ХРОМАТОГРАФ ЖИДКОСТНЫЙ "ХРОМАТЭК-КРИСТАЛЛ ВЭЖХ 2014"

214.2.840.088РЭ

ДЕТЕКТОР СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

Редакция 30.11.2023

Оглавление

1 Важные указания 4

2 Введение 5

3 Описание и работа 6

3.1 Назначение 6

3.2 Технические характеристики 7

4 Устройство и работа 8

4.1 Принцип действия 8

4.2 Конструкция 9

4.2.1 Измерительная ячейка 10
4.2.2 Лампа 11
4.2.3 Оптический блок 11
4.2.4 Панель индикации 11

5 Использование по назначению 12

5.1 Подключение жидкостных трубопроводов 12

5.2 Подключение кабеля удалённого управления 12

5.3 Включение и подготовка к измерениям 12

6 Порядок работы 13

6.1 Подключение к ПК и соединение с ПО Хроматэк-Аналитик 13

6.2 Работа с детектором 13

7 Техническое обслуживание 17

7.1 Обслуживание и замена ламп 17

7.2 Промывка ячейки 18

7.3 Возможные неисправности и способы их устранения 18

8 Транспортирование и хранение 20

8.1 Подготовка к хранению 20

8.2 Подготовка к транспортированию при отрицательных температурах 20

9 Сведения о рекламациях 21

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;
FEP	фторированный этилен-пропилен.

2 Введение

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

Детектор спектрофотометрический выпускается в трех исполнениях:

- 214.2.840.088-04 – аналитическое исполнение;
- 214.2.840.088-05 – полупрепаративное исполнение;
- 214.2.840.088-06 – биоинертное исполнение (PEEK).

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

Источниками опасности в детекторе являются:

- напряжение питающей сети блока питания;
- УФ-излучение.

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

3 Описание и работа

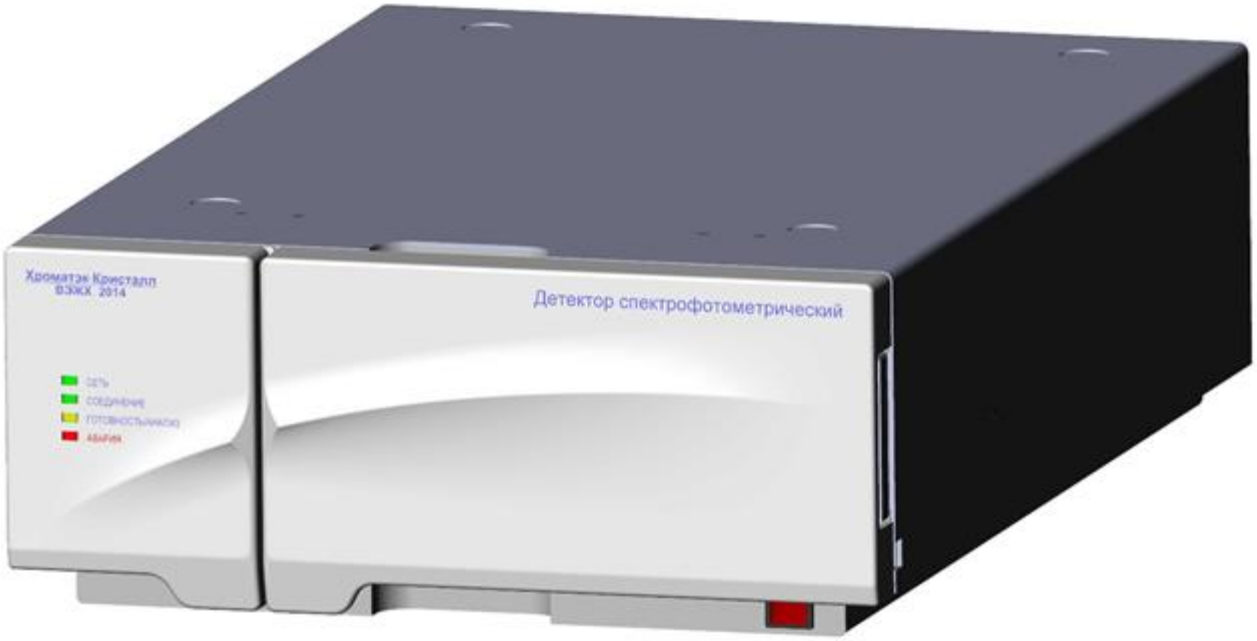


Рисунок 3.1 – Внешний вид спектрофотометрического детектора

3.1 Назначение

Детектор спектрофотометрический применяется для определения веществ, молекулы которых способны поглощать энергию света в видимом и УФ диапазоне спектра. Спектрофотометрический детектор – наиболее чувствительный и универсальный детектор для ВЭЖХ.

