

ДЕТЕКТОР КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ CD 510

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

4215-003.1.1-18294344 РЭ

2007

ОГЛАВЛЕНИЕ

1. ВВЕДЕНИЕ	3
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ	3
2.1. Принцип работы	3
2.2. Внешний вид передней панели детектора	5
2.3. Внешний вид задней панели детектора	6
2.4. Внутреннее устройство детектора	7
2.4.1. Описание меню детектора	7
2.4.1.1. Установка температуры термостата ячейки	8
2.4.1.2. Компенсация фоновой электропроводности	8
2.4.1.3. Установка коэффициента усиления	8
2.4.1.4. Установка полярности аналитического сигнала	8
2.4.1.5. Установка постоянной времени	8
2.4.2. Режим работы через порт RS-232	9
2.4.3. Ячейка и термостат ячейки кондуктометрического детектора	9
3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	11
4. КОМПЛЕКТАЦИЯ	12
5. УСТАНОВКА ДЕТЕКТОРА	12
5.1. Размещение на рабочем месте и условия окружающей среды	12
5.2. Требования к электропитанию, заземлению	12
6. ПОДГОТОВКА ДЕТЕКТОРА К РАБОТЕ	12
7. ПОРЯДОК РАБОТЫ С ДЕТЕКТОРОМ В СОСТАВЕ ХРОМАТОГРАФА	13
7.1. Включение детектора	13
7.2. Выключение детектора	13
8. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА	14
8.1. Обслуживание детектора	14
8.2. Консервация и транспортировка детектора	14
9. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ	15
Приложение 1	17
Приложение 2	18

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящее руководство предназначено для персонала лабораторий при использовании детектора кондуктометрического CD 510 (далее детектор). Руководство содержит описание процедур по обслуживанию, правила эксплуатации, хранения и транспортировки устройства.

Детектор предназначен для контроля ионного состава вод и водных сред в тепловой и атомной энергетике, пищевой промышленности, а также может применяться в других областях, где необходим контроль ионного состава водных сред.

К работе с детектором допускается обслуживающий персонал, имеющий среднее специальное или высшее образование, изучивший техническую документацию, правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, правила обеспечения электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, правила по организации безопасности труда по ГОСТ 12.0.004 и методики выполнения измерений.

Настоящее руководство по эксплуатации распространяется на детектор кондуктометрический CD 510 для высокоэффективной жидкостной хроматографии, выпускаемый по ТУ 4215-003.1.1-18294344-06.

2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

2.1. Принцип работы

Работа детектора основана на измерении электропроводности подвижной фазы, вытекающей из колонки. В качестве измерительного элемента служит ячейка с аксиально расположенными электродами (труба в трубе), на которые подается переменное напряжение. Поскольку подвижная фаза обладает определенным сопротивлением, то на ячейке происходит падение напряжения, которое измеряется и выдается в виде непрерывного аналогового сигнала, который преобразуется во встроенном АЦП в цифровой сигнал с частотой не менее 6 Гц и разрядностью не менее 16 бит.

Для предотвращения электролиза подвижной фазы и окисления электродов, прикладывают не постоянное напряжение, а переменное с частотой 10 кГц и амплитудой 50 мВ.

Высокая чувствительность и низкие значения шума и дрейфа обеспечиваются термостатированием кондуктометрической ячейки и потока подвижной фазы на входе в ячейку.

Детектор поставляется калиброванным по прецизионному резистору 200 Ом при температуре 35 °С, что соответствует электропроводности ячейки в 5000 мкСм.

Механизм работы кондуктометра показан на рис. 1.

