

STRUČNÝ NÁVOD NA OBSLUHU A ÚDRŽBU

FLASH CHROMATOGRAPH
puriFlas Gen 5

Ver. 181203

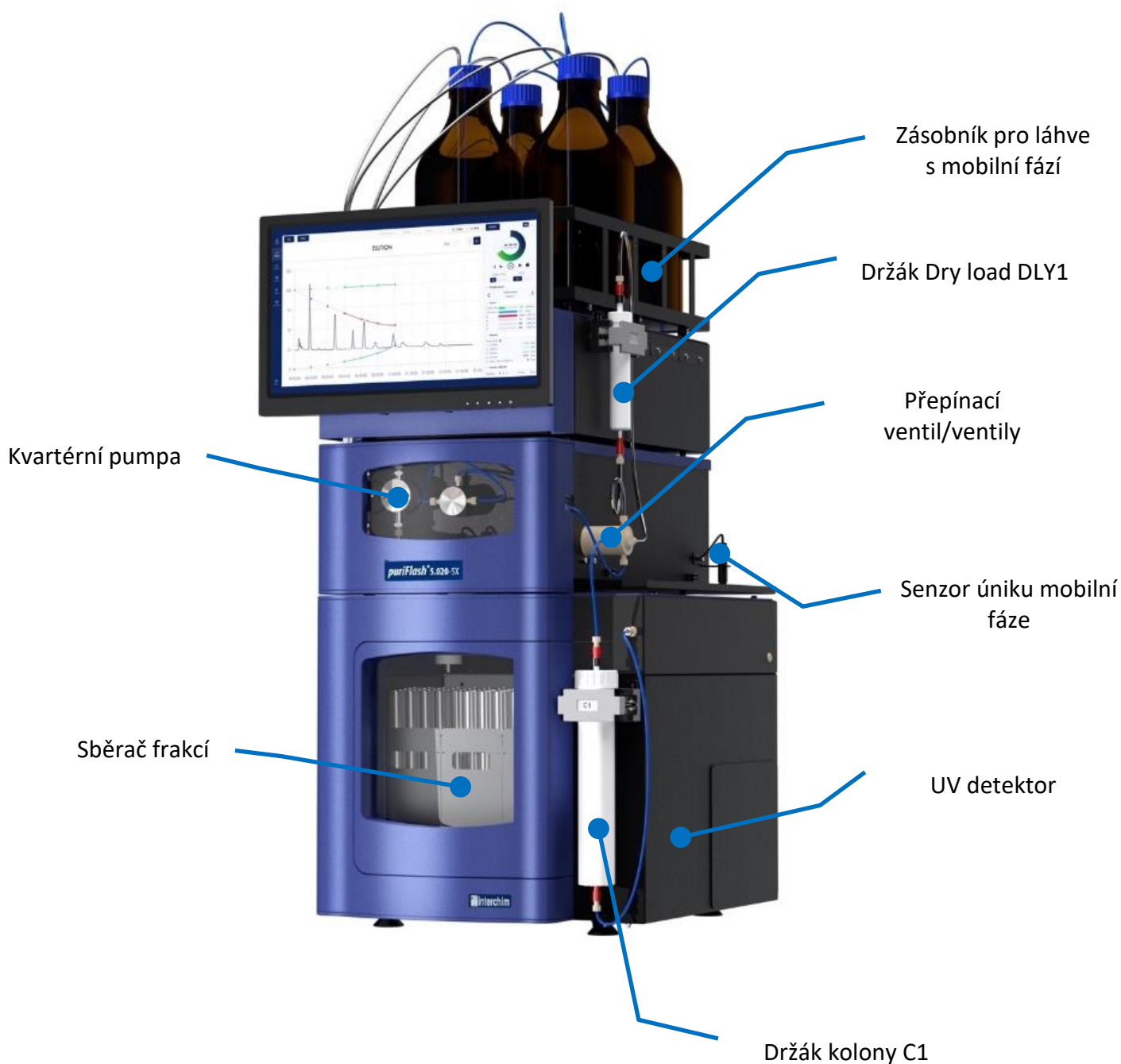
Chromservis s.r.o.
Jakobiho 327
109 00 Praha 10 – Petrovice
Česká republika

Chromservis SK s.r.o.
Nobelova 34
831 02 Bratislava
Slovenská republika

©Chromservis s.r.o. 2018

1. Popis

Flash chromatograf puriFlash Gen5 je preparativní chromatograf určený pro čištění organických sloučenin na preparativních nebo flash kolonách (v závislosti na tlaku, který vyplývá z modelu přístroje).