Спектрофотометрический детектор обладает высокой стабильностью и высокими метрологическими характеристиками.

3.2 Технические характеристики

Таблица 3.1 – Технические характеристики спектрофотометрического детектора

Технические характеристики	
Диапазон длин волн, нм	190 – 700
Амплитуда шума, В	
– исполнения -04 и -06	0,9·10-5
– исполнение -05	1,6·10-5
Дрейф нулевого сигнала, В/ч	
– исполнения -04 и -06	2,0·10-4
– исполнение -05	3,0·10-4
Частота сбора данных, Гц	до 50
Лампы	Дейтериевая
Ширина оптической щели, нм	8
Точность установки длины волны, нм	± 1
Повторяемость установки длины волны, нм	± 0,1
Линейный диапазон, е.о.п.	2,5 (R2 > 99,5%)
Объём ячейки, мкл	
– исполнения -04 и -06	8
– исполнение -05	10
Длина оптического пути, мм	
– исполнения -04 и -06	10
– исполнение -05	3
Максимальное давление в ячейке, МПа	10
Дополнительные функции	Датчик утечки
	Самодиагностика
	Обнаружение ошибок
Габаритные размеры (ширина, высота, глубина), мм, не более	385 X 170 X 580
Электрическое питание	(220 ± 22) В, (50 ± 2) Гц
Потребляемая мощность, Вт	100

4 Устройство и работа

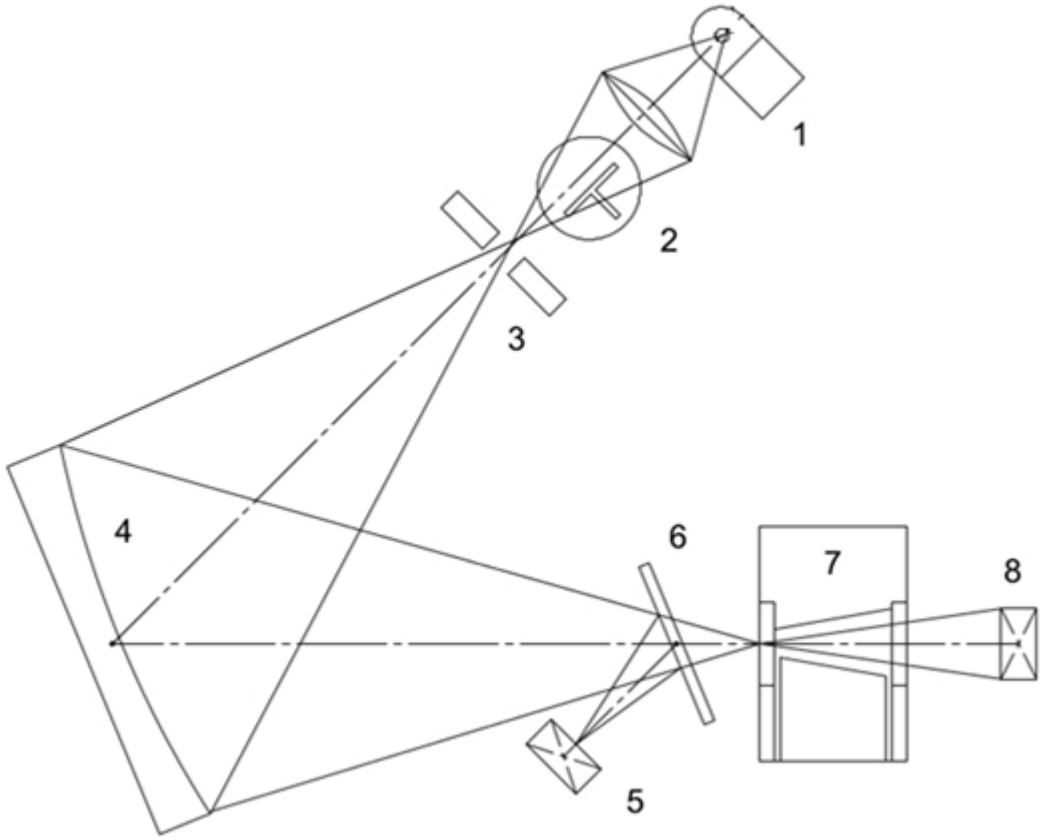
4.1 Принцип действия

Принцип действия спектрофотометрического детектора основан на способности молекул некоторых веществ поглощать энергию светового излучения с определённой длиной волны.

На рисунке ниже приведена оптическая схема и описан принцип действия детектора.

