ХРОМАТОГРАФ ЖИДКОСТНЫЙ "ХРОМАТЭК-КРИСТАЛЛ ВЭЖХ 2014"

214.2.840.092РЭ

ДЕТЕКТОР КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

Редакция 16.08.2024

Оглавление

1 Важные указания 5

2 Введение 6

3 Описание и работа 7

3.1 Назначение 7

3.2 Технические характеристики 8

4 Устройство и работа 9

4.1 Принцип действия 9

4.2 Конструкция 11

4.2.1 Интерфейс внешнего управления 11
4.2.2 Кондуктометрическая ячейка 12
4.2.3 Подавитель электропроводности 13
4.2.4 Перистальтический насос 15
4.2.5 Регулятор давления 15

4.3 Световая индикация 17

5 Использование по назначению 18

5.1 Подключение жидкостных трубопроводов 18

5.1.1 Установка и подготовка к работе подавителя электропроводности с насосом перистальтическим 19
5.1.2 Пассивирование системы 21

5.2 Включение и подготовка к измерениям 22

6 Порядок работы 23

6.1 Подключение к ПК и соединение с ПО Хроматэк-Аналитик 23

6.2 Работа с детектором 23

6.3 Рекомендации по работе с детектором 26

6.3.1 Требования к воде 26
6.3.2 Рекомендации по работе с буферными растворами и с растворами электролитов 26
6.3.3 Использование мембранного подавителя электропроводности 27
6.3.4 Зависимость отклика от температуры измерительной ячейки 27

7 Техническое обслуживание 29

7.1 Промывка кондуктометрической ячейки 29

7.2 Удаление воздушных пузырей из ячейки 29

7.3 Регулировка перистальтического насоса 30

7.4 Замена трубки перистальтического насоса..... 30

7.5 Возможные неисправности и способы их устранения..... 31

8 Транспортирование и хранение.....33

9 Сведения о рекламациях 34

1 Важные указания

Указания, отмеченные такой рамкой, необходимо выполнять, чтобы исключить получение травм при работе с хроматографом или повреждение оборудования.



Данный символ предупреждает об опасности ожога.

Список сокращений:

ВЭЖХ	высокоэффективная жидкостная хроматография;
ПК	персональный компьютер;
РЭ	руководство по эксплуатации;
УФ	ультрафиолетовое излучение;
PEEK	полиэфирэфиркетон;
КД	Кондуктометрический детектор.

2 Введение

Настоящее руководство по эксплуатации (РЭ) предназначено для ознакомления с устройством и принципом работы детектора кондуктометрического для ВЭЖХ (далее – детектор), с указаниями по его правильной эксплуатации и техническому обслуживанию.

В соответствующих разделах руководства по эксплуатации приведены указания, которые необходимо выполнять при эксплуатации и обслуживании детектора.

В детекторе может быть установлено две измерительные ячейки для работы в двухканальном режиме.

По требованию детектор комплектуется подавителем электропроводности с перистальтическим насосом.

Дополнительные узлы поставляются в составе комплекта монтажных частей 214.4.075.274.

Источниками опасности в детекторе является напряжение питающей сети блока питания.

Перед началом эксплуатации детектора необходимо изучить раздел 1.2 руководства по эксплуатации 214.2.840.096РЭ.

3 Описание и работа



Рисунок 3.1 – Внешний вид кондуктометрического детектора

3.1 Назначение

Кондуктометрический детектор (КД) предназначен для регистрации и количественного определения положительных и отрицательных ионов в пробе. Принцип работы детектора основан на измерении проводимости подвижной фазы при протекании её через измерительную ячейку.

Детектор обладает высокой стабильностью работы за счёт поддержания температуры измерительной ячейки с высокой точностью и температурной стабилизации элюента перед подачей его в ячейку.

В детекторе реализована электронная система компенсации фоновой электропроводности подвижной фазы, а также функция автоматической установки "нуля" в начале анализа.

3.2 Технические характеристики

Таблица 3.1 – Технические характеристики кондуктометрического детектора

Параметр	**Значение**
Амплитуда шума, В	$1{,}1 \cdot 10^{-4}$
Дрейф нулевого сигнала, В/ч	$5{,}0 \cdot 10^{-2}$
Частота сбора данных, Гц	50, 10, 5, 1
Диапазоны проводимости, мкСм	0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10; 20; 50; 100; 200; 500; 1000; 2000; 5000; 10000
Температура измерительной ячейки, °С	30 – 80
Точность поддержания температуры, °С	0,1
Постоянная времени, с	0,1 – 2
Полярность	Положительная и отрицательная
Объём ячейки, мкл	4,9
Максимальное давление в ячейке, МПа	5
Аналоговый выход на интегратор, В	0 – 1
Материалы, контактирующие с подвижной фазой и пробой	Нержавеющая сталь AISI 316, PEEK, FEP
Дополнительные функции	Самодиагностика
	Установка "нуля"
	Смещение сигнала
Габаритные размеры (ширина, высота, глубина), мм, не более	385 X 170 X 580
Электрическое питание	(220 ± 22) В, (50 ± 2) Гц
Потребляемая мощность, Вт	40

4 Устройство и работа

4.1 Принцип действия

В растворах электролитов электричество переносится ионами, а величина удельной электропроводности зависит от концентрации и заряда ионов, а также от скорости их движения. Удельная электропроводность раствора электролита с известной концентрацией может быть рассчитана по следующей формуле:

$$G = \frac{\lambda C}{10^{-3}},$$

Где:

G – проводимость раствора, См;

C – концентрация эквивалентов на 1000 см^3;

K – постоянная кондуктометрической ячейки;

λ – эквивалентная электропроводность, См·см^2·экв$^{-1}$.

Эквивалентная электропроводность определяется степенью диссоциации электролита и скоростью движения ионов. Так как скорости движения ионов очень малы, на практике часто используют понятие подвижности ионов, которая равна произведению скорости на постоянную Фарадея.

$$\lambda = \alpha F(v_- + v_+) = \alpha(\lambda_- + \lambda_+)$$

При бесконечно большом разбавлении эквивалентная электропроводность стремится к наибольшему значению.

$$\lambda^0 = \lambda_-^0 + \lambda_+^0$$

В таблице ниже приведена предельная удельная электропроводность (подвижность) некоторых ионов в водных растворах.