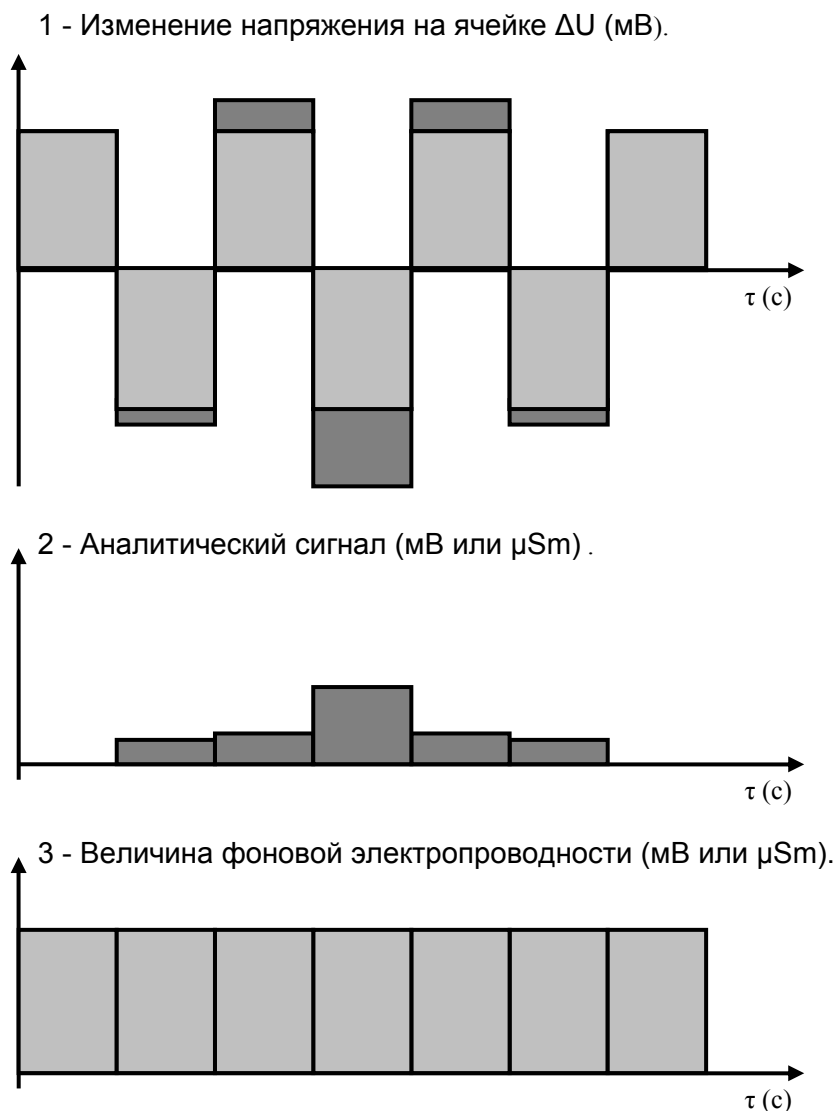


Рис.1. Принцип работы кондуктометрического детектора с компенсацией фоновой электропроводности

1. Общее измеряемое падение переменного напряжения на ячейке, падение за счет электропроводности подвижной фазы (светлый прямоугольник), и падение за счет электропроводности анализируемого иона (темный прямоугольник)
2. Аналитический сигнал на выходе из детектора
3. Величина фоновой электропроводности при постоянном расходе и температуре подвижной фазы

ВНИМАНИЕ! Изменение полярности пиков связано с общей проводимостью раствора в кондуктометрической ячейке и зависит как от типа и концентрации детектируемых ионов и молекул, так и от состава подвижной фазы. Например, при переходе от анализа катионов к анализу анионов при использовании стандартных подвижных фаз (р-ра азотной кислоты и карбонат/бикарбонатного элюента), полярность пиков меняется. При анализе катионов с использованием подвижной фазы, содержащей азотную кислоту, общая электропроводность падает, т. к. протон замещается на менее подвижный ион щелочного металла. При анализе анионов с использованием карбонатной подвижной фазы общая электропроводность растет, т. к. карбонат-ион замещается на более подвижный анализируемый анион (ион хлорида, нитрат-ион и т.д.).