Детектор включает в себя источник света, монохроматор, измерительную ячейку и фотоприёмники.

Для обеспечения рабочего диапазона длин волн 190 – 700 нм используется дейтериевая лампа дугового типа.



1 – световой поток лампы, 2 – фильтр, 3 – оптическая щель, 4 – отражательная дифракционная решетка, 5 – опорный фотодиод, 6 – полупрозрачное зеркало, 7 – измерительная ячейка детектора, 8 – измерительный фотодиод

Рисунок 4.1 – Оптическая схема спектрофотометрического детектора

Для выделения света с определённой длиной волны используется монохроматор с одной отражательной параболической дифракционной решёткой (схема Сейя-Намиока).

Световой поток лампы (1) фокусируется системой линз, проходит через оптическую щель (3) и падает на отражательную дифракционную решётку (4). Поворотом дифракционной решётки

осуществляется выбор рабочей длины волны детектора. Далее отражённый луч монохроматического света попадает на полупрозрачное зеркало (6). Часть светового потока отражается на опорный фотодиод (5), а другая часть проходит через измерительную ячейку детектора (7) и попадает на измерительный фотодиод (8). Разность показаний двух фотодиодов определяется величиной поглощения света образцом. Фильтр (2) предназначен для автоматической калибровки детектора.

Ослабление света при прохождении через измерительную ячейку с образцом определяется законом Бугера-Ламберта-Бера:

$$I = I_0 \cdot e^{-k_\lambda \cdot l},$$

Где:

I_0 – интенсивность падающего пучка света,

l – толщина поглощающего слоя вещества,

k_λ – показатель поглощения (зависит от длины волны света λ).

4.2 Конструкция

Спектрофотометрический детектор выполнен в виде отдельного независимого блока.

На передней панели детектора расположен отсек для установки измерительной ячейки детектора со штуцерами для подключения трубопроводов. В нижней части расположен датчик обнаружения утечки.



Рисунок 4.2 – Расположение элементов на передней панели детектора

На задней панели детектора расположены: разъём подключения электрического питания, разъём для подключения внешних устройств и кабеля старта "СТАРТ ВХОД" и RS-232.

4.2.1 Измерительная ячейка

Измерение поглощения света образцом происходит при протекании аналита через измерительную ячейку. Ячейка (Рисунок 4.3) представляет собой металлический корпус, внутри которого имеется канал конической формы, через который протекает элюент с образцом. С обеих сторон имеются линзы, прозрачные во всём диапазоне рабочих длин волн детектора.



Рисунок 4.3 – Измерительная ячейка спектрофотометрического детектора

Для замены или обслуживания ячейки необходимо извлечь её из детектора. Для этого открутите два фиксирующих винта (рисунок 4.3) и, держась за эти винты, потяните ячейку на себя.

Инструкция по обслуживанию ячейки приведена в разделе 7.

4.2.2 Лампа

Диапазон рабочих длин волн от 190 нм до 700 нм обеспечивается дейтериевой ламой, установленной в детекторе. Лампа установлена в отдельном охлаждаемом модуле внутри корпуса детектора.

Ресурс лампы спектрофотометрического детектора ограничен, поэтому рекомендуется выключать лампу, если она не необходима для проведения измерений.

4.2.3 Оптический блок

Оптический блок содержит оптические фильтры для калибровки длин волн, монохроматор и детекторы света.

Запрещается разбирать и производить самостоятельный ремонт оптического блока детектора.

Оптический блок является точным калиброванным устройством. Его разборка и обслуживание может производиться только на заводе-изготовителе.

4.2.4 Панель индикации

На дверце детектора имеются четыре светодиодных индикатора, показывающих текущее состояние.



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

"СОЕДИНЕНИЕ" – светодиод горит если прибор подключён.

"ГОТОВНОСТЬ / АНАЛИЗ" – светодиод горит во время анализа.

"АВАРИЯ" – загорается в случае возникновения ошибки.

5 Использование по назначению

5.1 Подключение жидкостных трубопроводов

На передней панели детектора расположены штуцера для подключения трубопроводов к измерительной ячейке. Для подключения могут использоваться трубопроводы из нержавеющей стали или полимерные капилляры из PEEK. Материал уплотнений зависит от типа используемых трубопроводов: гайка (214.8.939.043) с муфтой (214.8.658.075) из нержавеющей стали или гайка с коническим уплотнением (214.8.939.039-01) для закручивания "от руки" из PEEK.

Длина трубопровода, соединяющего колонку с детектором или детекторы между собой должна быть как можно меньше. Для резки трубопроводов используйте специальный инструмент из комплекта ЗИП хроматографа 214.4.060.187.