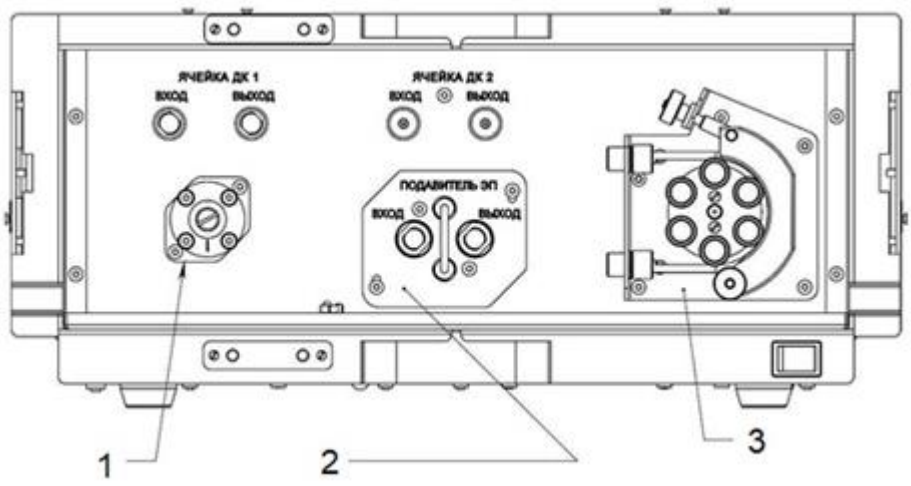
Таблица 4.1 – Удельная электропроводность некоторых ионов

Катион	**λ^0**	**Анион**	**λ^0**
H^+	349,8	OH^-	198,3
NH_4^+	73,6	½ $[Fe(CN)_6]^{2-}$	110,5
K^+	73,5	⅓ $[Fe(CN)_6]^{3-}$	100,9
½ Pb^{2+}	70,0	½ CrO_4^{2-}	85,0
⅓ Fe3+	68,0	½ SO42-	80,0
½ Ba2+	63,6	I-	78,8
⅓ Al3+	63,0	Br-	78,1
Катион	**λ^0**	**Анион**	**λ^0**
Ag^+	61,9	Cl^-	76,4
½ Ca^{2+}	59,5	½ $C_2O_4^{2-}$	74,0
½ Sr^{2+}	59,5	NO_3^-	71,5
½ Cu^{2+}	56,6	½ CO_3^{2-}	69,3
½ Cd^{2+}	54,0	HS^-	65,0
½ Fe^{2+}	53,5	ClO_4^-	64,5
½ Mn^{2+}	53,5	F^-	55,4
½ Mg^{2+}	53,1	HCO_3^-	44,5
Na^+	50,1	CH_3COO^-	40,9
Li^+	38,7	$C_6H_5COO^-$	32,3

Электропроводность растворов электролитов сильно зависит от температуры раствора. Известно, что изменение температуры на 1 °С вызывает изменение величины электропроводности на 1,5 – 2 %.

4.2 Конструкция

Базовое исполнение детектора включает в себя одну измерительную ячейку. По заказу детектор комплектуется двумя измерительными ячейками, подавителем фоновой электропроводности с перистальтическим насосом и регулятором давления (рисунок 4.1).



1 – регулятор давления 214.5.157.019, 2 – подавитель электропроводности 214.5.189.011, 3 – насос 214.5.8583.075

Рисунок 4.1 – Кондуктометрическая ячейка

На задней панели детектора имеется разъём для подключения кабеля питания 220 В, держатели предохранителей, клемма заземления, разъём интерфейса LAN для подключения детектора к ПК, разъём внешнего управления и разъём аналогового выхода для подключения к внешнему интегратору или планшетному самописцу.

4.2.1 Интерфейс внешнего управления

"AUTOZERO" – установка нуля.

"INVERSE" – инвертирование выходного сигнала.

"START_OUT" – выход сигнала старта анализа.

"START_IN" – вход сигнала старта анализа.

ВНЕШНЕЕ УПРАВЛЕНИЕ

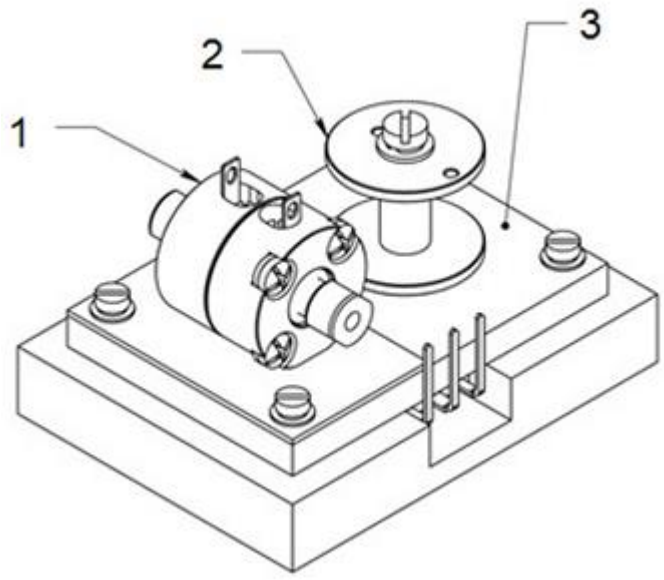
Цепь	Конт
AUTOZERO	1
INVERSE	2
GND	3
AUTOZERO2	4
INVERSE2	5
GND	6
START_OUT	7
START_OUT_RET	8
START_IN	9

Рисунок 4.2 – Электрическая схема интерфейса внешнего управления

4.2.2 Кондуктометрическая ячейка

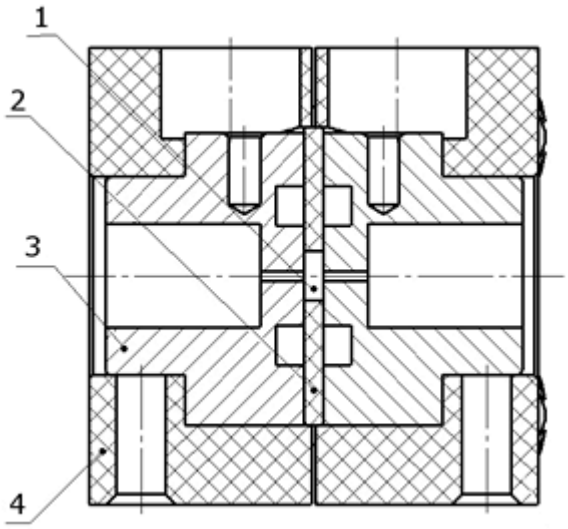
Кондуктометрическая ячейка расположена в термостатированном кожухе, который обеспечивает постоянство температуры с точность 0,1 °С. Перед попаданием в ячейку элюент проходит через линию термостатирования, которая представляет собой капилляр FEP с внутренним диаметром 0,25 мм, закреплённый на металлическом нагревателе. Термостат ячейки с линией нагрева элюента обеспечивают высокую стабильность работы детектора и высокие метрологические характеристики.

Конструкция термостата с кондуктометрической ячейкой и линией нагрева элюента показана на рисунке 4.3.



