

Der HPLC im März

Liebe Leserinnen, liebe Leser,

einige von Ihnen dürfen es und haben auch die Zeit, bei kleinen Pumpen-Problemen selbst Hand an zu legen. Der nachfolgende Tipp ist für solche AnwenderInnen gedacht: Werner Röpke erklärt, wie man nach einer längeren Standzeit die Pumpe wieder „auf Vordermann“ bringt. Viel Spaß beim Lesen!

Ihr

Stavros Kromidas

## **Inbetriebnahme einer HPLC-Pumpe nach langer Stillstandzeit**

von Werner Röpke, Braunschweig

### **Das Problem**

In Routinelabors steht die HPLC ja praktisch nie still, abgesehen von Wochenenden, und selbst dann lässt der Anwender sie meistens mit ganz kleinem Fluss durchlaufen, damit sie am Montagmorgen sofort betriebsbereit ist.



In einem Labor an einer Universität kann es aber durchaus vorkommen, dass eine komplette Anlage ein oder zwei Semester außer Betrieb ist, weil gerade kein Projekt für die HPLC-Analytik ansteht.

Wenn dann der neue Doktorand kommt und mit seiner Arbeit beginnen will, geht erfahrungsgemäß erst mal gar nichts. Im ungünstigsten Fall hat der letzte Anwender einfach alles abgeschaltet und die Anlage nicht gespült – für die HPLC-Pumpe der GAU.

### **Die Lösung**

Möglichkeit 1: Den Kundendienst bestellen und die Pumpe komplett überholen lassen. Das ist die sicherste und teuerste Methode.

Möglichkeit 2: Selbst herausfinden, warum die Pumpe nicht fördert und sie mit einfachen Mitteln wieder in Gang setzen.

Wie funktioniert eine HPLC-Pumpe? Zwei Kolben werden über eine Nockenwelle vor und zurück bewegt (Ein-Kolbenpumpen sind sehr selten geworden). Sie bewegen sich in einem Kopf, der jeweils ein Ein- und ein Auslassventil hat. Mit jedem Kolbenhub wird eine kleine Menge Flüssigkeit angesaugt und in der Vorwärtsbewegung ausgestoßen, die Feinheiten der Regelung sollen an dieser Stelle nicht interessieren. Die Kolben gleiten in einer Dichtung, die den Kolbenraum nach außen abschließt, sonst könnte ja kein Druck aufgebaut werden.

Es ist völlig sinnlos, an dieser Stelle vorsorglich die Kolbendichtungen auszuwechseln, das hat Zeit!

Die wahrscheinlichste Fehlerursache sind nämlich die Kugelventile („check valves“). Sie bestehen aus einer Kugel, wie der Name schon erahnen lässt, und einem Gegenstück, dem Sitz. Wenn man ein Ventil zerlegt hat, macht sich die allgegenwärtige Gravitation bemerkbar und lässt die Kugel vom Tisch rollen, was für eine optimale Kugelform spricht. Ist es auch, denn diese Kugel ist aus einem synthetischen Saphir gefertigt und perfekt geschliffen. Die rote Farbe stammt von  $\text{Cr}^{3+}$ -Ionen, ein synthetischer Saphir ist eigentlich farblos. Einen technischen Grund hat das nicht, aber man findet die Kugel besser, wenn sie vom Tisch gerollt ist.



Das Gegenstück, der Sitz, ist farblos und ebenfalls aus Saphir. Die durchströmende Flüssigkeit hebt die Kugel vom Sitz, in der Gegenrichtung wird die Kugel auf den Sitz gepresst.

Manchmal sind die Ventile auch milchig-weiß, dann sind sie aus Zirkonium- oder Aluminiumoxid, die Funktionsweise ist die gleiche und nachfolgenden Hinweise gelten genauso.



Die Kugelventile sind heutzutage fast immer in einem kleinen Gehäuse verpresst und lassen sich nicht entnehmen. Das macht überhaupt nichts, denn wir wollen sie ja nicht anschauen, sondern nur reinigen.

Ein Ventil geht selten kaputt, es verschmutzt ganz einfach nur. Wurde ein winziger Fremdkörper angesaugt, legt er sich zwischen Kugel und Sitz und wird festgepresst. Bei Pumpen, die längere Zeit nicht in Betrieb waren, kleben manchmal nur die Kugeln auf dem Sitz

fest. Es gibt eine einfache Methode, die jeder Anwender selbst ausführen kann, um die Ventile wieder gängig zu machen, ohne die Pumpenköpfe zu zerlegen.

### **Gehen Sie folgendermaßen vor:**

Überprüfen Sie zuerst, ob die Ansaugfritte überhaupt durchlässig ist: Die Fritte in einen Behälter mit Flüssigkeit legen, am Schlauch mit der Spritze ansaugen, den Schlauchausgang unter das Niveau der Fritte bringen. Es muss jetzt schwungvoll laufen. Haben Sie nur die geringsten Zweifel, werfen Sie die alte Fritte weg, es lohnt überhaupt nicht, hier zu sparen.

