

# Рефрактометрические детекторы Smartline 2300/2400

## Руководство пользователя

V7607 11/2004





## Содержание

<b>Использование руководства</b>	<b>5</b>
Обозначения, используемые в руководстве	5
Стандартные операционные процедуры в инструкции	5
<b>Общее описание</b>	<b>6</b>
<b>Основной принцип работы детектора</b>	<b>7</b>
Закон Шелла (вычисление индекса рефракции)	7
Схема оптического блока детектора	8
Расчет величины сигнала	9
<b>Подготовка детектора к работе</b>	<b>10</b>
Распаковка	10
Вид передней и задней панелей детектора	11
Подключение питания, ON/OFF	13
Положение детектора в системе Smartline	13
<b>Работа с детектором</b>	<b>14</b>
Назначение кнопок	14
Включение детектора	15
Структура программного обеспечения	15
Подсоединение капилляров к системе ВЭЖХ	22
Прямое управление детектором	24
Управление детектором с помощью программного обеспечения	25
<b>Подключение других устройств к детектору</b>	<b>26</b>
Использование разъема внешнего управления	26
<b>Обслуживание детектора</b>	<b>30</b>
Недостаточная интенсивность света	30
Извлечение измерительной ячейки	30
Установка измерительной ячейки	32
Проверка калибровки	34
Выключение	35
<b>Сообщения об ошибках</b>	<b>36</b>
Сообщения об ошибках и их причины	36
Другие проблемы и возможные решения	36
<b>Материалы</b>	<b>37</b>

	4
Материалы, контактирующие с элюентом	37
<b>Запасные части и аксессуары</b>	<b>37</b>
Измерительные ячейки для детектора	37
Запасные части и аксессуары, номера по каталогу	37
<b>Технические характеристики</b>	<b>39</b>

## Использование руководства

Это описание относится к рефрактометрическому детектору Smartline 2300 и 2400 версии 3.0 и выше.

### Обозначения, используемые в руководстве

→ ↔ Такие стрелки используются в блоке программ, где пользователь должен выбрать стрелку, соответствующую определенной кнопке. Использование следующих кнопок подразумевает следующие операции:

Курсор вправо: ▶ вверх: ▲ вниз: ▼ влево: ◀



**Специальные предупреждения** отмечены восклицательным знаком на полях и выделены в тексте.



**Полезный совет.**



**Важный совет.**

### Стандартные операционные процедуры в инструкции



Стандартные операционные процедуры (СОП), приведенные в этой инструкции, служат удобным способом представления сложных задач, связанных с управлением детектора. Они включают подробные инструкции, которые помогут Вам при решении рутинных задач. СОП могут использоваться для того, чтобы запротоколировать характеристики прибора.



**Пожалуйста, эксплуатируйте прибор и все его части в соответствии с данным руководством и СОП. Это гарантирует Вам правильный результат и долговечность Вашего прибора.**

СОП 1 Подсоединение капилляров	22
СОП 2 Сборка панели электрических разъемов WAGO	28
СОП 3 Извлечение измерительной ячейки детектора 2300	30
СОП 4 Извлечение измерительной ячейки детектора 2400	31
СОП 5 Установка измерительной ячейки детектора 2300	32
СОП 6 Установка измерительной ячейки детектора 2400	33
СОП 7 Освобождение измерительной ячейки	35

## Общее описание



*Рис. 1 Рефрактометрический детектор Smartline 2300*

Детекторы коэффициента преломления (индекса рефракции) Smartline 2300 и 2400 предоставляют некоторые преимущества по сравнению со своими не менее успешными предшественниками.

Благодаря усовершенствованию оптической схемы такие важные параметры, как значение дрейфа, шума и стабильность к колебаниям температуры, были значительно улучшены.

Дизайн детекторов предполагает их работу как в независимом режиме, так и в составе хроматографической системы Smartline. Доступ к капиллярам облегчается их расположением за передней дверцей с дисплеем и клавиатурой. Новый дизайн элементов управления и увеличенный дисплей облегчают работу с детектором.

Управление детекторами может осуществляться с помощью программного обеспечения KNAUER ChromGate<sup>®</sup> или EuroChrom<sup>®</sup>. Благодаря приведенному в открытом доступе протоколу обмена управление детектором возможно при условии его интеграции в хроматографические системы других фирм-изготовителей. Подсоединение детекторов осуществляется через RS-232 интерфейс либо через разъем внешнего управления.