1 – измерительная ячейка, 2 – нагреватель для линии термостатирования, 3 – нагреватель

Рисунок 4.3 – Термостат ячейки кондуктометрической



1 – измерительная камера, 2 – изолятор, 3 – электрод, 4 – корпус

Рисунок 4.4 – Кондуктометрическая ячейка

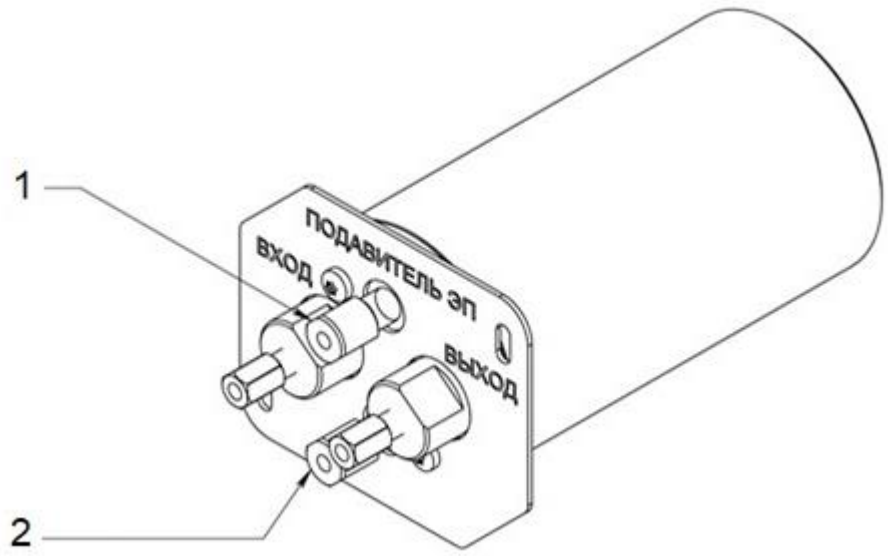
Схема измерительной ячейки показана на рисунке 4.4. Внутренняя полость ячейки образована двумя электродами, изолированными кольцом из PEEK. Герметичность ячейки обеспечивается двумя уплотнительными кольцами. Внутренний объём ячейки – 5 мкл.

4.2.3 Подавитель электропроводности

Подавитель электропроводности 214.5.189.011 выполнен в виде ёмкости, внутри которой расположен ионообменный капилляр. Объём подавителя заполнен регенерирующим раствором. На крышке подавителя расположены входной и выходной штуцеры подавителя и два штуцера для прокачки регенерирующего раствора.

Таблица 4.2 – Характеристики подавителя электропроводности

Параметр	**Значение**
Мёртвый объём, не более	150 мкл
Максимальное рабочее давление	9 бар
Диапазон потоков элюента через подавитель	0,5 – 2 мл/мин
Концентрация регенерирующего раствора (H_2SO_4)	0,05 – 0,1 М



1 – вход регенерирующего раствора, 2 – выход регенерирующего раствора

Рисунок 4.5 – Подавитель электропроводности

Принцип действия подавителя электропроводности основан на селективной проводимости ионов ионообменной мембраной, помещённой в раствор серной кислоты. В процессе работы регенерирующий раствор непрерывно прокачивается через внешнее пространство при помощи перистальтического насоса.

Рекомендации по приготовлению регенерирующего раствора:

- при анализе анионов с концентрациями 0,2 – 0,5 мг/л рекомендуется концентрация регенерирующего раствора 0,02 – 0,05 М;
- при анализе проб с более низкими концентрациями анионов или при работе со скоростями потока менее 1 мл/мин, рекомендуется использовать концентрацию регенерирующего раствора 0,01 – 0,02 М.

В процессе длительной работы подавителя электропроводности возможно ухудшение его характеристик из-за загрязнения ионообменного капилляра. Для восстановления исходных характеристик капилляра рекомендуется выполнять его промывку (смотри раздел 7).

Не допускайте высыхания ионообменного капилляра, это может привести к выходу его из строя.

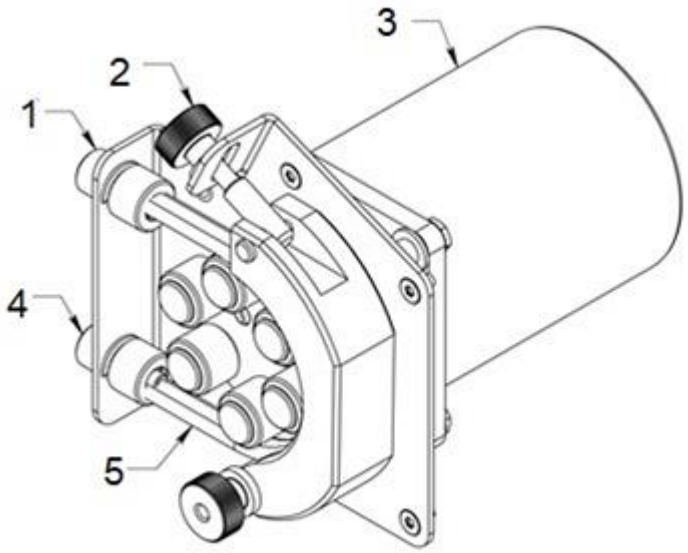
Хранить подавитель электропроводности рекомендуется заполненным деионизованной водой в холодильнике при температуре от плюс 5 до плюс 10 °С.

Не допускайте замерзания ионообменного капилляра.

Процесс установки подавителя электропроводности и подготовки к работе описан в разделе 4.

4.2.4 Перистальтический насос

Насос перистальтический (шланговый) 214.5.883.075 предназначен для непрерывной прокачки регенерирующего раствора через объём подавителя электропроводности, в котором расположен ионообменный капилляр.



1 – выходной штуцер, 2 – регулировочный винт, 3 – электродвигатель, 4 – входной штуцер, 5 – шланг

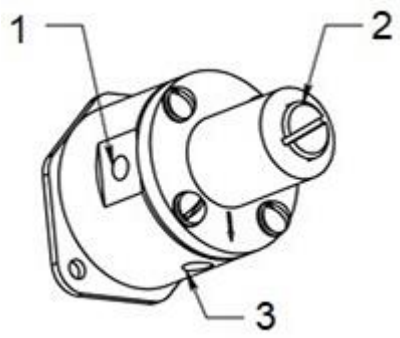
Рисунок 4.6 – Насос перистальтический

Перистальтический насос состоит из диска с подвижными роликами, шланга и регулируемой прижимной скобы. Вращение диска с роликами обеспечивается шаговым двигателем. Настройка прижима скобы осуществляется регулировочным винтом (рисунок 4.6).

После установки насоса или после замены шланга необходимо отрегулировать прижим скобы насоса. Ниже описан способ настройки насоса. Процедура установки насоса описана в разделе 5.

4.2.5 Регулятор давления

Регулятор давления 214.5.157.019 предназначен для защиты от превышения давления в подавителе фоновой электропроводности. Максимальное рабочее давление подавителя – 9 бар. Превышение давления в подавителе может привести к разрыву ионообменного капилляра, поэтому при использовании подавителя электропроводности при анализе анионов рекомендуется использовать предварительно настроенный регулятор давления.



1 – входной штуцер, 2 – регулировочный винт сливной штуцер, 3 – сливной штуцер

Рисунок 4.7 – Регулятор давления 214.5.157.019

Регулятор давления имеет входной и выходной штуцера, а также сливной штуцер (обозначен стрелкой). Подключите регулятор давления согласно схеме, показанной на рисунке 5.1. Перед использованием необходимо произвести настройку регулятора (в том случае, когда регулятор давления устанавливается на заводе, он настраивается производителем). Ниже описана процедура настройки регулятора давления.

Последовательность действий:

- Подключите выход насоса ВЭЖХ к входу регулятора давления 214.5.157.019 капилляром как можно меньшей длины и внутренним диаметром не менее 0,25 мм;
- Выход регулятора давления заглушите гайкой 214.8.939.039;
- Задайте поток элюента 0,05 мл/мин и дождитесь, пока давление стабилизируется (несколько минут);
- По показаниям датчика давления насоса зафиксируйте значение давления и, вращая регулировочный винт, добейтесь показаний давления ~ 0,6 МПа. При закручивании регулировочного винта давление будет увеличиваться, при выкручивании – уменьшаться.

