA

A seconda dei parametri selezionati, è necessaria una durata dell'equilibrazione di diversi minuti affinché si adatti al profilo di temperatura impostato. L'arco temporale minimo raccomandato è di 5 minuti. Se non è stato ancora definito un profilo di temperatura stabile durante il suddetto lasso di tempo, la durata dell'equilibrazione viene prolungata automaticamente fino al raggiungimento di un profilo di temperatura stabile o di un tempo massimo di 15 minuti. Qualora dopo 15 minuti non fosse ancora stato raggiunto un profilo di temperatura stabile, il ciclo viene interrotto automaticamente.

Percorso di navigazione:

→ PARAMETER

Büchi Labortechnik AG Uso | 7

Condizione necessaria:

- Assicurarsi che vi sia un quantitativo sufficiente di CO₂ e solventi per completare il ciclo di separazione del campione. Il consumo di eluente dipende in larga misura dal metodo impiegato. Per evitare danni alle pompe, è necessario evitare di farle funzionare a secco.
- Assicurarsi che il volume dei flaconi per frazioni e del contenitore dei rifiuti sia sufficientemente ampio per l'intera separazione al fine di evitare un riempimento eccessivo.
- Assicurarsi che il flacone di raccolta sia vuoto e che il tappo sia avvitato saldamente.
- ☑ Accertarsi che lo strumento sia pronto per l'esecuzione di un ciclo.
- Assicurarsi che siano selezionati il metodo e le condizioni di frazionamento corretti.
- ▶ Selezionare la colonna, la lunghezza d'onda di rilevamento e il gradiente corretti.
- ► Toccare il pulsante [Pump Start].
- ⇒ Le pompe si avviano alle condizioni iniziali del gradiente selezionato.
- ► Toccare il pulsante [Injection].

7.7 Completamento di un ciclo



NOTA

Al termine di un ciclo, le pompe si arrestano automaticamente e la valvola di arresto CO_2 si chiude automaticamente. I termoregolatori e il regolatore di contropressione rimangono attivi.

- ► Toccare il pulsante [STOP].
- ⇒ Si apre una nuova finestra.



- ► Toccare il pulsante [Cancel].
- ⇒ Il menu *RUN METHOD* si apre, ma il ciclo continua.
- ► Toccare il pulsante [Finish Injection].
- □ Tutte le iniezioni già presenti nella colonna (iniezione in fasi) saranno completate. Infine, il sistema si arresta. La didascalia del pulsante di avvio automatico passa allo stato arrestato.
- ▶ Toccare il pulsante [Immediately].
- ⇒ Il ciclo si arresta immediatamente.

7 | Uso Büchi Labortechnik AG

7.8 Spegnimento del sistema

Percorso di navigazione:

→ MANUAL

- ► Toccare il pulsante [EXIT] per chiudere il software di controllo Prep SFC.
- ► Arrestare il computer Windows.
- ➤ Spegnere i sistemi agendo sull'*interruttore principale* per arrestare tutti i moduli.

7.9 Utilizzo dell'interruttore di emergenza

- Premere il pulsante dell'interruttore di emergenza per spegnere le pompe, il rilevatore e tutti i moduli a temperatura controllata.
- ⇒ In questo modo si chiude la valvola di arresto della CO₂ per impedirne la fuoriuscita.
- ➡ Il computer Windows è ancora in funzione. Lo spegnimento di emergenza non comporta la perdita di alcun dato.

7.10 Monitoraggio della funzionalità del sistema

L'elettronica integrata del sistema Prep SFC 660 include una funzionalità «watchdog». Questa funzione viene abilitata in concomitanza dell'inizializzazione del software. In caso di arresto anomalo del software o del computer, la funzione watchdog attiva l'interruttore di alimentazione di emergenza che arresta l'alimentazione alle pompe e agli elementi riscaldanti. La valvola di ingresso CO₂ torna allo stato chiuso.

Se il sistema è inattivo, il tempo di watchdog è di 10 minuti, se le pompe sono in funzione questo tempo viene ridotto a 2 minuti.

Durante il normale arresto del software, gli elementi riscaldanti sono disattivati, ma il circuito di alimentazione di emergenza non viene disattivato.