Рефрактометрические детекторы KNAUER серии Smartline отвечают всем требованиям современных хроматографических систем с необходимостью детектирования коэффициента преломления – при детектировании компонентов, не поглощающих излучение УФ диапазона, как при работе в режиме обычной ВЭЖХ, так и в режиме гель-проникающей хроматографии.

Рефрактометрический детектор Smartline 2300 используется при работе в аналитическом режиме ВЭЖХ со скоростью подачи элюента до 5 мл.мин. Рефрактометрический детектор Smartline 2400 разработан для применения в полупрепаративном режиме со скоростью подачи элюента до 100 мл/мин.

Цифровой сбор данных, операции автообнуления и промывки измерительной ячейки производятся с компьютера. Дополнительный аналоговый выход служит для сбора данных с помощью интегратора или самописца.

## Основной принцип работы детектора

### Закон Шелла (вычисление индекса рефракции)

$$\frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_2} = \frac{c_1}{c_2} = \frac{n_2}{n_1} = n$$

(формула 1), где

$\alpha_1$ : угол падения светового потока

$\alpha_2$ : угол рефракции светового потока

$c_1$ : скорость света в среде 1

$c_2$ : скорость света в среде 2

$n_1$ : коэффициент преломления среды 1

$n_2$ : коэффициент преломления среды 2

$n$ : относительный коэффициент преломления

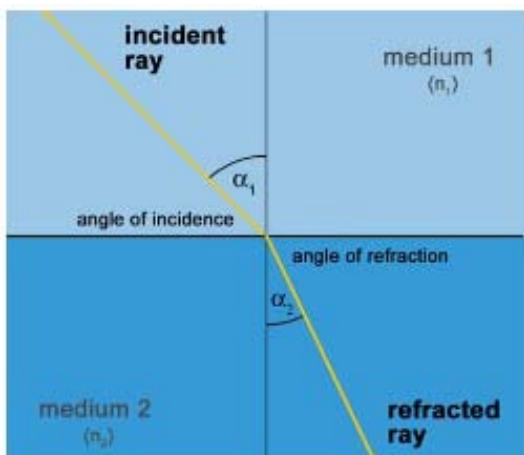


Рис. 2 Преломление светового потока при прохождении границы среды 1 и 2

Закон Шелла гласит, что при прохождении света через границу сред направление светового потока изменяется в зависимости от скорости света и угла падения. При прохождении света из среды с меньшей оптической плотностью в среду с более высокой оптической плотностью световой поток приближается к перпендикуляру (угол светового потока по отношению к перпендикуляру уменьшается). При прохождении света из среды

с более высокой оптической плотностью в среду с меньшей оптической плотностью ситуация обратная – световой поток отдалекается от перпендикуляра (угол направления светового потока по отношению к перпендикуляру увеличивается).

Скорость света в среде зависит от длины волны света и плотности среды. Работа рефрактометрического детектора, как правило, происходит при постоянном значении длины волны. Плотность среды зависит от температуры, давления и состава среды.

### Схема оптического блока детектора

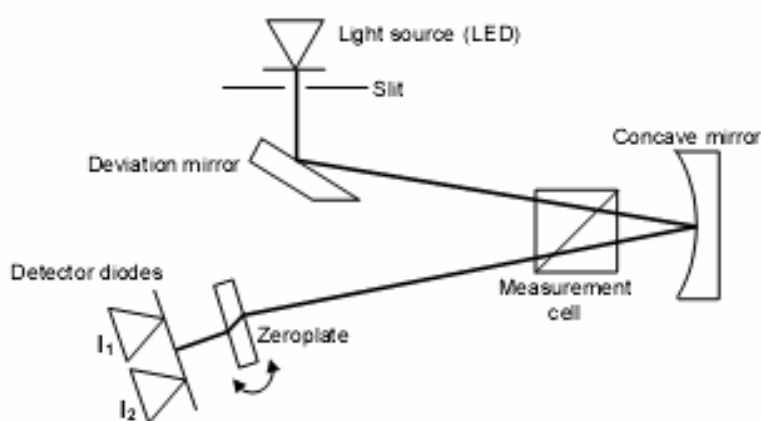


Рис. 3 Схема оптического блока детекторов 2300/2400

Луч света, испускаемый светодиодом, проходит через образец и растворитель в измерительной ячейке дважды. Когда обе части ячейки содержат чистый растворитель, показания детектора устанавливаются на нулевое значение, при этом пластина (zeroplate), направляющая поток света на диоды детектора 1 и 2, поворачивается таким образом, чтобы интенсивности измеряемых световых потоков ( $I_1$  и  $I_2$ ) были одинаковы. Когда отдел измерительной ячейки содержит образец с отличным от раствора сравнения коэффициентом преломления, то угол прохождения светового потока отклоняется согласно относительному изменению показателя преломления (закон преломления Шелла).