4.3 Световая индикация

На фронтальной панели детекторов имеются четыре светодиодных индикатора.



"СЕТЬ" – зелёный индикатор активен при включении прибора в сеть.

"СОЕДИНЕНИЕ" – зелёный индикатор горит если прибор подключён, мигает если подключение отсутствует.

"ГОТОВНОСТЬ / АНАЛИЗ" – жёлтый индикатор горит если прибор готов к анализу, мигает во время анализа.

"АВАРИЯ" – красный индикатор загорается в случае возникновения ошибки.

5 Использование по назначению

5.1 Подключение жидкостных трубопроводов

Детектор может поставляться с одной или с двумя измерительными ячейками ДК 214.5.189.005 (1 или 2 измерительных канала). Для анализа анионов, детектор комплектуется проточным подавителем электропроводности 214.5.189.011.

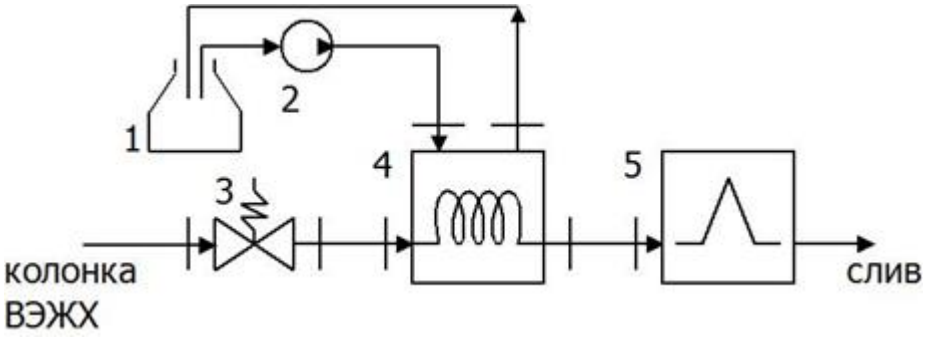
В одноканальном исполнении детектора на передней панели расположены два штуцера для подключения жидкостных трубопроводов к ячейке кондуктометрической: "ВХОД" и "ВЫХОД". При наличии двух измерительных ячеек соответствующие штуцеры имеются и для второй ячейки.

При использовании детектора без подавителя фоновой электропроводности (анализ катионов), подключите трубопровод, идущий от колонки к штуцеру "ВХОД". К штуцеру "ВЫХОД" подключите выходной трубопровод, второй конец которого поместите в ёмкость для слива. Для слива используйте трубопровод FEP с внутренним диаметром 0,5 мм из комплекта ЗИП детектора 214.4.060.213.

Не рекомендуется подключать к выходу кондуктометрического детектора трубопроводы с большим гидросопротивлением (очень тонкие капилляры или капилляры большой длины), чтобы не создавать чрезмерное давление внутри измерительной ячейки.

Если детектор используется со встроенным подавителем электропроводности, необходимо установить и подготовить к работе подавитель электропроводности. Процесс установки и подготовки подавителя электропроводности к работе описан в данном разделе.

После установки подавителя электропроводности, выполните коммутацию узлов детектора согласно рисунку 5.1.



1 – бутыль с регенерирующим раствором, 2 – насос перистальтический, 3 – регулятор давления, 4 – подавитель электропроводности, 5 – ячейка кондуктометрическая

Рисунок 5.1 – Схема детектора кондуктометрического

Капилляр, идущий от хроматографической колонки, соедините с входным штуцером регулятора давления (3).

При помощи капилляра FEP с внутренним диаметром 0,25 мм (из комплекта ЗИП детектора 214.4.060.213) соедините выход регулятора давления 214.5.157.019 с входным штуцером подавителя электропроводности (4), а выход подавителя электропроводности с входом кондуктометрической ячейки (5). К выходному штуцеру кондуктометрической ячейки подключите сливной капилляр FEP с внутренним диаметром 0,5 мм (из комплекта ЗИП детектора 214.4.060.213).

Включите насос перистальтический, изменив соответствующий параметр во вкладке "Конфигурация" панели управления (смотрите раздел 6) и убедитесь, что регенерирующий раствор циркулирует через подавитель электропроводности. При необходимости, отрегулируйте насос.

5.1.1 Установка и подготовка к работе подавителя электропроводности с насосом перистальтическим

Установка и подготовка к работе подавителя электропроводности 214.5.189.011 включает в себя следующие этапы:

- проверка давления на предохранительном клапане (описано в п. 4.2.5)
- заполнение подавителя электропроводности 214.5.189.011 раствором серной кислоты;
- установка подавителя электропроводности в детекторе;
- установка и регулировка насоса перистальтического 214.5.883.075;
- коммутация системы циркуляции регенерирующего раствора.

Заполнение подавителя электропроводности раствором серной кислоты и установка в детекторе

Транспортировка подавителя электропроводности 214.5.189.011 осуществляется в заполненном состоянии. Для предотвращения замерзания ёмкость заполняется смесью воды и изопропанола, а вход и выход замкнуты трубкой. Перед установкой необходимо заполнить подавитель раствором серной кислоты.

Последовательность действий:

- Подготовьте раствор серной кислоты с концентрацией, указанной в таблице 4.2;
- Выкрутите гайку, уплотняющую трубку в выходном (верхнем) штуцере (рисунок 4.6);
- Открутите крышку подавителя электропроводности и извлеките катушку с капилляром;
- Слейте жидкость из ёмкости и сполосните её водой. Капилляр также сполосните водой;
- Заполните ёмкость регенерирующим раствором примерно на 2/3 объёма;
- Закрутите крышку. Если в ёмкости окажется слишком много регенерирующего раствора, он может выходить из свободного штуцера;
- К свободному штуцеру (выходному) подключите трубку FEP 3,18 при помощи гайки 214.8.939.045, муфты 214.8.658.082 и втулки 214.8.224.079 (рисунок 5.2);
- Если на лицевой панели детектора установлена заглушка, необходимо её снять, открутив все винты;

- Установите подавитель электропроводности в детекторе и закрепите при помощи двух винтов М3, которыми была закреплена заглушка. Следите, чтобы раствор не вытекал из подавителя по трубкам.