2.2. Внешний вид передней панели детектора

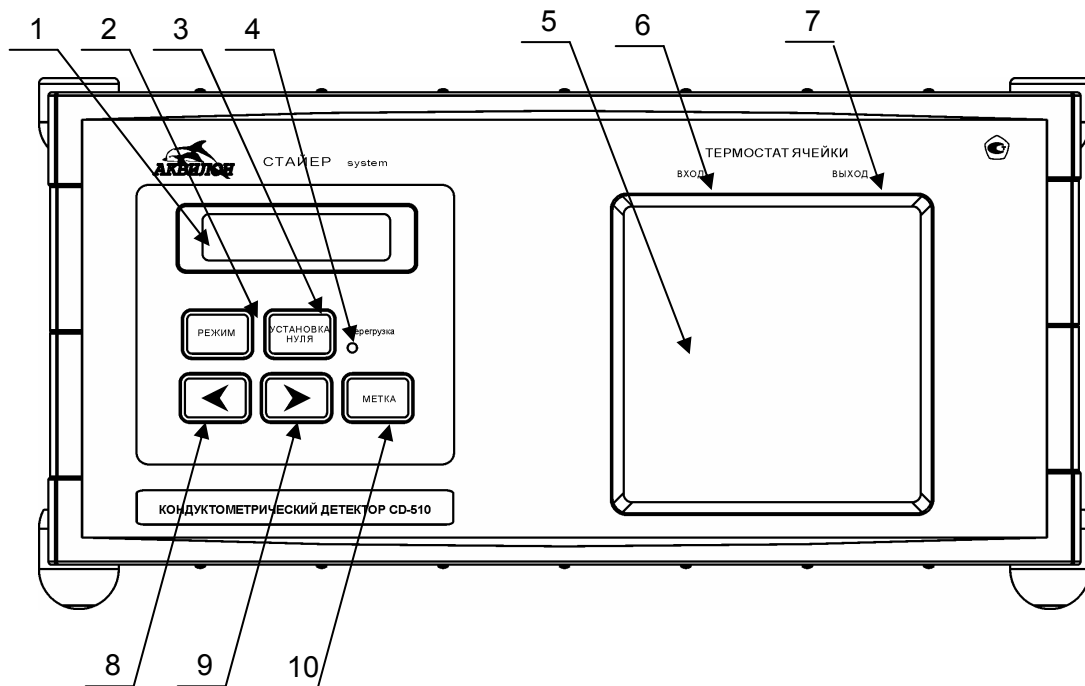


Рис. 2. Передняя панель детектора

1. ЖК-дисплей, отображающий состояние кондуктометра
2. Кнопка «режим»
3. Кнопка «установка нуля»
4. Сигнальная лампа «перегрузка»
5. Термостат кондуктометрической ячейки детектора
6. Входной капилляр детектора
7. Выходной капилляр детектора
8. Кнопка «уменьшение настраиваемого параметра» «<»
9. Кнопка «увеличение настраиваемого параметра» «>»
10. Кнопка «метка»

2.3. Внешний вид задней панели детектора

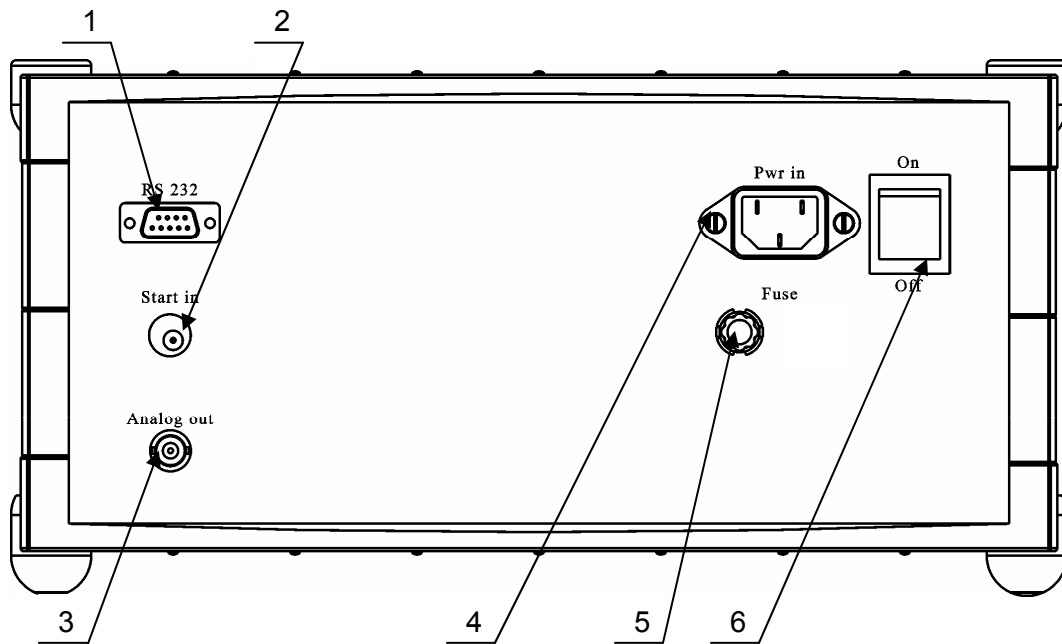


Рис. 3. Задняя панель детектора

1. Разъем RS-232
2. Штекер синхронизатора старта от актуатора инжектора
3. Аналоговый выход, разъем BNC
4. Разъем питания стандартный однофазный с заземляющим контактом
5. Предохранитель
6. Выключатель «сеть»

2.4. Внутреннее устройство детектора

2.4.1. Описание меню детектора

После включения детектора на первой строчке дисплея отображается текущее значение электропроводности в $\mu\text{S}/\text{cm}$, а на второй строчке - вспомогательная информация (см. рис. 4).

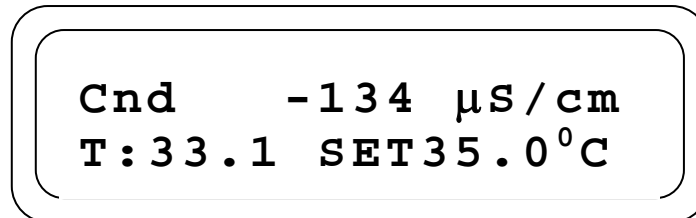


Рис. 4. Дисплей, отображающий текущие значения параметров детектора

Вызов информации во второй строке осуществляется последовательными нажатиями на кнопку «режим». При включении детектора выключателем «сеть» в нижней строке отображается текущее и заданное значение температуры термостата ячейки.