Спектрофотометрический детектор является неразрушающим, поэтому может использоваться в составе комплекса с несколькими детекторами, при этом детекторы должны подключаться последовательно, а давление в измерительной ячейке не должно превышать максимальное допустимое значение.

5.2 Подключение кабеля удалённого управления

Спектрофотометрический детектор имеет интерфейс "СТАРТ ВХОД" для подключения кабеля удаленного старта анализа. Для автоматического старта анализа после ввода пробы, кабель удаленного доступа от инжектора (ручного или автоматического) необходимо подключить к разъёму "СТАРТ ВХОД" на задней панели детектора.

"СТАРТ-ВХОД" – сигнал управляет стартом анализа. Используется для подключения крана-дозатора или автосамплера для синхронизации ввода пробы с началом измерения.

5.3 Включение и подготовка к измерениям

Детектор не имеет термостатируемых зон, поэтому не требует много времени для выхода на рабочий режим.

После включения детектора в настройках режима ПО "Хроматэк-Аналитик" задаётся поток элюента согласно используемой методике. После этого необходимо некоторое время для прогрева лампы детектора и стабилизации потока элюента через измерительную ячейку. О готовности детектора к измерениям можно судить по стабильности нулевой линии и нормальному характеру шума.

Если в работе детектора обнаруживаются какие-либо неполадки, обратитесь сначала к разделу "Возможные неисправности и способы их устранения", а затем, если проблему решить не удалось, обратитесь за консультацией к производителю.

6 Порядок работы

6.1 Подключение к ПК и соединение с ПО Хроматэк-Аналитик

Соединение детектора с ПК осуществляется по интерфейсу RS-232. Для подключения детектора к компьютеру один конец интерфейсного кабеля из комплекта ЗИП вставьте в гнездо RS-232 на задней панели детектора, другой конец соедините с соответствующим разъёмом на интерфейсной плате ПК.

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 программного обеспечения "Хроматэк-Аналитик" 214.00045–51И.

Запустите программу "Конфигуратор ВЭЖХ" и при помощи кнопки "Добавить" добавьте спектрофотометрический детектор ES 214.2.840.088. Выберите из выпадающего списка номер COM порта, к которому подключён детектор.

Нажмите на кнопку "Подключиться". Если подключение произошло успешно, на панели индикации детектора загорится светодиод "СОЕДИНЕНИЕ". Если светодиод не загорелся, попробуйте выбрать другой номер COM порта и заново нажмите кнопку "Подключиться".

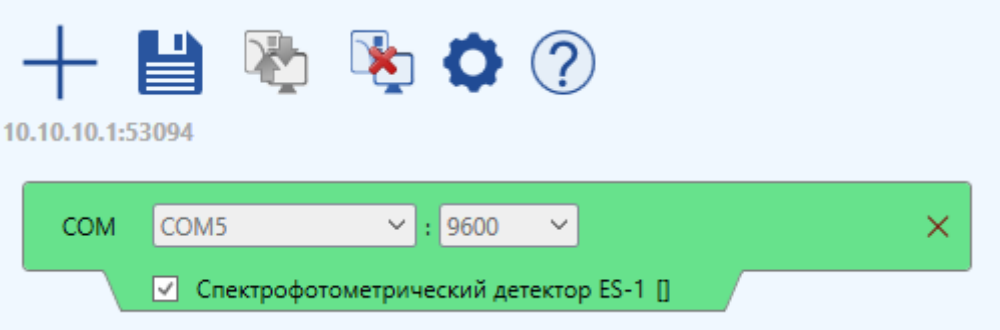


Рисунок 6.1 – Конфигуратор ВЭЖХ

Для работы с детектором запустите программу "Панель управления".

6.2 Работа с детектором

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

Дейтериевая лампа – включение или выключение лампы.

Частота – частота сбора данных.

Тип снимаемых данных – хроматографические или спектр.