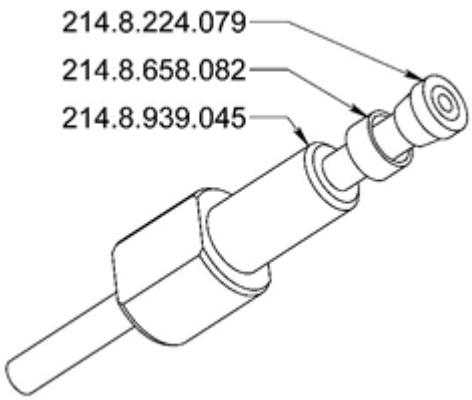
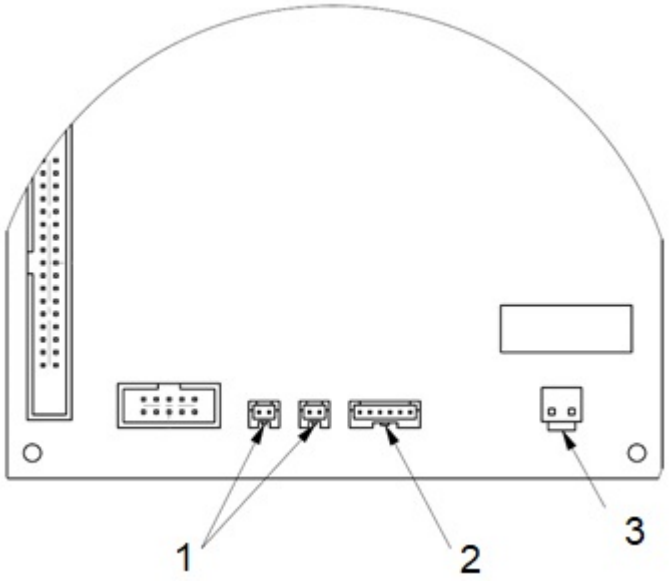


Рисунок 5.2 – Уплотнение трубопровода с диаметром 3,18 мм

Установка насоса перистальтического и регулятора давления

Последовательность действий:

- Если на лицевой панели детектора установлена заглушка, необходимо её снять, открутив все винты;
- Перед установкой насоса 214.5.883.075 соедините электрический кабель. Если насос устанавливается впервые, необходимо подключить кабель 214.6.644.771 из комплекта ЗИП насоса 214.4.060.270 к плате контроллера (рисунок 5.3);
- Установите насос двигателем внутрь как показано на рисунке 4.1 и закрепите при помощи винтов из комплекта ЗИП насоса 214.4.060.270;
- Отрегулируйте насос согласно инструкции, приведённой в разделе 7.



1 – датчик утечки, 2 – насос перистальтический, 3 – напряжение питания

Рисунок 5.3 – Расположение разъёмов на плате контроллера

Коммутация системы циркуляции регенерирующего раствора

Последовательность действий:

- Входной штуцер подавителя электропроводности 214.5.189.011 соедините с выходным штуцером перистальтического насоса 214.5.883.075 при помощи трубки FEP диаметром 3.18 мм;
- Свободный конец трубки, подключённой к выходу подавителя электропроводности, поместите в бутыль с раствором серной кислоты;
- Свободный конец трубки, подключённой к входу насоса перистальтического, поместите в бутыль с раствором серной кислоты;
- Включите насос и убедитесь, что раствор циркулирует по контуру и отсутствуют утечки в местах соединений.

5.1.2 Пассивирование системы

Пассивирование системы перед использованием предназначено для устранения возможных загрязнений с поверхностей, соприкасающихся с подвижной фазой (трубопроводы, кондуктометрическая ячейка). Пассивирование рекомендуется выполнять перед первым использованием детектора, а также при подозрении о наличии загрязнений в системе.

Последовательность действий:

- Отсоедините хроматографическую колонку и установите вместо неё переходник;
- Если детектор ранее использовался, промойте всю систему водой для того, чтобы удалить оставшиеся растворители и соли;
- Включите кондуктометрический детектор;
- Прокачивайте через систему 6 Н азотную кислоту (HNO_3) в течение 20 минут при потоке 1 мл/мин;
- Промойте всю систему деионизированной водой не менее 20 минут при потоке 1 мл/мин (при этом фоновый сигнал детектора должен уменьшаться);
- После промывки заполните кондуктометрическую ячейку метанолом и оставьте на несколько часов (на ночь);
- После проведение описанной процедуры детектор готов к использованию.

5.2 Включение и подготовка к измерениям

После подключения трубопроводов включите детектор и задайте режим в окне ПО "Хроматэк-Аналитик".

Температуру термостата кондуктометрической ячейки рекомендуется задавать не менее чем на 5 °С выше температуры в лаборатории для обеспечения высокой стабильности температуры.

Кондуктометрическому детектору требуется не менее 30 минут для выхода на рабочий режим. Высокая стабильность работы обеспечивается через 1 час после включения и задания режима хроматографа.

О готовности детектора к проведению измерений можно судить по дрейфу нулевой линии. Считается, что детектор готов к измерениям, когда сигнал стабилизируется и дрейф стремится к нулю.

6 Порядок работы

6.1 Подключение к ПК и соединение с ПО Хроматэк-Аналитик

Соединение детектора с ПК осуществляется по интерфейсу Ethernet. Для подключения детектора к компьютеру один конец интерфейсного кабеля из комплекта ЗИП вставьте в гнездо LAN на задней панели детектора, другой конец соедините с концентратором LAN, который подключён к сетевой плате компьютера.

Перед запуском ПО Хроматэк-Аналитик изучите раздел 2.1.12 руководства по эксплуатации на хроматограф жидкостный "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014" 214.2.840.096РЭ и руководство по эксплуатации на ПО Хроматэк-Аналитик 214.00045-51И.

Запустите программу "Конфигуратор ВЭЖХ" и при помощи кнопки "Добавить" добавьте детектор кондуктометрический 214.2.840.092. Убедитесь, что параметры соединения вписаны корректно:

TCP/IP: 10.10.10.108:4242

Нажмите на кнопку "Подключиться". Если подключение произошло успешно, детектор в программе "Конфигуратор ВЭЖХ" должен выделиться зелёным цветом.

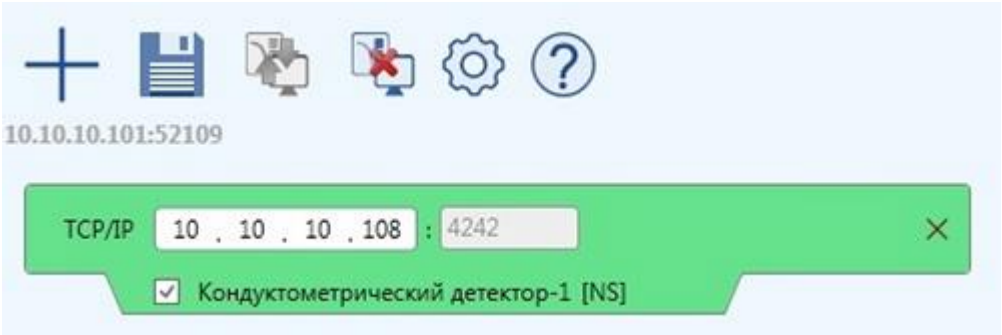


Рисунок 6.1 – Конфигуратор ВЭЖХ

Для работы с детектором запустите программу "Панель управления".

6.2 Работа с детектором

Во вкладке "Конфигурация" в программе "Панель управления" задаются следующие параметры:

Частота – частота сбора данных детектора. Параметр может принимать значения 25, 10, 5 и 1 Гц. Частота сбора данных определяет количество измерений сигнала в секунду, которые будет выполнять детектор в процессе анализа. Значение частоты сбора данных оказывает влияние

на амплитуду флуктуационных шумов детектора. Так как ширина пиков в ионной хроматографии большая, оптимальным будет значение 5 Гц или 10 Гц.