Внутреннее меню детектора представлено на рис.1 приложения 2.

2.4.1.1. Установка температуры термостата ячейки

При включении кондуктометра на дисплее во второй строке отображаются показания заданного и текущего значений температуры термостата ячейки.

Установить новое значение можно, используя кнопки «>» и «<». Допустимые значения заданной температуры находятся в диапазоне $30 \div 60$ °С.

2.4.1.2. Компенсация фоновой электропроводности

При нажатии на кнопку «режим» во вторую строку меню выводится величина компенсации фоновой электропроводности подвижной фазы.

Наиболее эффективно производить компенсацию электропроводности подвижной фазы автоматически, нажатием кнопки «установка нуля».

Установить новое значение можно, используя кнопки «>» и «<». Допустимые значения фоновой электропроводности находятся в диапазоне $0 \div 20000$ μ S.

2.4.1.3. Установка коэффициента усиления

Следующее нажатие на кнопку «режим» вызывает на дисплее коэффициент усиления, например, «Gain 100». Чем больше значение коэффициента усиления, тем меньше диапазон измерения, но больше чувствительность. Установить новое значение можно, используя кнопки «>» и «<». Допустимые значения лежат в диапазоне $1 \div 999$; при этом на практике редко используются значения больше 200.

2.4.1.4. Установка полярности аналитического сигнала

Следующее нажатие на кнопку «режим» вызывает на дисплее полярность выдаваемого сигнала, положительную «Polarity + (POS)» или отрицательную «Polarity - (NEG)» (направление регистрируемого хроматографического пика «вверх» или «вниз»). Кнопка «<» переключает полярность из положительной в отрицательную, кнопка «>» - из отрицательной в положительную.

При работе по цифровому каналу рекомендуется установить отрицательную полярность и «переворачивать» пики с помощью программного обеспечения.

2.4.1.5. Установка постоянной времени

Следующее нажатие на кнопку «режим» вызывает на дисплее значение постоянной времени, например «Time const. 1 s». Кнопка «<» уменьшает значение постоянной времени, кнопка «>» - увеличивает значение постоянной времени. Диапазон допустимых значений: $1 \div 4$ с. При большем значении постоянной времени происходит большее сглаживание аналитического сигнала. Фильтруются как аналоговый, так и цифровой аналитические сигналы.

Сглаживание сигнала производится «RC-фильтром», который наиболее эффективно сглаживает шумы, но при этом меняет форму и площадь аналитических пиков, что в ряде задач недопустимо. Для работы с минимально измененным аналитическим сигналом следует установить значение постоянной времени 1с. Важно, чтобы значение ширины наиболее узкого пика на хроматограмме превышало не менее чем в 10 раз значение постоянной времени. Например, при ширине пика 15с и выбранной постоянной времени 2с форма пика будет значительно искажена, в этом случае рекомендуется установить постоянную времени 1с.

2.4.2. Режим работы через порт RS-232

Режим работы через порт RS-232 используется в случаях, когда необходимо управлять детектором при помощи программного обеспечения с использованием компьютера, например, при работе хроматографа с автосамплером.

Для перевода детектора в режим работы через порт RS-232 необходимо произвести следующие действия:

- 1 – подсоединить кабель к разъему RS-232 детектора;
- 2 – запустить программу и произвести соответствующие настройки детектора из программы.

ВНИМАНИЕ! При работе через последовательный порт клавиатура детектора блокируется.

2.4.3. Ячейка и термостат ячейки кондуктометрического детектора

Ячейка детектора представляет собой два электрода, взаимно расположенных по принципу «труба в трубе», что позволяет добиться минимального расстояния между электродами при максимальной площади и простоте изготовления.

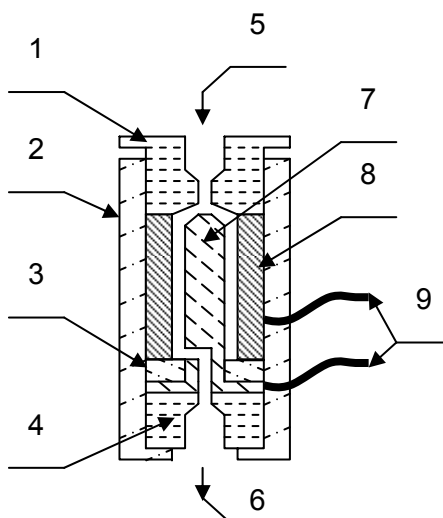


Рис. 5. Конструкция ячейки детектора в разрезе

1. Входной фитинг ячейки, PEEK
2. Корпус ячейки в виде накидной гайки, PEEK
3. Изолирующее кольцо между электродами, PEEK
4. Выходной фитинг ячейки, PEEK
5. Направление входа подвижной фазы
6. Направление выхода подвижной фазы
7. Центральный электрод в виде цилиндра, SS316
8. Внешний электрод в виде полого цилиндра, SS316
9. Подводящие провода