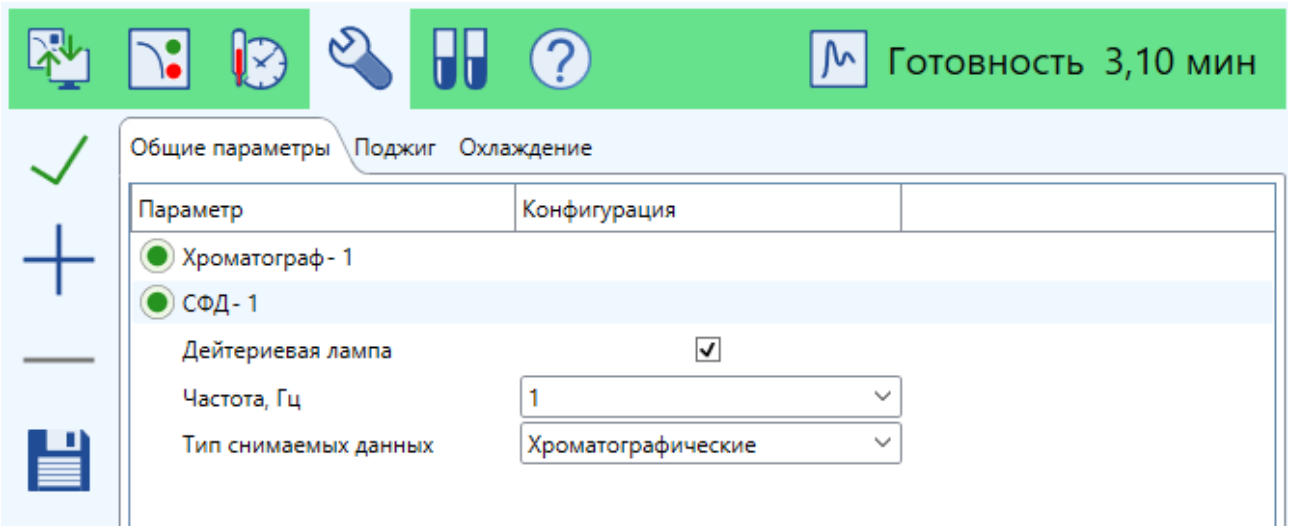


Рисунок 6.2 – Конфигурация

Во вкладке "Режим" задаётся длина волны.

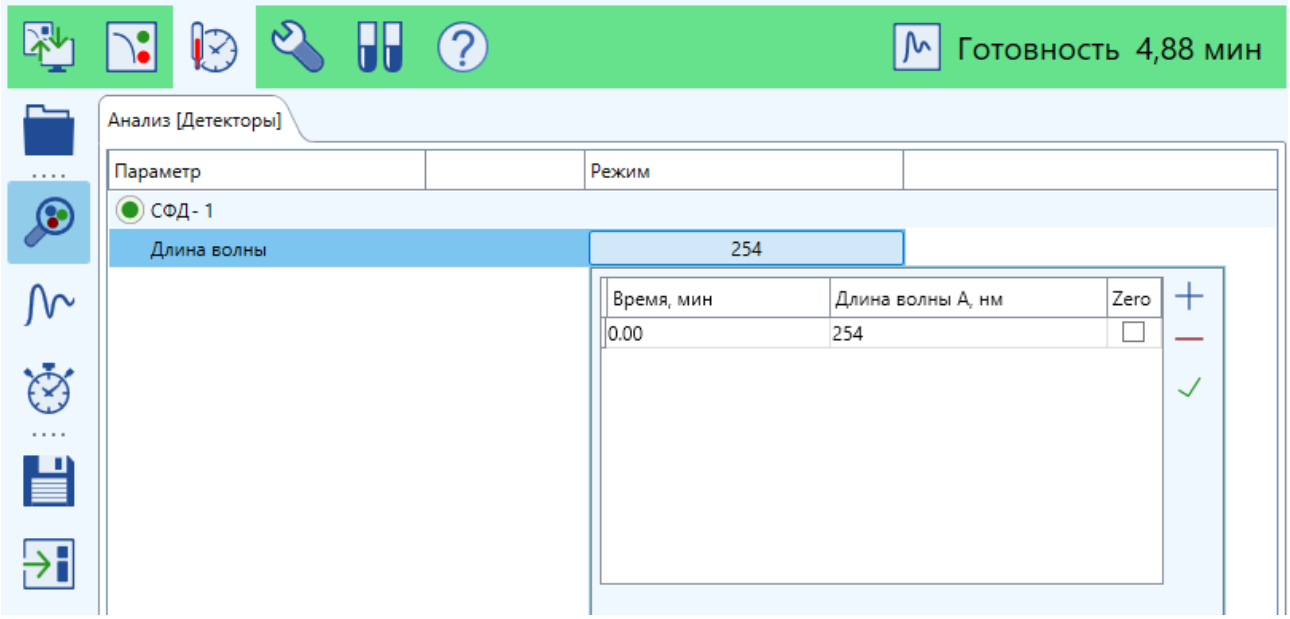


Рисунок 6.3 – Режим

Длина волны – установка длины волны измерения. Детектор позволяет производить программирование длины волны, то есть изменение длины волны измерения во время анализа (рисунок 6.4).