Смещение сигнала – смещение уровня сигнала на аналоговом выходе детектора. Предназначено для компенсации фона детектора, вызванного наличием фоновой электропроводности при работе с планшетным самописцем. Значение смещения сигнала задаётся в диапазоне 0 – 20% от текущего рабочего диапазона.

Постоянная времени (τ) – постоянная времени встроенного цифрового фильтра. Постоянная времени может принимать значения 0,1; 0,5; 1,0; 2,0 с. Параметры "Частота" и "Постоянная времени" являются зависимыми, поэтому возможны не все комбинации при установке этих параметров. Параметр "Постоянная времени" имеет приоритет. Возможные комбинации параметров приведены в таблице:

	25 Гц	10 Гц	5 Гц	1 Гц
0,1 с		X	X	X
0,5 с			X	X
1,0 с				X
2,0 с				

Например, если задано значение постоянной времени 0,5 с, то частота сбора данных может принимать значения 25 Гц и 10 Гц, при попытке установить частоту 5 Гц она автоматически изменится ближайшее разрешённое значение (10 Гц).

Инверсия – инверсия сигнала детектора.

Насос – включает или выключает перистальтический насос.

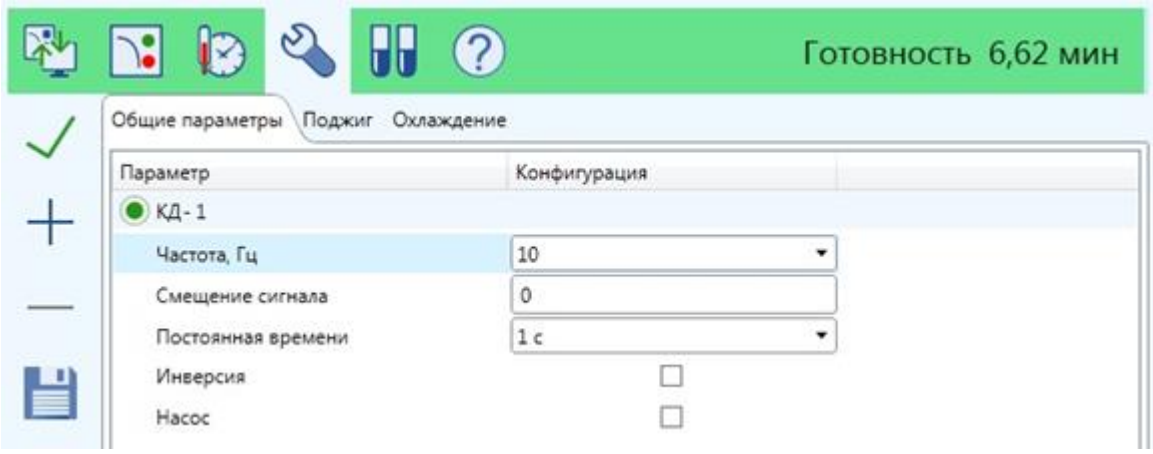


Рисунок 6.2 – Вкладка "Конфигурация"

Настройка режима производится во вкладке "Режим" панели управления ПО "Хроматэк-Аналитик".

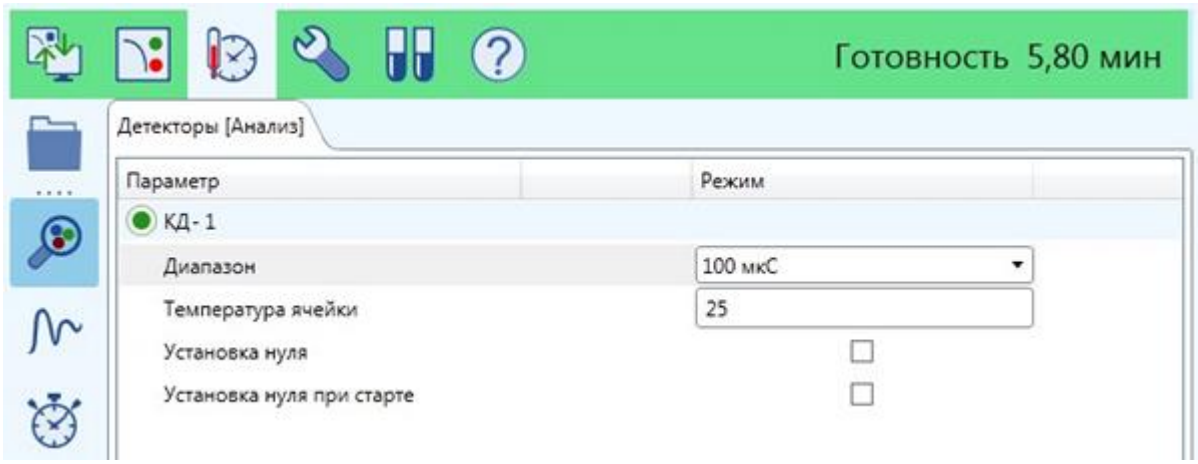


Рисунок 6.3 – Вкладка "Режим"

Диапазон – диапазон измерения электропроводности раствора.

Температура ячейки – температура термостата кондуктометрической ячейки задаётся с шагом 1 °С в диапазоне от плюс 30 до плюс 80 °С.

Установка нуля – установка нулевого значения фонового сигнала (электронная компенсация фоновой электропроводности).

Установка нуля при старте – автоматическая установка нулевого значения фонового сигнала при старте анализа.

В окне "Состояние" отображается текущее значение параметров детектора.

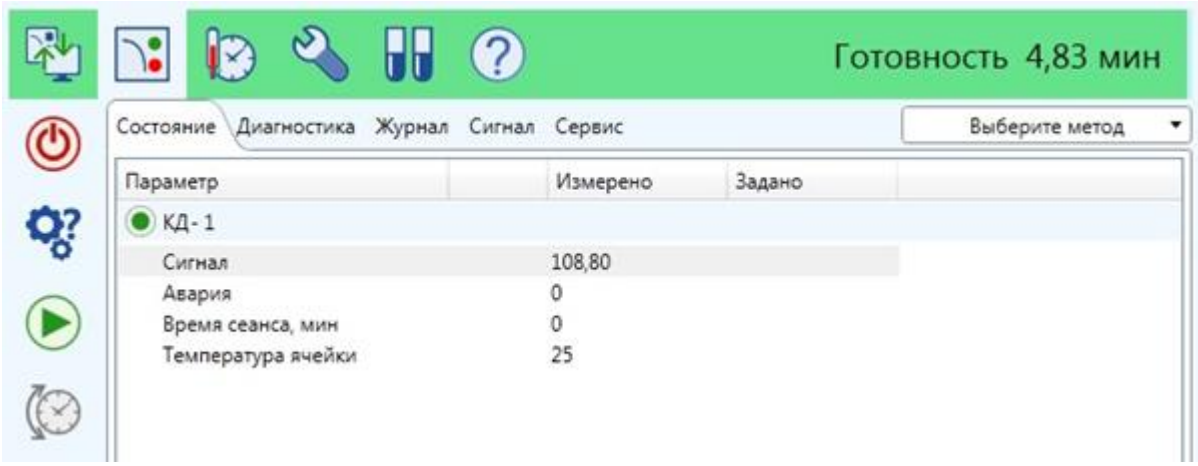


Рисунок 6.4 – Вкладка "Состояние"

Графики изменения сигнала детектора и температуры кондуктометрической ячейки отображаются на вкладке "Сигнал".