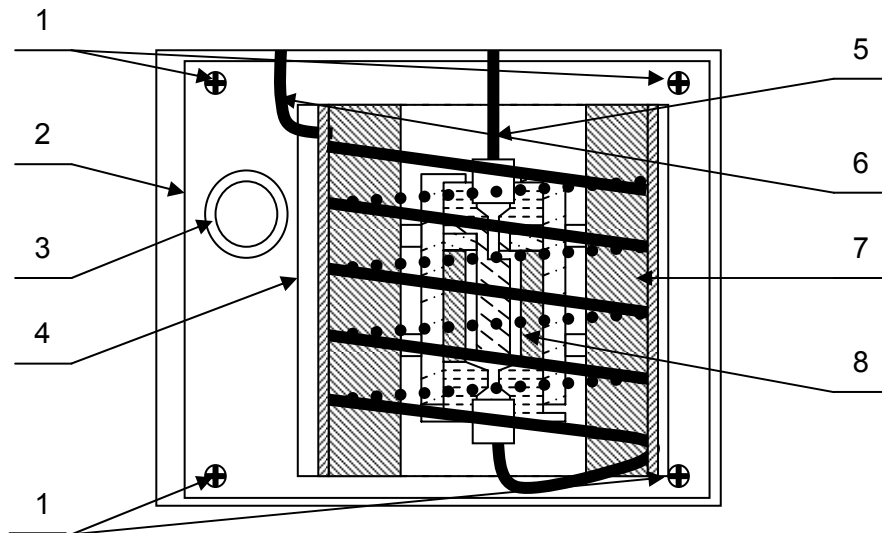


Рис. 6. Конструкция термостата ячейки детектора в разрезе

1. Крепежные винты станины термостата
2. Станина термостата
3. Разъем питания термостата и съема сигнала
4. Плата с нагревательными элементами термостата
5. Выходной капилляр
6. Входной капилляр
7. Тело станины термостата
8. Ячейка

3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1. Технические характеристики детектора.

	Характеристика	Значение
1	Объем ячейки, мм ³	20
2	Максимальное давление, создаваемое ячейкой при потоке воды 2 см ³ /мин и температуре термостата 30 °С, бар, не более	4,5
3	Материал жидкостного тракта	PEEK (полиэфирэфиркетон) и нержавеющая сталь (SS316)
4	Диапазон температуры ячейки, °С	30 ÷ 60
5	Точность поддержания температуры ячейки, °С	0,1
6	Амплитуда напряжения на электродах ячейки, мВ	50
7	Частота прямоугольного напряжения кГц	10
8	Точность измерения электропроводности по показаниям ЖК-дисплея %, не менее	0,01
9	Тип компенсации	автоматический
10	Пределы измерения сопротивления ячейки, Ом	50 ÷ 10 ⁷
11	Диапазон установки постоянной времени, сек	1 ÷ 4
12	Диапазон коэффициента усиления	1 ÷ 999
13	Амплитуда аналогового выходного сигнала, В, не более	±2,5
14	Частота и разрядность цифрового выхода, Гц/бит, не менее	6/16
15	Протокол обмена данными	RS-232
16	Время выхода на рабочий режим, мин, не более	20
17	Фитинги входные и выходные	Капилляр 1/16" OD
18	Питание от сети переменного тока, напряжение/частота, В/Гц	220/50
19	Потребляемая мощность, ВА, не более	40
20	Габаритные размеры (высота, ширина, глубина), мм	160x330x300
21	Масса, кг, не более	3,75

4. КОМПЛЕКТАЦИЯ

Таблица 2. Комплектация детектора

1	Детектор кондуктометрический CD 510	1
2	Сетевой кабель	1
3	Соединитель нулевого объема JR-061	1
4	Прижимной винт JR-5507 или 5502	2
5	Лист тестирования	1
6	Руководство по эксплуатации 4215-003.1.1-18294344 РЭ	1
7	Упаковка	1

5. УСТАНОВКА ДЕТЕКТОРА

5.1. Размещение на рабочем месте и условия окружающей среды

Детектор устанавливается горизонтально на физический или химический лабораторный стол или в стойку с аналогичным оборудованием так, чтобы обеспечить возможность доступа к задней панели. При поставке детектора в составе хроматографа на боковых планках детектора располагаются крепления штатива для вспомогательных устройств (инжектора, термостатируемого блока и пр.) для которых следует предусмотреть место. В случае установки детектора в стойку следует поместить детектор на насос.