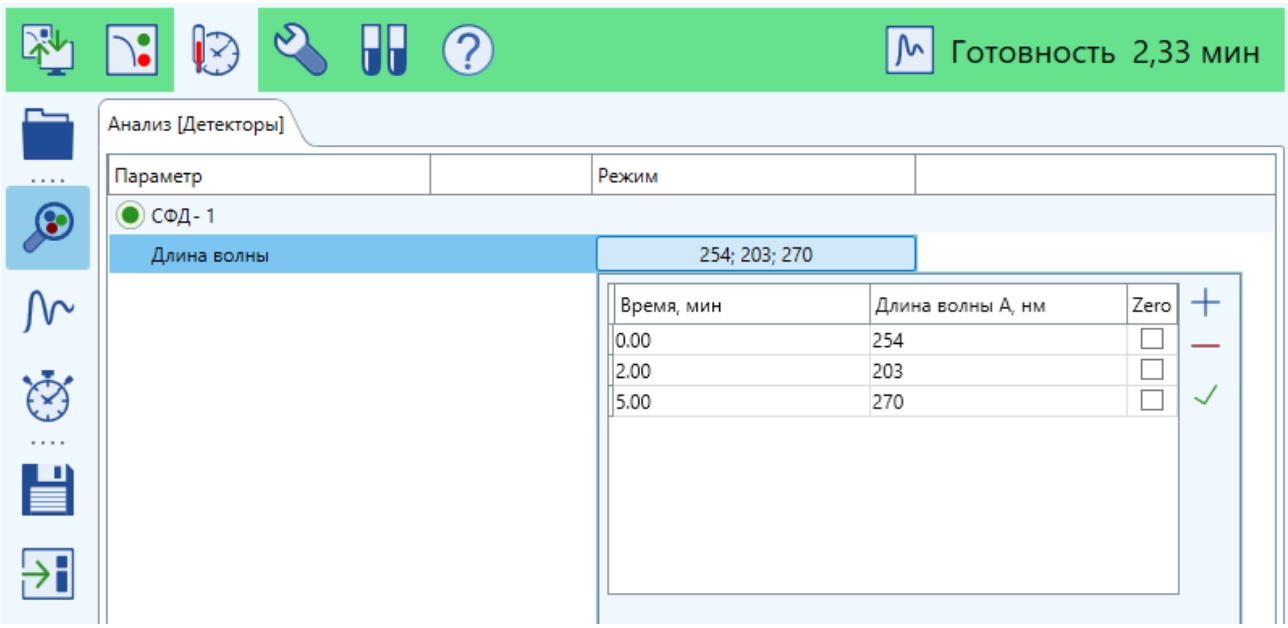


Рисунок 6.4 – Программирование длин волн

На вкладке "Состояние" отображаются текущие значения параметров детектора (рисунок 6.5). При необходимости можно контролировать визуально изменение сигнала детектора на вкладке "Сигнал" (рисунок 6.6).