8 Pulizia e manutenzione



NOTA

- ► Espletare solo le operazioni di manutenzione e pulizia descritte in questa sezione.
- ► Non eseguire operazioni del suddetto tipo che comportino l'apertura dell'alloggiamento.
- ▶ Utilizzare esclusivamente parti di ricambio originali BUCHI per garantire il corretto funzionamento del dispositivo e non rendere nulla la garanzia.
- ► Espletare le operazioni di manutenzione e pulizia descritte in questa sezione per prolungare la durata dello strumento.

8.1 Pulizia della cella di flusso del rilevatore UV

Condizione necessaria:

- ☑ Il livello di riferimento del rilevatore inizia a risultare rumoroso. Nella cella di flusso potrebbero essere presenti residui di campione.
- ► Rimuovere le colonne.
- ▶ Sostituire le colonne con un tubo capillare in acciaio inossidabile.
- ► Sciacquare quest'ultimo con la miscela di modificatore CO₂.

Per ulteriori istruzioni, consultare il manuale del fabbricante del rilevatore UVD 2.1S Knauer.

8.2 Rimozione della cella di flusso del rilevatore UV



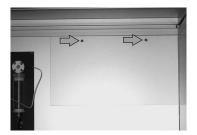
NOTA

Il rilevatore è installato in ordine inverso.

Quando si installa il rilevatore, assicurarsi che sia posizionato il più centralmente possibile nel relativo vano in modo da garantire una circolazione sufficiente dell'aria.

Per sostituire la lampada del rilevatore, è necessario estrarla dallo strumento.

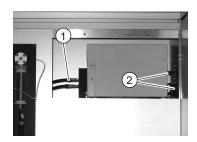
- ▶ Rimuovere le due viti di fissaggio.
- ▶ Rimuovere il cassetto del rilevatore.



8 | Pulizia e manutenzione Büchi Labortechnik AG

► Estrarre le viti dall'alloggiamento delle fibre ottiche del rilevatore.

▶ Rimuovere il cavo di alimentazione e il cavo di rete.



► Rimuovere il rilevatore dal relativo vano.

8.3 Valvola del regolatore di contropressione

Contattare il Servizio clienti BUCHI in caso di problemi con la valvola di frazionamento.

8.4 Valvola di frazionamento

Contattare il Servizio clienti BUCHI in caso di problemi con la valvola di frazionamento.

8.5 Separatori gas-liquido (GLS)



NOTA

Per evitare la contaminazione nelle frazioni raccolte, si raccomanda di lavare i separatori gas-liquido con una miscela di modificatore CO₂ dopo ogni ciclo.

- ➤ Spurgare ogni GLS per 30 secondi con un flusso totale di 150 mL/min e il 30% di contenuto del modificatore.
- ⇒ Se quest'accortezza non è sufficiente, pulirli manualmente.
- ▶ Rimuovere le coppette dei GLS e pulirle manualmente in un bagno a ultrasuoni con un solvente idoneo.



NOTA

Assicurarsi di non danneggiare l'isolamento.

- ► Esercitare una pressione verso l'alto sull'anello di serraggio del connettore del tubo flessibile.
- ► Estrarre il tubo flessibile con un movimento verso il basso senza applicare forza.
- ⇒ I tubi flessibili per frazioni provenienti dalle coppette dei GLS sono staccati.



- ► Esercitare una pressione verso l'alto sull'anello di serraggio del connettore del tubo flessibile.
- ► Estrarre il tubo flessibile con un movimento verso il basso senza applicare forza.
- □ I tubi flessibili per frazioni provenienti dal connettore passaparete sono staccati.
- ➤ Posizionare una chiave da 16 mm sulle superfici metalliche sopra il connettore del tubo flessibile.
- ▶ Allentare le coppette dei GLS in senso orario.



- ▶ Svitare la coppetta del GLS con le mani.
- ► Rimuoverla. CAUTELA! Una coppetta del GLS pesa circa 1,2 kg.



- ▶ Pulire il GLS e le relative coppette con un solvente adatto.
- ▶ Pulire il GLS e le relative coppette con un panno privo di lanugine. CAUTELA! Non utilizzare solventi che possono intaccare il poliuretano (ad es., acetone). Prestare attenzione a non piegare il tubo capillare di ingresso del GLS.