Место установки детектора должно быть чистым, температура и влажность воздуха - стабильными. Температура окружающего воздуха должна быть в пределах от 10 до 30 °С, а относительная влажность - от 20 до 90%.

5.2. Требования к электропитанию, заземлению

Подключение к однофазной сети переменного тока осуществляется через розетку с третьим заземляющим выводом.

6. ПОДГОТОВКА ДЕТЕКТОРА К РАБОТЕ

Прибор поставляется с ячейкой, заполненной изопропиловым спиртом. Подсоедините входной капилляр детектора к насосу и промойте детектор в течение 5 мин дистиллированной водой при расходе 2 см³/мин.

После длительного перерыва в работе без консервации ячейку детектора следует промыть в следующей последовательности:

- дистиллированная вода – 20 см³;
- 70% водный ацетон - 50 см³;
- дистиллированная вода - 20 см³;
- 0,1н азотная кислота - 20 см³;
- дистиллированная вода - 50 см³.

Скорость потока при промывке – 5 см³/мин. Промывку следует производить при отключенных колонке, подавителе и инжекторе.

После удаления изопропилового спирта подсоедините детектор к колонке, а в случае работы с подавителем фоновой электропроводности соедините капилляр с подавителем; выходной капилляр опустите в емкость для слива. При необходимости удлините сливной капилляр тефлоновым капилляром с внутренним диаметром не менее 0,5 мм. Подсоедините детектор к компьютеру либо через АЦП, либо напрямую через разъем RS-232. Подсоедините детектор к сети.

Детектор готов к работе.

7. ПОРЯДОК РАБОТЫ С ДЕТЕКТОРОМ В СОСТАВЕ ХРОМАТОГРАФА

7.1. Включение детектора

Включите детектор выключателем «сеть», включите другие модули хроматографа. В случае работы по цифровому каналу обратитесь к соответствующему разделу Руководства Пользователя программного обеспечения. В случае работы по аналоговому каналу воспользуйтесь меню согласно п. 2.4.1, а также Руководством Пользователя программного обеспечения.

Установите температуру термостата ячейки 35 °С;

Установите значение усиления (gain) в соответствии со значениями из таб. 3, столбец 5. Через 20 мин при нажатии кнопки «УСТАНОВКА НУЛЯ» значения фоновой электропроводности должны находиться в диапазоне, указанном в таблице 3.

Таблица 3. Основные параметры детектора при работе по стандартным методикам

	Тип анализа	Подвижная фаза	Фоновая электропроводность, мкСм	Рекомендуемая величина усиления (gain)
1	Анионы с подавлением	Раствор карбоната натрия 1,8 мМ/дм ³ и бикарбоната натрия 1,7 мМ/дм ³	600 ÷ 1800	1 ÷ 50
2	Катионы I группы	Раствор азотной кислоты 4 мМ/дм ³	4500 ÷ 5500	10 ÷ 200
3	Катионы II группы	Раствор этилендиамина и щавелевой кислоты по 4 мМ/дм ³ каждого	5000 ÷ 6500	50 ÷ 200

7.2. Выключение детектора

Выключите выключатель «сеть» на задней панели детектора. Допускается выключение детектора одновременно с остальными блоками хроматографа общим выключателем сетевого питания.

ВНИМАНИЕ! При выключении детектора сохраняются текущие значения установленных параметров.

8. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА

8.1. Обслуживание детектора

Детектор относится к разряду малообслуживаемых устройств.

Таблица 4. Показания к техническому обслуживанию

	Процедура	Показания к техническому обслуживанию
1	Промывка ячейки ацетоном	Хаотический шум, не проходящий после дегазации подвижной фазы (тест проводится при отключенном подавителе)

Срок службы остальных элементов соответствует полному сроку службы детектора.

8.2. Консервация и транспортировка детектора

К консервации детектора следует прибегать в случае длительных перерывов в работе (месяц и более), а также в случае хранения или транспортировки при отрицательных температурах.

Для консервации заполните жидкостный тракт детектора изопропиловым спиртом. Соедините входной и выходной капилляры соединителем нулевого объема.

Транспортировку по возможности следует осуществлять в упаковке фирмы-производителя.

Условия транспортировки описаны в паспорте детектора.

9. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Таблица 5.