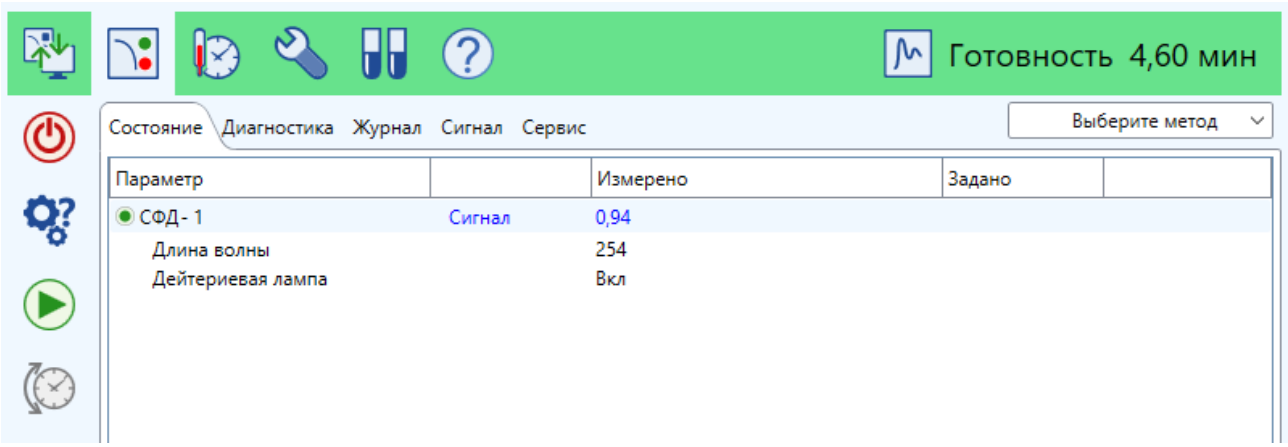


Рисунок 6.5 – Состояние детектора

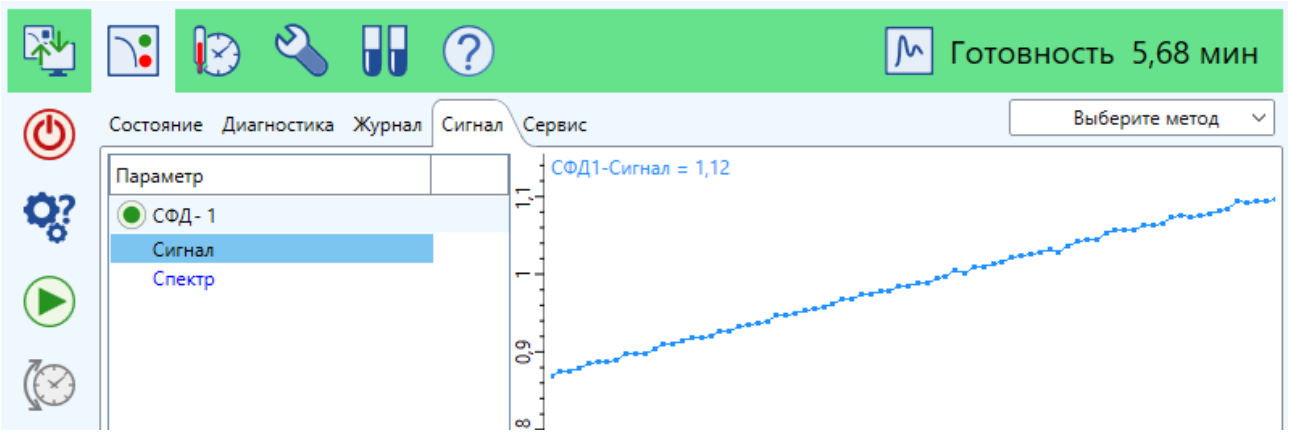


Рисунок 6.6 – График изменения сигнала

7 Техническое обслуживание

7.1 Обслуживание и замена ламп

Замену дейтериевой лампы рекомендуется производить, когда время работы лампы превысило 2000 часов или интенсивность излучения упала в два раза по сравнению с исходной.

Суммарное время работы лампы автоматически рассчитывается детектором и отображается в ПО "Хроматэк Аналитик" на вкладке диагностика.

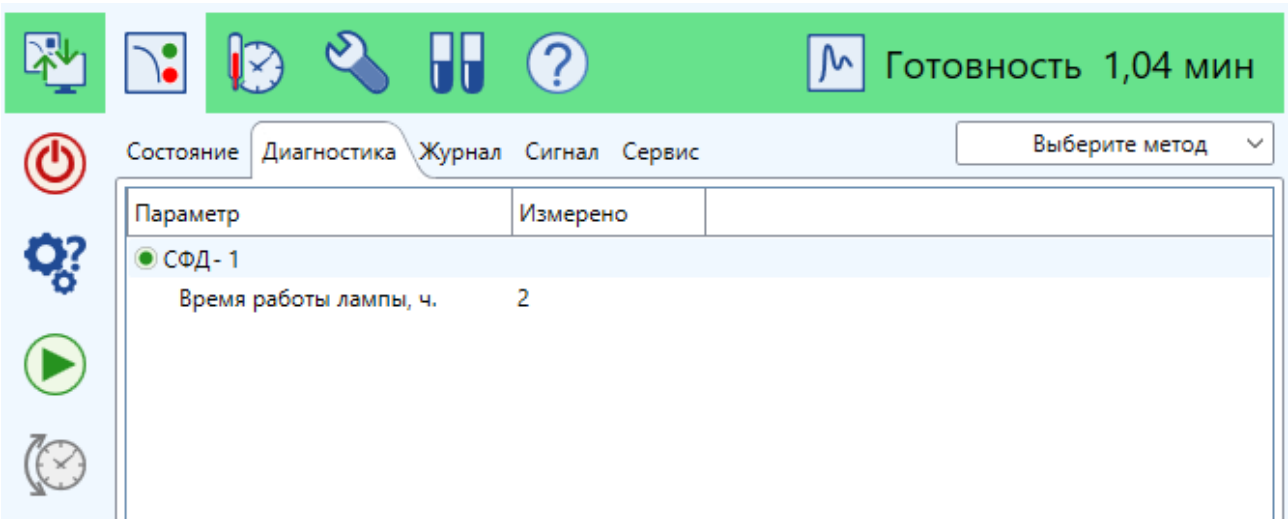


Рисунок 7.1 – Диагностика детектора

Замена дейтериевой лампы производится согласно процедуре, описанной ниже. На заводе-изготовителе производится точная юстировка положения лампы при установке её в держатель, поэтому не вращайте и не смещайте лампу относительно её крепления!