Это вызывает изменение интенсивностей света  $I_1$  и  $I_2$  пропорционально концентрации и коэффициенту преломления исследуемого раствора образца. Исходя из этих изменений интенсивностей, производится расчет величины сигнала так, как это описано в разделе “Расчет величины сигнала” и вывод значения на дисплей.

Строение ячейки измерения таково, что в детекторе 2300 угол измерения составляет  $45^\circ$ , а в 2400 –  $15^\circ$ .

$45^\circ$  и  $15^\circ$  кюветы являются взаимозаменяемыми с той лишь разницей, что чувствительность возрастает при увеличении угла измерения до  $45^\circ$  примерно в 3 раза.. Максимальная величина объемной скорости элюента для детекторов при этом не изменяется. Объемная скорость элюента зависит только от внутреннего диаметра капилляра в приборе (1.0 мм для 2400 и 0.3 или 0.7 мм для 2300), но не от типа измерительной ячейки.

Измерения проводятся при длине волны  $\lambda=950\pm 30$  нм. Метод детектирования и обработки сигнала позволяет получать показатель преломления в режиме online без параметров поглощения света. Экран основного меню также позволяет осуществлять непрерывный контроль интенсивности света. Дополнительную информацию можно найти в разделе “Расчет величины сигнала”. Интервал автоматического обнуления включает в себя весь диапазон измерений.

### Расчет величины сигнала

Луч света достигает детектирующих диодов 1 и 2 (см. рис.3), которые постоянно регистрируют значения интенсивностей  $I_1$  и  $I_2$ , зависящих от степени отклонения луча. Результатом измерения является разность  $I_1-I_2$  и сумма  $I_1+I_2$ , которые рассчитываются и выводятся в меню SIGNAL.

Величина сигнала рассчитывается по формуле 2:

$$\text{SIGNAL} = \left\{ \frac{(I_1 - I_2)}{(I_1 + I_2)} + a \right\} \cdot c$$

(формула 2), где


$I_1-I_2$  - разность интенсивностей сигналов


$I_1+I_2$  – сумма интенсивностей сигналов

$a$  – постоянная, определяемая функцией AUTOZERO

$c$  - постоянная, определяемая функцией CALIBRT

Результат расчета указывается в меню SIGNAL и передается на внешние устройства. Сигнал может иметь как положительное, так и отрицательное значение.

 Измерение показателя преломления сильно зависит от температуры. Изменение показателя преломления при изменении температуры на 1 К составляет  $\approx 1 \cdot 10^{-4}$  единиц рефракции, а для органических растворителей -  $\approx 5 \cdot 10^{-4}$  единиц рефракции.

 Рефрактометрические детекторы очень чувствительны к изменению состава элюента. Поэтому этот тип детекторов невозможно использовать в режиме градиентной хроматографии.

## Подготовка детектора к работе

### Распаковка

Все инструменты производства KNAUER тщательно упакованы для транспортировки. После распаковки проверьте, пожалуйста, детектор и комплектующие на наличие механических повреждений, которые могли возникнуть в процессе транспортировки. При необходимости предъявите претензии о повреждениях перевозчику.

Используя приведенный ниже список, пожалуйста, проверьте комплектность поставки детектора 2300/2400. Если, несмотря на наш тщательный контроль, что-то отсутствует, пожалуйста, свяжитесь с представителем нашей фирмы (отдела продаж) в Вашей стране.