Flash chromatograf je ovládaný pomocí dotykového displeje, který je umístěn na čelní straně přístroje. V závislosti na konfiguraci může být vybavený 4cestným nebo 6cestným ventilem popř. kombinací 10cestného a 6cestného ventilu. Přístroj má držák kolony (C1) a Dry load (DLY1). V některých kombinacích může mít přístroj držáky na dvě kolony a dvě Dry load kolony.

1.1. Senzor úniku mobilní fáze

Přístroj je vybavený kapacitními senzory úniku mobilní fáze z kvartérního čerpadla, ventilů, detektoru a sběrače frakcí. Senzory v základním režimu svítí zeleně. Rozsvítí-li se červeně, je zaznamenán únik kapaliny. Ten je signalizován i varovným hlášením softwaru. Pozici senzoru a jeho citlivost lze seřídit. Nicméně senzory jsou již nastaveny pro optimální provoz již z výroby.

1.2. Hlídání hladiny rozpouštědla

Do zásobníku mobilní fáze jsou vloženy dvě hadičky stejné barvy. Jedna slouží pro nasávání rozpouštědla pumpou, druhá vede k tlakovému senzoru, který hlídá hladinu rozpouštědla. V případě poklesu hladiny o méně než cca 3 cm nad ukončením hadičky tlakového senzoru systém nahlásí varování, že došlo k poklesu hladiny mobilní fáze. V takovém případě doplňte rozpouštědlo a potvrďte varování na displeji.

Obdobně je systém vybavený monitorováním naplnění láhve s odpadem.

1.3. RFID

Flash chromatograf je vybavený čtečkami RFID čipů zásobníků se zkumavkami, kolonek, kolonek Dry load a dávkovacích smyček. Při vložení zásobníku se zkumavkami systém automaticky rozpozná jeho přítomnost. Obdobně funguje i rozpoznávání kolonek.

Nepoužíváte-li kolonky s RFID čipem, je nutné v metodě purifikace vybrat z knihovny odpovídající typ kolonky. Systém pak automaticky nastaví vhodný průtok, parametry kondicionování a maximální povolený tlak. Databázi kolonek lze doplnit o vlastní kolonky a nastavovat vlastní filtry, aby se zobrazil menší seznam používaných kolon.

1.4. Osvětlení sběrače frakcí

Sběrač frakcí je vybavený LED osvětlením, které signalizuje jeho stav.

- Zelená – probíhá eluce
- Blikající zelená – systém vyžaduje připravení/nadávkování vzorku
- Modrá – systém je v pohotovosti
- Blikající červená – chybové hlášení

1.5. Detektory

Flash chromatograf je standardně vybavený DAD detektorem 200-400 nm. Volitelně může být osazený DAD detektorem 200-800 nm nebo ELSD detektorem. DAD detektor je umístěný na pravé straně přístroje, ELSD je umístěný na levé straně chromatografu. Přístup k detektorům je snadný - odklopením krytu přichyceného magnety.

2. Ovládání

Flash chromatograf je plně řízený SW InterSoftX, který je nainstalovaný na integrovaném PC. Uživatelské rozhraní je prostřednictvím dotykového displeje.

2.1. Tvorba purifikační metody

K vytvoření a používání metody pro čištění vzorků slouží dialogové okno Method:

The screenshot shows the 'Method' dialog window in InterSoftX. It is divided into several sections: SOLVENT, COLUMN, INJECTION, STOP MODE, ELUTION, DETECTION, and FRACTION COLLECTION. The interface includes a sidebar with icons for Profile, Settings, Method, Purge, Live run, Data, and Interchim. The main area contains various controls and tables for configuring the chromatographic method. Blue lines with circular endpoints point from text labels to specific elements in the interface.

Time	Flowrate (ml/min)	% A	% B
00:00	3	100	0
01:07	3	100	0
05:50	1.25	100	0

Time	Flowrate (ml/min)	% A	% B
00:00	15	100	0
05:00	15	100	0

Channel	Threshold	Col
1 UV 1	254 nm	10 mAU
2 UV 2	280 nm	10 mAU
3 UV 3	260 nm	10 mAU
4 UV 4	232 nm	10 mAU
5 UV SCAN	200 - 400 nm	10 mAU
6 UV	- 400 nm	10 mAU

RACK	Volume
RACK 18 x 50	50
RACK 18 x 150	150
RACK 18 x 150	150

Lišta dialogových oken

Nastavení rozpouštědel

Nastavení kolony

Eluční tabulka

Definice signálů

Definice dávkování vzorku

Nastavení ukončení metody

Nastavení sběru frakcí

Stavový pruh

V okně SOLVENT je možné nadefinovat kvarterní gradient. Z databáze rozpouštědel vyberte požadované rozpouštědlo na pozici A, B, C nebo D a posuvník u abecedního označení rozpouštědla posuňte doprava. Tím se aktivuje použití daného rozpouštědla v metodě.