УФ излучение дейтериевой лампы опасно для глаз и кожи. Никогда не извлекайте дейтериевую лампу, не выключив предварительно детектор и не отсоединив шлейф питания лампы.



Лампа нагревается во время работы. Дождитесь, пока лампа охладится, прежде чем производить процедуру замены.

Последовательность действий при замене лампы:

- Выключите детектор и отсоедините шнур питания от детектора.
- Открутите винты и снимите кожух детектора.
- Открутите винты и снимите радиаторную крышку на блоке с лампой.
- Отсоедините разъемы питания лампы от блока питания.

- Открутите два винта, удерживающие крепление лампы и потяните на себя крепление лампы. Не касайтесь пальцами стекла лампы, чтобы не оставить отпечатков на ней.
- Установите новую лампу и проделайте описанные действия в обратном порядке.

7.2 Промывка ячейки

Для промывки не рекомендуется разбирать ячейку детектора. Разборку можно проделывать только в крайнем случае, если другие меры не позволяют достичь положительного результата.

В большинстве случаев ячейку можно промыть прокачкой через неё соответствующего растворителя или нескольких растворителей в определённой последовательности. Выбор способа промывки зависит от того, какой элюент использовался, и какие пробы анализировались при помощи детектора.

Рекомендуются следующие растворители для промывки ячейки:

- Метанол.
- Хлористый метилен.
- Изопропанол.
- 10% раствор азотной кислоты с последующей промывкой водой и изопропанолом.

Внимание: для промывки используйте только чистые растворители для ВЭЖХ.

7.3 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 растворитель и/или установите гидросопротивление на выходе из детектора. Проверьте уплотнения на герметичность.
	Внешнее устройство создает электрические помехи.	Проверьте качество электрических контактов, особенно в высокоточных цепях, и заземления. Исключите влияние других электрических установок.
	Скачки напряжения в питающей электросети.	Отключите от сети посторонние силовые установки или обеспечьте гальваническую развязку.

Проблема	Причина	Вариант решения
2. Шум базовой линии	Ячейка детектора загрязнена.	Промойте ячейку (метанол, ацетон, вода, 6н раствор азотной кислоты) и проверьте ячейку на герметичность.
	Негерметичность в линиях	Устраните утечку подтягиванием или заменой уплотнений.
	Пузырьки в ячейке.	Временно увеличьте поток для удаления пузырьков.
	Неправильное заземление компьютера или самописца, приводящее к возникновению "земляной петли".	Проверьте правильность зануления и заземления комплекса и устройства сбора данных.
	Окно фотодиода загрязнено или неправильно установлено.	Переставьте или очистите окно измерительного фотодиода.
	Ячейка не закреплена на основном блоке.	Проверьте крепление ячейки к блоку. Ячейка должна быть зафиксирована без люфта.
	Внешнее устройство вызывает проблемы с заземлением.	Обеспечьте правильность заземления внешних устройств. Не включайте мощные электроустановки в одну питающую сеть с хроматографом.
	Окна кюветы загрязнены	Промойте ячейку. Осмотрите окна ячейки и фотодиода на наличие отпечатков пальцев и пятен. При наличии – очистите окна.
Дрейф нулевой линии	В детектор поступают примеси, влияющие на работу детектора.	Хорошо промойте колонку. Если колонка старая, может происходить вымывание фазы, в этом случае нужно заменить колонку. Используйте растворители более высокой степени чистоты. Увеличьте длину волны (если возможно), чтобы уменьшить влияние загрязнителей.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Подготовка к хранению

Перед длительным хранением детектора необходимо выполнить его консервацию следующим образом:

- после работы с буферными растворами промойте оптическую ячейку от остатков солей, прокачав через неё 10 – 15 мл воды;
- промойте ячейку этанолом или изопропанолом (10 – 15 мл);
- высушите ячейку, продувая через неё чистый газ, и заглушите входной и выходной штуцера;

Допускается хранение детектора с оптической ячейкой, заполненной этанолом или изопропанолом.

Запрещается транспортирование детектора с оптической ячейкой, заполненной водой.

8.2 Подготовка к транспортированию при отрицательных температурах

Перед хранением или транспортированием детектора при отрицательных температурах необходимо выполнить действия, описанные в разделе "Подготовка к хранению".

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