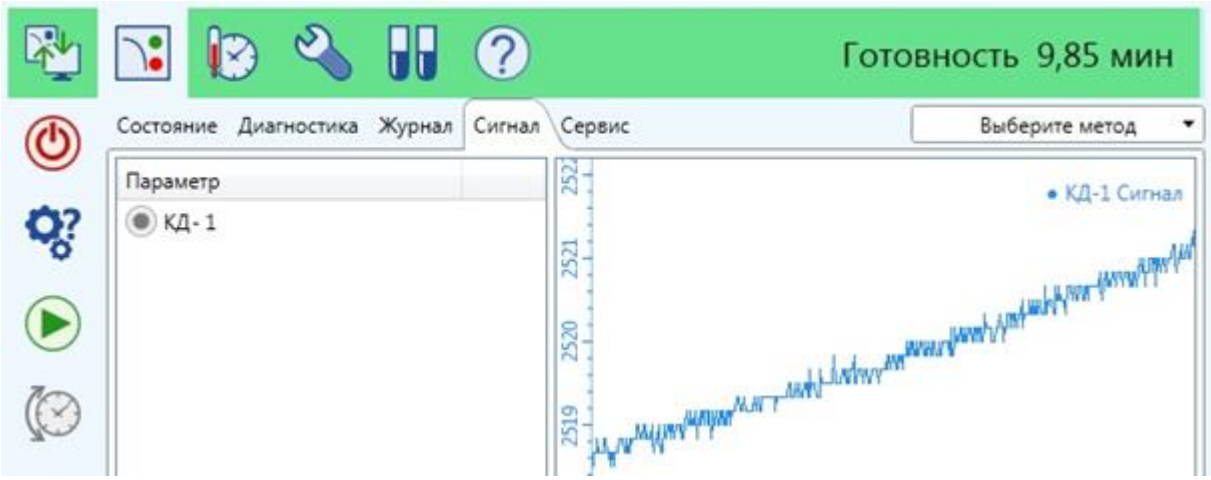


Рисунок 6.5 – Вкладка "Сигнал"

6.3 Рекомендации по работе с детектором

6.3.1 Требования к воде

Качество воды имеет большое значение в ионной хроматографии. Для приготовления буферных растворов и пробоподготовки рекомендуется использовать деионизованную воду, полученную при помощи установок, использующих систему обратного осмоса и фильтры с ионообменными смолами, для очистки воды. Не рекомендуется использовать воду для ВЭЖХ или дистиллированную воду.

6.3.2 Рекомендации по работе с буферными растворами и с растворами электролитов

Пробы растворов электролитов, стандартные образцы и буферные растворы должны храниться в пластиковых ёмкостях. Наиболее подходящими являются бутыли и ёмкости из полипропилена, а при работе с растворами малых концентраций ионов воде рекомендуется использовать ёмкости из полистирола.

Не используйте стеклянные бутыли и виалы для хранения буферных растворов и образцов.

При анализе проб с низкими концентрациями ионов предъявляются особые требования к виалам. Перед приготовлением растворов или отбором проб виалы должны быть выдержаны в течение 5 часов в водном растворе азотной кислоты 1:1, а затем промыты деионизованной водой.

При работе с концентрациями уровня ppb, виалы должны быть заполнены водой и выдержаны в течение 10 часов.

Шприц, при помощи которого производится ввод пробы, необходимо несколько раз промывать водой каждый раз перед отбором пробы или стандартного образца.

К хранению буферных растворов с высоким значением pH предъявляются особые требования. Растворение в буфере диоксида углерода, содержащегося в воздухе, будет приводить к изменению параметров раствора, что может приводить к дрейфу сигнала детектора (изменение фоновой электропроводности) и изменению времён выхода пиков. Для предотвращения негативных эффектов необходимо изолировать контакт буферного раствора с воздухом, обдувая поверхность жидкости азотом или инертным газом, либо установив фильтр, заполненный натровой известью, которая поглощает CO_2.

6.3.3 Использование мембранного подавителя электропроводности

Для снижения фоновой электропроводности при анализе анионов используются мембранные подавители электропроводности. Принцип их работы основан на удалении ионов натрия из буферного раствора при протекании его через полупроницаемый капилляр.

По сравнению с подавительными колонками, капиллярные подавители электропроводности имеют некоторые преимущества: не требуют периодической регенерации и исключают сильное размывание за счёт малого мёртвого объёма.

Подавитель электропроводности подключается к выходу колонки перед кондуктометрическим детектором.

6.3.4 Зависимость отклика от температуры измерительной ячейки

При увеличении температуры кондуктометрической ячейки отклик детектора увеличивается. Это связано с тем, что с увеличением температуры растёт электрическая проводимость электролитов.

На рисунке 6.6 показана зависимость площади пика иона фтора от температуры измерительной ячейки.

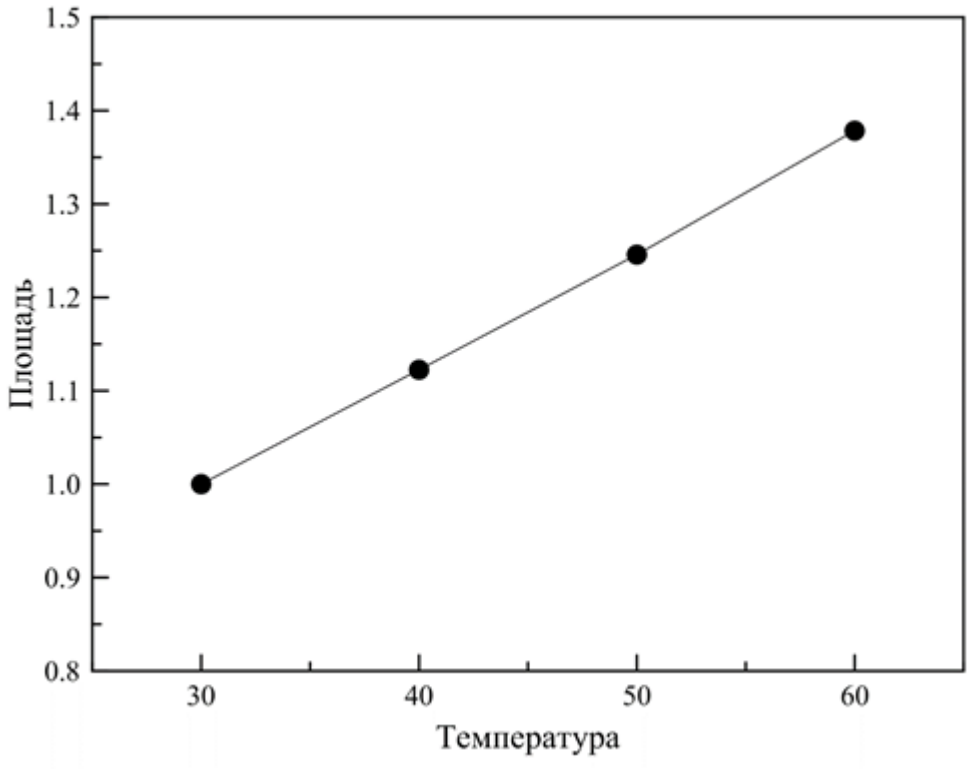


Рисунок 6.6 – Зависимость площади пика от температуры кондуктометрической ячейки

7 Техническое обслуживание

7.1 Промывка кондуктометрической ячейки

При ухудшении характеристик детектора (повышенное значение шума и дрейфа нулевой линии или снижение чувствительности) рекомендуется выполнить его промывку.