- ▶ Posizionare le coppette del GLS.
- ▶ Avvitarle in senso antiorario con le mani.
- ➤ Serrare le coppette del GLS con una chiave da 16 mm in modo tale che possano essere svitate manualmente in seguito.

9 Interventi in caso di guasti

9.1 Risoluzione dei problemi

Problema	Possibile causa	Azione
Il computer non si avvia o il touch- screen rimane spen- to	La spina di alimentazione non è collegata.	► Collegare la spina di alimentazione.
	ii rasibile o i iiiteri attore aa	► Accendere il fusibile o
	tomatico FI è scattato.	l'interruttore FI.
	Computer o touchscreen difettoso.	► Contattare il Servizio clienti BUCHI.
L'indicatore sull'uni- tà di raffreddamen- to non si accende anche se lo stru- mento è acceso	La spina di alimentazione	► Collegare la spina di
	non è collegata.	alimentazione.
	L'unità di raffreddamento è difettosa	► Contattare il Servizio clienti BUCHI.
L'unità di raffredda- mento non si avvia	La comunicazione con lo strumento è interrotta.	► Verificare che il cavo dati sia collegato correttamente.
	L'unità di raffreddamento è difettosa.	► Contattare il Servizio clienti BUCHI.
	Erogazione idrica di raffred- damento interrotta o limita- ta.	► Controllare l'erogazione idrica di raffreddamento.
Pressione insolita- mente alta	Pompa difettosa.	Contattare il Servizio clienti BUCHI.
	Anomalia delle valvole	
	Anomalia della valvola.	
Bassa portata (pressione assente)	L'aspirazione della pompa non funziona (ad esempio, a causa di raccordi allentati sul tubo capillare di aspirazio- ne).	➤ Serrare i raccordi sul tubo capillare di aspirazione, aprire la valvola di spurgo e pompare a una portata elevata.
	Perdite nel sistema.	► Serrare i raccordi.
	Valvole di ritegno sporche.	▶ Pulire o sostituire le valvole di ritegno. Si veda il relativo manuale.
Perdita di CO ₂ in corrispondenza del- la testa della pompa	Raccordi allentati.	► Serrare i raccordi.
	Le guarnizioni della pompa ad alta pressione sono usurate.	► Sostituire le guarnizioni della pompa ad alta pressione. Si veda il relativo manuale.
Fluttuazione della pressione	Le valvole di ritegno sono sporche o usurate.	▶ Pulire o sostituire le valvole di ritegno. Si veda il relativo manuale.

Problema	Possibile causa	Azione
Le temperature im-	Elementi riscaldanti difetto-	► Contattare il Servizio clienti
postate non vengo-	si.	BUCHI.
no raggiunte	Termoregolatore difettoso.	

10 Messa fuori esercizio e smaltimento

10.1 Messa fuori esercizio

- ▶ Rimuovere tutti i solventi e i liquidi refrigeranti.
- ▶ Spegnere lo strumento e scollegarlo dall'alimentazione di rete.
- ▶ Pulire lo strumento.
- ▶ Rimuovere tutti i tubi e i cavi di comunicazione dal dispositivo.

10.2 Smaltimento

L'operatore è responsabile del corretto smaltimento dello strumento.

- ▶ Per lo smaltimento dell'apparecchiatura, attenersi alle normative e ai requisiti normativi locali in materia di smaltimento dei rifiuti.
- ▶ Per lo smaltimento, attenersi alle normative di smaltimento sui materiali usati. A tal proposito, si veda la sezione Capitolo 3.4 "Dati tecnici", pagina 22.

10.3 Restituzione dello strumento

Prima di spedire lo strumento contattare l'assistenza tecnica di BÜCHI Labortechnik AG.

https://www.buchi.com/contact

Büchi Labortechnik AG Appendice | 11

11 Appendice

11.1 Parti di ricambio e accessori

Utilizzare solo materiali di consumo e parti di ricambio originali BUCHI per garantire una funzionalità ottimale, affidabile e sicura del sistema.



NOTA

Eventuali modifiche alle parti di ricambio o alle unità sono ammesse solo previa autorizzazione scritta da parte di BUCHI.