### Комплектация рефрактометрического детектора Smartline 2300/2400

1. Рефрактометрический детектор 2300 или 2400 со встроенной измерительной ячейкой



2. Руководство пользователя ----->

3. Кабель подключения питания

4. Кабель RS-232 (9 контактный, female/female)

5. Кабель аналогового соединения (cinch/cinch)

6. Коннектор WAGO (8-контактный) и фиксирующий рычажок
7. Плоский кабель (10 проводов)
8. Уплотнения и игла для шприца
9. Капилляр
10. Шприц (10 мл)



## Вид передней и задней панелей детектора

### Передняя дверца детектора

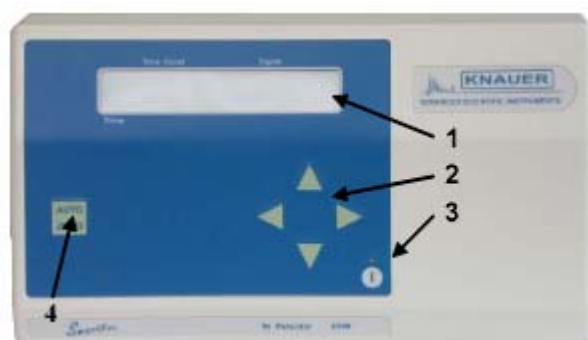


Рис. 4 Вид передней дверцы детектора

1. Дисплей
2. Кнопки управления (курсор вверх, вниз, влево, вправо)
3. Кнопка Standby
4. Кнопка Autozero

### Передняя панель детектора (за дверцей)



Рис. 5 Вид передней панели детектора

1. Вход в ячейку (IN)
2. Выход из ячейки (OUT)

### Задняя панель детектора



Рис. 6 Вид задней панели детектора

1. Аналоговый выход (1 В, настраиваемый)
2. Разъем RS-232
3. Разъем внешнего управления
4. Серийный номер
5. Включение/выключение питания
6. Разъем питания

## Подключение питания, ON/OFF

Рефрактометрический детектор Smartline 2300/2400 оснащен универсальным блоком питания, позволяющим подключать прибор в диапазоне входного напряжения 90 - 230 В переменного тока частотой 47-63 Гц. Эта установка выполнена производителем данного прибора в соответствии с требованиями потребителя. Детектор может быть выключен с помощью переключателя питания на задней панели либо при помощи кнопки ожидания (standby).



**В режиме ожидания детектор не выключен полностью. Только переключатель питания позволяет полностью отключить питание.**

## Положение детектора в системе Smartline

По причине температурной чувствительности детекторов, рефрактометрический детектор Smartline 2300/2400 должен занимать первую (нижнюю) позицию в системе Smartline. Имеющиеся в наличии наборы капилляров будут полностью совместимы при условии выполнения этого правила. На рис. 7 представлена типичная ВЭЖХ система Smartline.



*Рис. 7 Система Smartline для ВЭЖХ*

Если в состав системы для ВЭЖХ входит спектрофотометрический детектор Smartline 2500, рефрактометрический детектор должен быть установлен ниже из-за его повышенной восприимчивости к колебаниям температуры.

## Работа с детектором

### Назначение кнопок

Клавиатура (рис. 4) состоит из четырех кнопок управления (кнопки со стрелкой), кнопки Autozero и кнопки Standby.

#### Кнопка Autozero

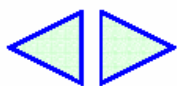


Кнопка Autozero служит для выполнения трех различных функций:

- Кратковременное нажатие при нахождении в главном меню активирует функцию обнуления, при этом значение сигнала и выход интегратора приводятся к нулю. Приведение к нулю производится путем выбора новой константы **a** в соответствии с формулой 2.
- Продолжительное нажатие ( $> 3$  с) при нахождении в главном меню активирует переустановку пластины zeroplate (см. рис. 3). В течение этой процедуры на дисплее размещено сообщение “**zeroplate moving**”.
- Переустановка пластины zeroplate также может быть проведена после нажатия кнопки Autozero или непосредственно после включения детектора, если разница между значениями  $I_1$  и  $I_2$  превышает допустимый уровень.

При нахождении детектора в других меню нажатие кнопки Autozero приводит к возврату в главное меню.

#### Курсорные кнопки



Используйте курсорные кнопки ▶ “вправо” или ◀ “влево” для передвижения курсора к параметру, который необходимо изменить, и подтверждения введенного значения



Использование курсорных кнопок ▲ ”вверх” или ▼ ”вниз” позволяет изменять значение или возможные состояния выбранного параметра.

### Кнопка ожидания (Standby)



Нажатие этой кнопки в течение времени более чем две секунды приводит к переходу детектора режим ожидания. В режиме ожидания включен красный индикатор над кнопкой. Для включения детектора необходимо удерживать кнопку ожидания в течение времени более чем одна секунда, после чего детектор будет включен, а красный индикатор выключен.