Montieren Sie den Ansaugschlauch wieder an der Pumpe und entlüften Sie den Schlauch wie üblich.

Lösen Sie die Verschraubung an den Auslassventilen und schalten Sie die Pumpe an. Das Motorengeräusch ist zu hören, aber es kommt keine Flüssigkeit aus den Ventilen. Weil schon die Einlassventile kleben, wird nichts angesaugt und damit auch nichts gefördert.

Manchmal hilft das Anheben des Eluentengefäßes, um etwas statischen Druck auf die Ventile zu geben, meistens hat das aber keinen Erfolg.

Nehmen Sie jetzt eine der üblichen Entlüftungsspritzen aus dem Zubehör der Pumpe und

schrauben sie diese in eines der Auslassentile, dann ziehen Sie kräftig den Kolben auf. Es kommt nichts? Dann sitzt das Einlassventil sehr fest. Verfahren Sie wie weiter unten beschrieben.

Es kommt Flüssigkeit? Dann sind jetzt die Ventile frei und Sie wiederholen den Vorgang auf der anderen Seite. Wenn Sie nun die Pumpe einschalten und auf einen Fluss von 5 ml/min stellen, sollte mit jedem Kolbenhub reichlich Flüssigkeit aus den Ventilen kommen. Es ist unmöglich, mit der Spritze Flüssigkeit anzusaugen? Dann kleben die Ventile sehr fest. Befestigen Sie die Spritze auf der Einlassseite der Pumpe und drücken Sie kräftig in die Pumpe hinein. Durch das Kolbenverhältnis Spritze=groß Ventil=klein können Sie einen sehr hohen Druck aufbauen, der die Ventilkugel mit Sicherheit vom Sitz losreißt.

Montieren Sie die Kapillaren wieder an den Auslassventilen und eine Restriktion an den Ausgang der Pumpe, welche einen Gegendruck von etwa 50 bar bei einem Fluss von 1 ml/min erzeugt. Die Ventile schließen nur bei Gegendruck richtig.

Der Pumpendruck wird jetzt wahrscheinlich um 20 bar oder mehr schwanken. Das heißt, es wird gefördert, aber die Ventile sind noch nicht sauber.

Setzen Sie einen Topf mit heißem Wasser an und geben Sie einen Schuss Haushalts-Essigreiniger hinein. Die Flüssigkeit sollte bei 1 ml/min bis zum nächsten Tag reichen.

Pumpen Sie nun diesen „Spezialreiniger“ durch die Pumpe, nicht ohne die Abschaltswelle auf 10 oder 20 bar zu setzen, damit die Pumpe keinesfalls Trockenlaufen kann. Wenn alles klappt, wird die Druckanzeige am nächsten Morgen stabil sein und die Pumpe ist einsatzbereit. Warum ist das so?

*Der Italiener Giovanni Battista Venturi entdeckte, dass sich die Fließgeschwindigkeit eines durch ein Rohr strömenden Fluids zu einem sich verändernden Rohrquerschnitt umgekehrt proportional verhält.*

Also auf gut deutsch: Da wo es eng ist, fließt es schneller.

Und am engsten ist es zwischen Ventilkugel und Sitz! Dort herrscht also eine sehr hohe Strömungsgeschwindigkeit, so dass alles, was an Schmutz dort ist, wie mit einem Hochdruckreiniger weggeblasen wird. Das dauert natürlich seine Zeit, deswegen lässt man die Pumpe sinnvollerweise über Nacht sich selbst reinigen.

Jetzt kommen wir endlich zu den Kolbendichtungen: Hat der Vorbenutzer keinen Puffer im System gelassen, sind die Chancen recht gut, dass die Dichtungen nicht kaputt sind, denn sonst würde es schon nach wenigen Minuten unter den Köpfen herauslaufen.

Hat die Pumpe allerdings jetzt nasse Füße, ist der richtige Zeitpunkt gekommen, die Dichtungen auszuwechseln und bei der Gelegenheit auch die Kolben zu inspizieren. Ist die Pumpe dicht, zeigt aber immer noch heftige Druckschwankungen, bestellen Sie neue Ventile! Nur wenn erhebliche Druckschwankungen *gleichzeitig* mit einer Leckage auftreten, ist die Kolbendichtung schuld, sonst nicht!

*P.S. Alle Bilder vom Autor. Die Pumpe ist übrigens eine Eigenkonstruktion von 1990, war ihrer Zeit etwas voraus. Leider konnten wir uns gegen die Großen auf dem Markt nie durchsetzen, so dass die Fertigung wegen zu kleiner Stückzahlen dann wieder eingestellt wurde.*