Последовательность действий:

- Отсоедините хроматографическую колонку от детектора.
- Промойте кондуктометрическую ячейку детектора, прокачивая через неё 20 мл 6 Н азотной кислоты (HNO_3).
- Затем промойте ячейку водой до тех пор, пока значение pH не вернётся к значению 7.

Удаление пузырьков воздуха из кондуктометрической ячейки

Причиной сильного увеличения шума нулевой линии детектора может быть наличие пузырька воздуха в кондуктометрической ячейке. Характер шума при этом, как правило, "рваный" с непериодическим возникновением всплесков.

Для того, чтобы удалить пузыри воздуха из кондуктометрической ячейки, рекомендуется выполнить следующую последовательность действий:

7.2 Удаление воздушных пузырей из ячейки

Последовательность действий:

- Отсоедините входной и выходной трубопроводы от детектора.
- При помощи шприца прокачайте через ячейку детектора 1 – 1,5 мл деионизованной воды. Повторите процедуру 3 раза.
- Повторите предыдущий пункт, используя, метанол, а затем снова воду.
- Подсоедините выходной трубопровод к детектору.
- Задайте в настройках режима насоса величину потока элюента 1 – 2 мл/мин.
- Подсоедините входной трубопровод с текущим по нему элюентом к входному штуцеру детектора.
- Проконтролируйте уровень шумов детектора. Если проделанные операции не привели к положительному результату, повторите всю последовательность действий.

7.3 Регулировка перистальтического насоса

Последовательность действий:

- Установите шланг ровно, чтобы он полностью лежал на роликах.
- Подтяните скобу при помощи регулировочного винта до касания со шлангом.
- Включите насос.
- Начните плавно подтягивать регулировочный винт, визуально контролируя функционирование насоса.
- Затягивайте винт до тех пор, пока насос не начнёт стабильно прокачивать жидкость, и при этом не будет наблюдаться заедание роликов.

7.4 Замена трубки перистальтического насоса

В процессе работы трубка перистальтического насоса изнашивается. Если это произошло, необходимо произвести замену трубки, установив новую трубку из комплекта ЗИП насоса перистальтического 214.4.060.270.

Последовательность действий при замене шланга перистальтического насоса:

- Ослабьте регулировочный винт (рисунок 4.6).
- Открутите уплотняющие гайки, которые фиксируют шланг на входном и выходном штуцерах.
- Снимите трубку с роликов, а затем отсоедините его от штуцеров.
- Возьмите новую трубку и наденьте на её концы затяжные гайки.
- Наденьте трубку на оба штуцера и затяните уплотняющие гайки усилием "от руки".
- Накиньте трубку на ролики.
- Прижмите трубку накидной скобой и подтяните регулировочный винт.
- Отрегулируйте прижим согласно инструкции, описанной в данном пункте.

7.5 Возможные неисправности и способы их устранения

Таблица 7.1 – Возможные неисправности детектора и способы их устранения

Проблема	**Причина**	**Вариант решения**
Нестабильная нулевая линия.	Наличие пузырьков газа в ячейке детектора.	Дегазируйте элюент и выполните рекомендации по удалению воздушных пузырьков из ячейки (см. 2.6.6). Установите гидросопротивление на выходе из детектора (такое, чтобы давление в ячейке было около 500 кПа).
	Негерметичность жидкостных линий.	Проверьте все соединения на наличие утечки.
	Ячейка детектора загрязнена.	Промойте измерительную ячейку (см. раздел 7).
	Пульсации давления в системе.	Установите дополнительный подавитель пульсаций. Проверьте исправность насоса.
	Испорченная хроматографическая колонка.	Замените колонку.
Шум базовой линии.	Ячейка детектора загрязнена.	Промойте измерительную ячейку (см. раздел 7).
	Плохое качество питающей сети.	Проверьте стабильность и величину напряжения питания в сети.
	Наличие пузырьков газа в ячейке детектора.	Дегазируйте элюент и выполните рекомендации по удалению воздушных пузырьков из ячейки (см. раздел 7). Установите гидросопротивление на выходе из детектора (такое, чтобы давление в ячейке было приблизительно 500 кПа).
Дрейф нулевой линии.	Не установилось температурное равновесие термостата кондуктометрической ячейки.	Дождитесь, пока установится температурное равновесие. Обеспечьте отсутствие сквозняков и перепадов температуры в лаборатории.
	Температура в помещении близка к заданной температуре	Увеличьте температуру термостата кондуктометрической ячейки.

Проблема	Причина	Вариант решения
	термостата кондуктометрической ячейки.	
	Негерметичность линий на промежутке колонка-ячейка детектора.	Проверьте линии на утечки.
	Изменился состав элюента.	Дождитесь пока ячейка полностью промоется новым элюентом.

8 Транспортирование и хранение

Подготовка к хранению и транспортированию.

Перед длительным хранением или транспортированием детектора необходимо выполнить его консервацию следующим образом:

Последовательность действий при консервации:

- после работы с буферными растворами промойте кондуктометрическую ячейку от остатков солей, прокачав через неё 10 – 15 мл воды;
- затем промойте ячейку изопропанолом (10 – 15 мл);
- после промывки изопропанолом заглушите штуцера на передней панели, детектор должен храниться в заполненном изопропанолом состоянии.

Допускается использование метанола вместо изопропанола.

Запрещается транспортирование детектора с кондуктометрической ячейкой, заполненной водой.

Запрещается осушение кондуктометрической ячейки. Это может привести к её порче.

9 Сведения о рекламациях

В случае отказа в работе детектора в период гарантийного срока эксплуатации необходимо:

- составить технически обоснованный акт рекламации о несоответствии техническим характеристикам, указанным в паспорте;
- сделать выписки из раздела "Свидетельство о приемке";
- указать дату, организацию или лицо, производившее ввод в эксплуатацию;
- указать проведенные мероприятия по техническому обслуживанию.

Допускается направить заверенные руководителем предприятия, эксплуатирующего детектор, копии разделов "Свидетельство о приемке", "Учет технического обслуживания".

АКТ следует направить по адресу:

424000 г. Йошкар-Ола, ул. Строителей, 94, ЗАО "СКБ Хроматэк" или

Для корр.: РФ, Марий Эл, 424000, г. Йошкар-Ола, главпочтамт а/я 84.

Телефон/факс: (8362)68-59-16. E-mail: mail@chromatec.ru

Телефоны служб:

Сервисная поддержка тел. +7(8362)68-59-19, 68-59-32, факс. +7(8362)68-59-87

E-mail: service@chromatec.ru

Коммерческий отдел тел. +7(8362)68-59-68, 68-59-69, факс 68-59-70,

E-mail: sales@chromatec.ru