Position	Solvent	Volume
A	Cyclohexane	439 ml
B	Ethyl acetate	36 ml
C	Dichloromethane	0 ml
D	Methanol	0 ml

Dialogové okno COLUMN je určeno pro výběr purifikační kolony a kolony Dryload se vzorkem. Jsou-li tyto kolony vybaveny RFID čipem, systém je automaticky rozpozná. Používáte-li kolony bez RFID čipu, je nutné je nadefinovat výběrem z knihovny kolon. Knihovnu lze v nastavení omezit filtrem, aby se v nabídce zobrazovaly pouze kolony, se kterými pracujete.

Parameter	Value
Column Type	CT-20I-AF0004
Column Number	1
X2	☐
Optimum Flowrate	15.0 ml/min
Max. Pressure	22 bar
Equilibration	Optimum, 00:06:35

Okno INJECTION slouží k nastavení dávkování vzorku. Vzorek lze dávkovat (v závislosti na konfiguraci přístroje) několika způsoby:

- adsorbováním vzorku na kolonku a následnou elucí (automaticky nebo manuálně)
- nastříknutí vzorku stříkačkou dávkováním přes dávkovací smyčku
- externím čerpadlem (při velkém objemu vzorku)

Parameter	Value
Mode	Injection valve
Auto	☐
Dryload	PF-DLE-F0004

Při dávkování vzorku je důležité správné nastavení režimu WAIT nebo AUTO. WAIT znamená, že přístroj se po kondicionování kolony zastaví a vyzve uživatele k nadávkování vzorku. Režim AUTO tuto výzvu nedělá a pracuje kontinuálně.

Dialogové okno ELUTION obsahuje vlastní metodu eluce a to jak pro kondicionování (Equilibration) nebo pro vlastní purifikaci (Method). Kondicionování může probíhat v následujících režimech:

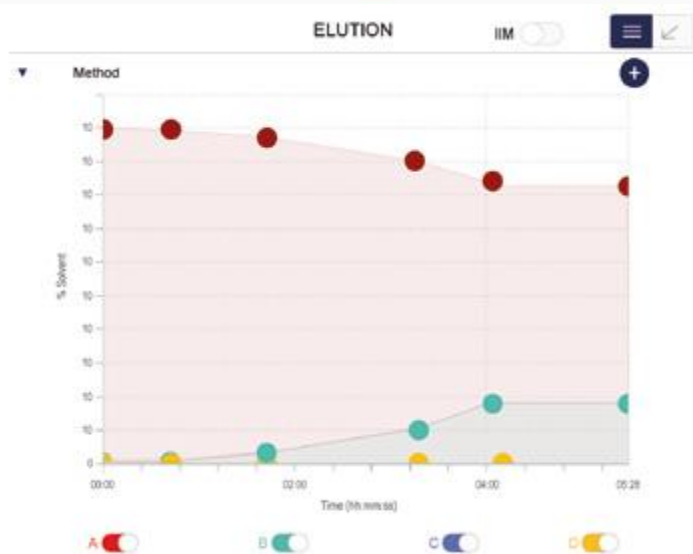
- Automatic (automaticky nastavené podle použité purifikační kolony)
- Advanced (automaticky nastavené podle použité purifikační kolony s možností editace)
- Free (zcela volně nastavitelné uživatelem)
- None (bez kondicionování)

Metodu lze tvořit v tabulce nebo graficky (přepínací ikony jsou umístěny v pravém horním okně dialogového okna ELUTION). Řádky metody lze přidávat tlačítkem +. V tabulce se hodnoty mění přímo kliknutím na daný parametr, v grafickém zobrazení posouváním počátečního/koncového bodu gradientu.