Неисправность	Возможная причина	Особенности неисправности	Способ устранения
1. Детектор перегружен; не выполняется команда «УСТАНОВКА НУЛЯ»	1.1. Слишком высока фоновая электропроводность подвижной фазы	1.1.1. Неправильно приготовлена подвижная фаза	1.1.1.1. Убедитесь в правильном приготовлении подвижной фазы
		1.1.2. Подвижная фаза не была дегазирована должным образом	1.1.2.1. Дегазируйте подвижную фазу
		1.1.3. Не работает система подавления	1.1.3.1. Проверьте регенерирующий раствор капиллярного подавителя 1.1.3.2. Проверьте герметичность капиллярного подавителя 1.1.3.3. В случае использования электродиализного подавителя обратитесь к его руководству по эксплуатации.
	1.2. Течь в системе	1.2.1. Соединения не затянуты	1.2.1.1. Подтяните соединения
		1.2.2. Забился капилляр ячейки	1.2.2.1. Обратитесь в сервисную службу
	1.3. Неверное значение коэффициента усиления	1.3.1. Слишком высокое значение коэффициента усиления (gain)	1.3.1.1. Установите необходимое значение коэффициента усиления (gain) (см. п. 7.1).
2. Регулярный тепловой (с большим периодом) шум	2.1. Не работает термостат ячейки	2.1.1. Термостат поврежден	2.1.1.1. Обратитесь в сервисную службу.
		2.1.2. Температура окружающего воздуха отличается менее чем на 5 °С от установленной на термостате ячейки	2.1.2.1. Задайте температуру термостата ячейки выше текущей
3. Нерегулярный тепловой (с большим периодом) шум и/или резкие скачки базовой линии	3.1. Плохо подготовлена подвижная фаза	3.1.1. Фаза не была дегазирована и отфильтрована должным образом	3.1.1.1. Отдегазируйте и отфильтруйте подвижную фазу
	3.2. Течь в системе	3.2.1. Соединения не затянуты	3.2.1.1. Подтяните соединения
			3.2.1.2. Если течь устранить не удалось, обратитесь в сервисную службу
	3.3. Нестабильность потока	3.3.1. Неправильная работа насоса	3.3.1.1. Проверьте насос
	3.4. Не работает система подавления	3.4.1. Неправильно приготовлен регенерирующий раствор капиллярного подавителя или неверно задана сила тока электромембранного подавителя	3.4.1.1. Замените регенерирующий раствор или установите верное значение силы тока в соответствии с РЭ на подавитель
3.4.1.2. Обратитесь в сервисную службу			
3.5. Сильно загрязнена колонка	3.5.1. Введение неправильно подготовленных или сильно загрязненных образцов.	3.5.1.1. Промойте колонку подвижной фазой, дождитесь выхода на базовую линию 3.5.1.2. Замените предколонку	

Таблица 5, продолжение.

4. Сильный дрейф базовой линии	4.1. Нестабильна фоновая электропроводность	4.1.1. Нет динамического равновесия в системе	4.1.1.1. Дождитесь постоянства состава подвижной фазы; готовьте подвижную фазу заранее (например, за сутки до эксперимента)
		4.1.2. Не работает система подавления	4.1.2.1. Проверьте систему подавления, замените регенерирующий раствор
	4.2. Нестабильна внешняя температура в помещении	4.2.1. Термостату не удается поддерживать заданную температуру	4.2.1.1. Устраните сквозняк или переместите детектор в другое место
	4.3. Детектор стоит на прямом солнечном свете	4.3.1. Термостату не удается поддерживать заданную температуру	4.3.1.1. Переместите детектор в другое место или закройте его от прямого солнечного света
5. Детектор перегружен, команда «УСТАНОВКА НУЛЯ» выполняется	5.1. Превышен динамический диапазон детектора	5.1.1. Концентрация анализируемых ионов слишком велика	5.1.1.1. Разведите анализируемый образец в необходимое число раз
		5.1.2. Объем вводимого образца слишком велик	5.1.2.1. Поставьте петлю меньшего объема
6. Высокое давление на детекторе	6.1. Пережаты или засорены входной, или выходной капилляры. Засорена ячейка	6.1.1. Пережат входной или выходной капилляр ячейки	6.1.1.1. Обрежьте кончики пережатых капилляров
		6.1.2. Засор внутри капилляров или ячейки	6.1.2.1. Обратитесь в сервисную службу

ВНИМАНИЕ! При выходе пика мертвого объема допускается перегрузка детектора.

ВНИМАНИЕ! Производитель оставляет за собой право вносить незначительные изменения в конструкцию и ПО детектора, не ухудшающие его характеристики.

Приложение 1.

Вспомогательные растворы, применяемые при работе с детектором.

Промывной раствор применяется для промывки детектора при переходе с солевых растворов и растворов кислот к моющему и консервирующему растворам и наоборот.