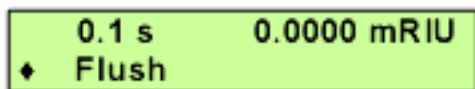
### Включение детектора

Соедините детектор с кабелем подключения питания и включите инструмент. Переключатель питания находится на задней панели. После подключения питания на дисплее возникнет сообщение с указанием версии и номера изделия:



При подключении питания происходит самотестирование прибора: проверка выхода интегратора, введение поправок, переустановка пластины zeroplate и операция autozero.

По окончании процедуры детектор готов к работе. На дисплее при этом размещено главное меню.



По истечении 10 минут для дополнительной стабилизации базовой линии детектор готов к проведению измерений.



**Перед началом проведения измерений промойте оба отдела измерительной ячейки элюентом и проведите уравнивание ВЭЖХ системы в течение 15 минут. После этого Ваша ВЭЖХ система и детектор полностью готовы к работе.**

### Структура программного обеспечения

Программное обеспечение разделено на меню, каждое из которых позволяет произвести различные настройки и типы управления. Переход к меню осуществляется подведением курсора к полю ♦ и последующим нажатием курсорных кнопок ▲ и ▼. На рис. 8 показана схема перехода между меню в любой последовательности.

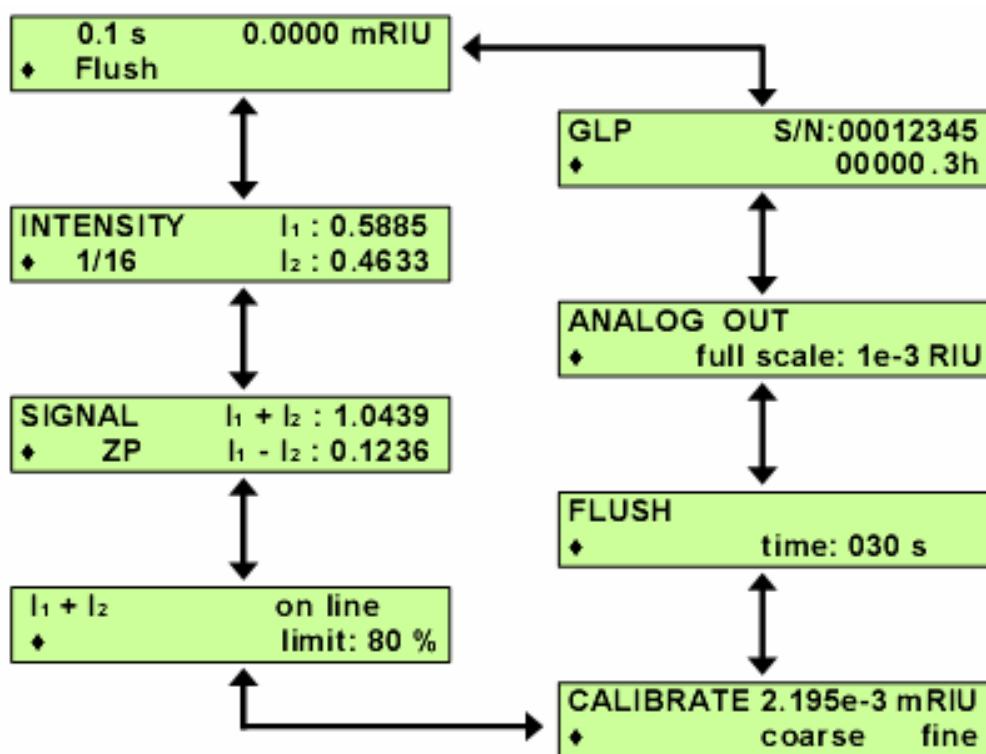


Рис. 8 Последовательность вызова меню детектора 2300/2400

Далее последует детальное описание каждого меню. В пределах каждого меню возможно передвижение курсора к следующему или предыдущему полю с помощью кнопок  $\blacktriangleright$  и  $\blacktriangleleft$ , кнопки  $\blacktriangleup$  и  $\blacktriangledown$  позволяют увеличить или уменьшить значение соответствующего параметра. В ряде случаев вы можете произвести сканирование доступных параметров кнопками  $\blacktriangleup$  и  $\blacktriangledown$ . Произведенные изменения подтверждаются передвижением курсора кнопками  $\blacktriangleright$  и  $\blacktriangleleft$  к следующему полю.