ELUTION IIM ☐

Method +

Time	Flowrate (ml/min)	%A	%B	%C	%D
00:00	75	99.5	0.5	0	0
00:43	75	99.2	0.8	0	0
01:43	75	97.1	2.9	0	0
03:18	75	89.7	10.3	0	0
04:10	75	82.2	17.8	0	0
05:28	75	82.2	17.8	0	0



Dialogové okno DETECTION umožňuje:

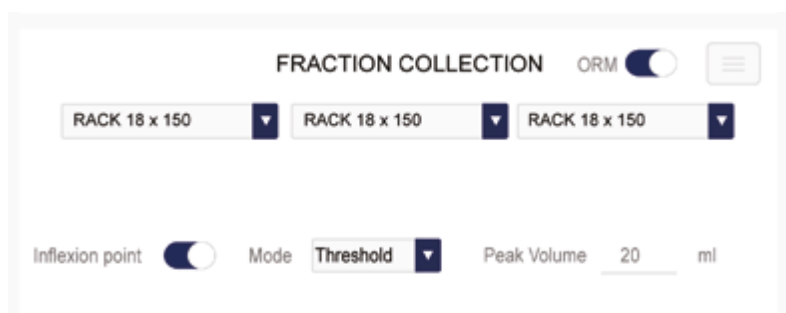
- Zobrazení až 6 paralelních signálů (aktivují se posuvníkem vedle pořadového čísla signálu).
- Nastavení vlnové délky pro DAD detektor (v signálu Scan lze definovat rozsah vlnových délek)
- Nastavení hodnoty Threshold, která definuje, nad jakou hranicí daného signálu se sbírají frakce
- Aktivovat signál, podle kterého se sbírají frakce (posuvníkem vedle hodnoty Threshold).

DETECTION					
	Channel		Threshold	Coll.	
1.	☒ UV	254 nm	10 mAU	☒	
2.	☒ UV	260 nm	10 mAU	☐	
3.	☒ UV	280 nm	5 mAU	☐	
4.	☒ UV	230 nm	10 mAU	☐	
5.	☒ UV SCAN 200	400 nm	10 mAU	☐	
6.	☐	400 nm	400 nm	☐	

Okno FRACTION COLLECTION zobrazuje zásobníky zkumavek, jejich velikosti a způsob sběru frakcí.

Frakce lze sbírat podle těchto kritérií:

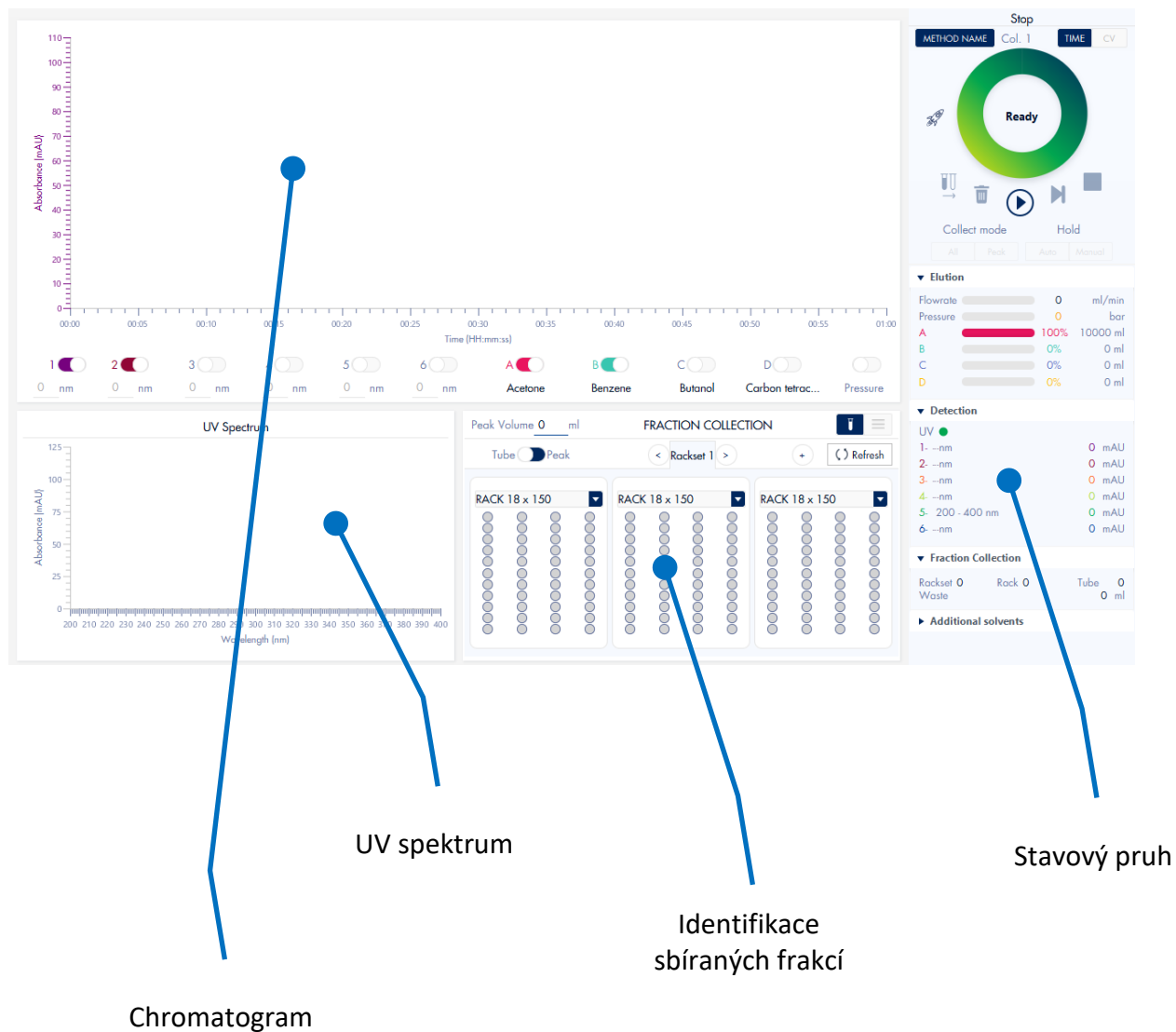
- All (všechny frakce bez ohledu na signál). V tomto režimu lze definovat maximální objem plnění zkumavky
- Tabulkou s časovou osou a objemy frakcí, které uživatel požaduje
- V závislosti na průběhu signálu. Sbírají se pouze frakce nad limitní hodnotou Threshold. Je-li zaškrtnuto Local, znamená to, že dojde-li nad limitní hodnotou signálu k identifikaci dalšího píku, sběrač frakcí automaticky přepne sběr do další zkumavky.