Моющий раствор применяется при очистке ячейки детектора от органических загрязнений.

Консервирующий раствор применяется при консервации детектора на длительный (более 1 месяца) срок и при транспортировке.

Таблица 6. Вспомогательные растворы, используемые в детекторе.

	Название раствора	Состав раствора
1	Промывной раствор, применяемый при перебивке с водных подвижных фаз или после моющего раствора	Вода деионизованная или дистиллированная
2	Моющий раствор	Ацетон
3	Консервирующий раствор	Изопропиловый спирт*

*При отсутствии изопропилового спирта допускается использование этилового спирта.

Приложение 2.

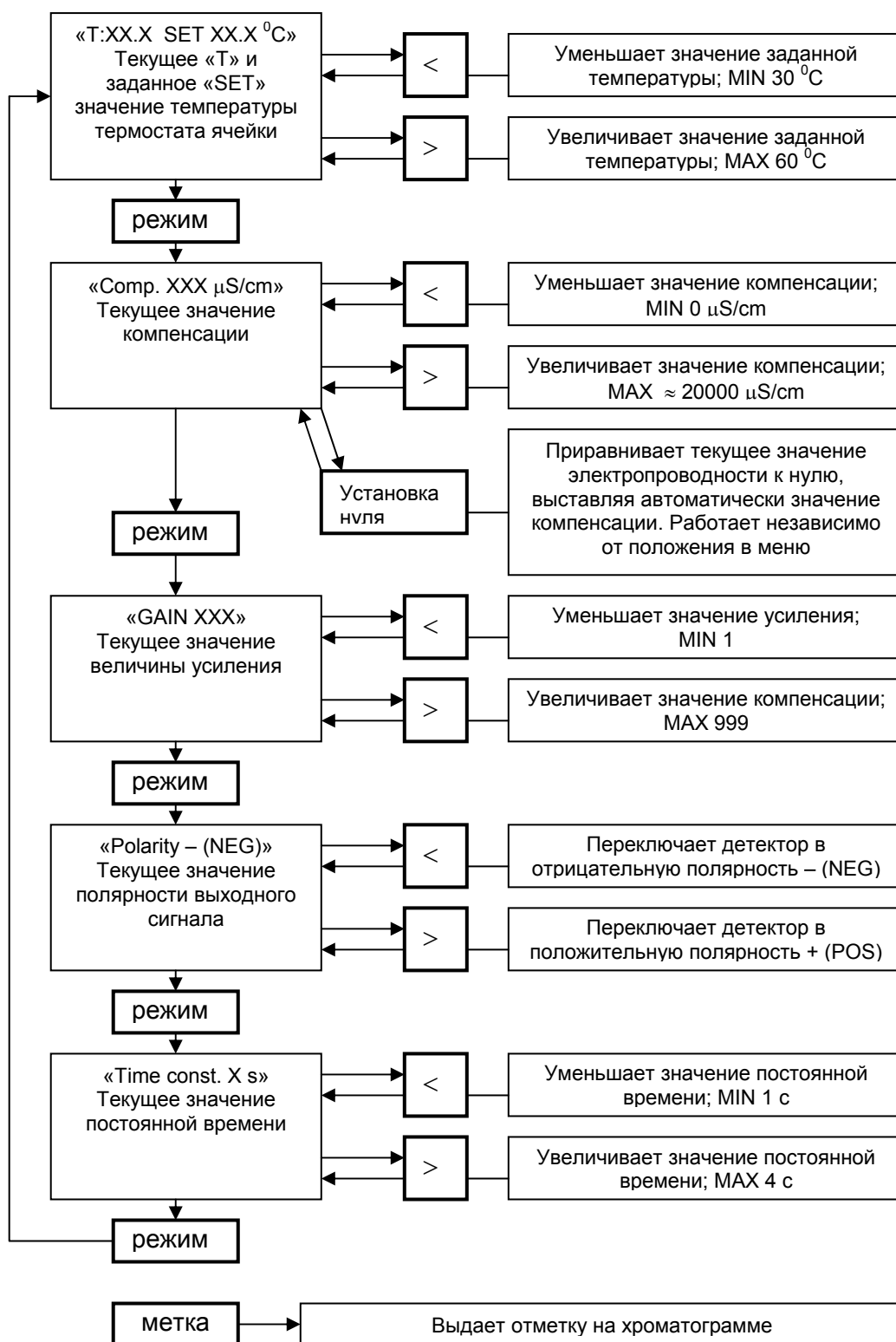


Рис. 1. Внутреннее меню детектора.

При нажатии и удерживании более 2с кнопок «<» или «>» скорость изменения значения возрастает.

ВНИМАНИЕ! Все изменения вступают в силу сразу после установки заданного значения.