### Главное меню



В главном меню отображены значения постоянной времени и интенсивности сигнала. Значение интенсивности света (в %) отображается только в том случае, если оно падает ниже установленного предела (предельное значение устанавливается в меню  $I_1 + I_2$ ), в противном случае поле остается пустым.

Текущее значение сигнала приводится в виде пятизначного числа, с точностью до четвертого знака после запятой.

Дополнительно возможно управление следующими функциями:

### **Выбор постоянной времени**

Постоянная времени  $t$  - период времени в секундах, в течение которого рассчитывается усредненное значение сигнала из текущих данных. Таким образом, производится сглаживание сигнала. Выбранное значение постоянной времени применяется ко всем выходам детектора. Вы можете выбрать значения: 0.1/0.2/0.5/1.0/2.0/5.0 или 10.0 секунд, величина. Чем больше временная постоянная  $t$ , тем больше сглаживающий эффект базовой линии и сигнала. Значение постоянной времени 1.0 секунд рекомендовано для большинства аналитических задач.

Если детектор управляется с помощью программного обеспечения, рекомендуется устанавливать постоянную времени 0.1 сек.

### **Промывка ячейки сравнения**

Вы можете промыть ячейку сравнения, поместив курсор на поле **Flush**, используя при этом курсорные кнопки ► или ◀ и активируя выполнение функции курсорными кнопками ▲ или ▼. Продолжительность стадии промывки задается в меню **FLUSH** при выборе опции **time**. Стандартное время составляет 30 с. Процесс промывки можно остановить нажатием любой кнопки. Во время промывки с экрана исчезает изображение курсора.

Во время промывки обе части измерительной ячейки – измерительная и сравнительная – соединены и заполнены растворителем.




**Во время промывки скорость потока не должна превышать 3 мл/мин для детектора Smartline 2300 и 20 мл/мин для детектора Smartline 2400. В противном случае соленоидный кран промывки и/или ячейка сравнения могут быть повреждены.**

### **Инверсия сигнала**

Применительно ко всем выходам детектора значение сигнала может быть инвертировано, когда курсор установлен в поле значения сигнала. Курсор перемещайте с помощью

кнопки ► или ◀. Нажимайте кнопки ▲ или ▼ для смены знака сигнала. Инверсия сигнала обозначается надстрочным знаком минус.

0.1 s	0.0000 mRIU
◆ Flush	

 Для препаративной версии рефрактометрического детектора инвертирование значения сигнала произведено по умолчанию, т.к. формирование сигнала в аналитической и препаративной версиях детекторов происходит по разному и обусловлено конструкционными различиями.

### Меню INTENSITY

INTENSITY	$I_1$ : 0.5885
◆ 1/16	$I_2$ : 0.4633

На этой странице меню указаны величины измеряемых интенсивностей  $I_1$  и  $I_2$ . Заметьте, что сумма не может быть рассчитана непосредственно из определяемых данных до тех пор, пока эти интенсивности не сбалансированы.

Продолжительная низкая интенсивность может указывать на присутствие пузырьков воздуха в ячейке или ее загрязнение. Промывка ячейки осуществляется с помощью функции FLUSH.

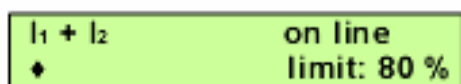
Значение 1/16 отображает время интегрирования.

### Меню SIGNAL

SIGNAL	$I_1 + I_2$ : 1.0439
◆ ZP	$I_1 - I_2$ : 0.1236

В этом меню производится расчет значений  $I_1+I_2$  и  $I_1-I_2$ . Наилучшие результаты достигаются, когда  $I_1$  и  $I_2$  близки к 0.5, и, следовательно,  $I_1+I_2 \approx 1.0$ , а  $I_1-I_2 \approx 0$ . Также в этом меню может быть произведена регулировка положения пластины zeroplate путем активации функции ZP.