Stavové okno zobrazuje průběh purifikace s časem, eluční podmínky, jednotlivé hodnoty signálů detektorů a sběr frakcí s jejich identifikací včetně zobrazení nasbíraného objemu. V této části lze i přepínat mezi zobrazením CV (objem kolony) a TIME (retenční čas).

2.2. Zobrazení chromatogramu

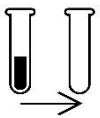
Okno Live run zobrazuje průběh purifikace.



V průběhu purifikace systém zobrazuje chromatogram, on-line UV spektrum a přehled sbíraných frakcí včetně číselného a barevného kódování. Číselné kódování využívá systém značení „R.T“, kde R označuje číslo zásobníku (rack) a T zobrazuje pořadové číslo zkumavky (tube).

Uživatel může zapínat/vypínat zobrazované signály detektorů a současně i gradientu mobilní fáze.

Ve stavovém pruhu jsou ikony, které mají následující funkce:

	Ukončí sběr frakcí a rozpouštědlo bude nasměrováno do odpadu
	Automaticky zvýší průtok v závislosti na použité koloně a mobilní fázi (je-li aktivní funkce Boost&Go) nebo zvýší/sníží průtok o definovanou hodnotu.
	Pokud systém nesbírá frakce, kliknutím na tuto ikonu spustíte ručně sběr frakcí. Pokud chromatograf sbírá frakce, kliknutím na tuto ikonu posunete sběr do následující zkumavky.
	Tato ikona spouští metodu.
	Kliknutím na tuto ikonu metodu zastavíte.
	Tato funkce slouží k přidržení gradientu. Je vhodná v případě, kdy dochází k eluci čištěné sloučeniny.

3. Převod metody z TLC

K převodu metody slouží aplikace „TLC to Flash“. Tu lze stáhnout v obchodech Google Play a App Store. Po jejím nainstalování postupujte podle průvodce. Pořizujete-li fotografii TLC desky, musí být fotoaparát kolmo k destičce, aby nedošlo ke zkreslení retenčních faktorů.

Na závěr vás průvodce vyzve k odeslání metody do Flash chromatografu. Aby tato funkce proběhla, musíte mít spárovaný telefon s chromatografem (komunikace Bluetooth).

4. Údržba

V rámci provozu přístroje doporučujeme dodržovat tyto zásady:

- Na začátku purifikace zkontrolujte, nedochází-li někde k úniku kapaliny
- Po ukončení purifikace systém propláchněte mobilní fází, aby nedošlo ke krystalizaci sloučenin uvnitř systému
- Používáte-li vlastní naplněné kolonky, nezapomeňte je zadat do databáze kolon v SW a nadefinovat maximální použitelný tlak a optimální průtok.

5. Servis

Záruční a pozáruční servis zajišťuje servisní středisko Chromservis s.r.o. V případě závady kontaktujte naše servisní pracovníky pomocí formuláře na www.chromservis.eu.