## Меню $I_1+I_2$



В меню  $I_1+I_2$  могут быть выбраны следующие режимы:

- **On line** -  $I_1+I_2$  постоянно рассчитывается для каждой текущей точки. Это гарантирует отсутствие влияния флуктуаций поглощения на измеряемое значение. Вклад компоненты шума в измеряемый сигнал возрастает слабо.
- **Autozero** -  $I_1+I_2$  сохраняется постоянным на протяжении всего процесса измерения. Текущее значение суммы интенсивностей заново рассчитывается после активации AUTOZERO, а затем сохраняется.
- **Fixed  $\rightarrow 1$**  - на протяжении всего измерения  $I_1+I_2=1$ . Этот тип характерен для ранее выпускавшейся модели рефрактометрического детектора KNAUER RI-9800.
- **Limit** - При выборе функции **limit** и установке определенного значения интенсивности света (в %) с помощью кнопок ▲ или ▼ установлено предельное значение интенсивности света. Если интенсивность света падает ниже предельного значения, то это будет отражено в главном меню. В противном случае данные не выводятся.

## AUTOZERO и переустановка пластины zeroplate

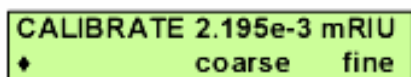
Наилучшие результаты достигаются в случае, когда сумма  $I_1+I_2$  близка к 1 (соответствует 100% интенсивности), а разность  $I_1-I_2$  – к 0. Минимальная детектируемая интенсивность ( $I_1+I_2$ ) должна превышать 80%. Значения интенсивностей  $I_1$  и  $I_2$  выводятся на экран в меню INTENSITY.

Электронная функция Autozero служит для коррекции базовой линии и вычета дрейфа, который может быть вызван колебаниями температуры.

Заметные отклонения от оптимальных значений могут быть скорректированы регулированием пластины zeroplate. Сначала нужно проверить, не является ли отклонение значений  $I_1$  или  $I_2$  от оптимальных следствием пузырька воздуха в ячейке. Наличие воздуха можно распознать по чрезвычайно низкой суммарной интенсивности  $I_1+I_2$  (в главном меню) или значительному различию  $I_1 < I_2$ . Воздух может быть удален из ячейки путем промывания ячейки растворителем (функция FLUSH).

При отсутствии при проведении измерений каких-либо ошибок, активировать регулировку пластины zeroplate можно путем выбора **ZP** в меню SIGNAL или удерживанием клавиши AUTOZERO более 3с. Если разность между  $I_1$  или  $I_2$  падает ниже предельного значения, переустановка платины проводится автоматически.

## Меню CALIBRATE



CALIBRATE 2.195e-3 mRIU  
 \* coarse fine

В данном меню можно установить градуировочную постоянную  $c$  (см. формулу 2). Возможные значения находятся в диапазоне от 0.125 до  $128.0 \times 10^{-3}$  для приборов версии v 1.4 и  $0.125...128.0e^{-3}$ . Для изменения настроек установите курсор в позицию **coarse** или **fine** с помощью кнопок **▶** или **◀**. Теперь Вы можете установить необходимое значение  $c$  с помощью кнопок **▲** или **▼**.

Значения в опции **coarse** (грубая настройка) удваиваются или уменьшаются вдвое, а в опции **fine** (тонкая настройка) увеличиваются или уменьшаются на 4 единицы в третьем знаке после запятой.

Все детекторы KNAUER имеют отрегулированную стандартную чувствительность путем проведения измерений стандартных растворов при 20°C. Выбор другого значения температуры для градуировки приводит к потере старых значений и сохранению новых.



**Изменение градуировочной постоянной  $c$  не меняет соотношения сигнал – шум.**

Выбирая эту постоянную, Вы можете произвести любую градуировку детектора. Таким образом, абсолютная градуировка стандартными растворами может производиться при любой определенной температуре.

## Меню FLUSH



FLUSH  
 \* time: 030 s

В этом меню можно определить продолжительность промывки проточной кюветы. Возможный временной интервал промывки составляет от 1 до 900с. Установите курсор на

поле времени с помощью кнопок ► или ◀ и выберите желаемую продолжительность с помощью кнопок ▲ или ▼. При продолжительном нажатии клавиши стрелка вниз Вы переходите к функции **no valve** (значение меньше 0), которая используется для дезактивации соленоидного клапана промывки.

Промывку рекомендуется проводить в течение 10-20с при объемной скорости потока приблизительно 1 мл/мин. При более низких объемных скоростях используйте более продолжительное промывание.



**Во время промывки скорость потока не должна превышать 3 мл/мин для детектора Smartline 2300 и 20 мл/мин для детектора Smartline 2400. В противном случае соленоидный кран промывки и/или ячейка сравнения могут быть повреждены.**

### Меню ANALOG OUT

ANALOG OUT  
♦ full scale: 1e-3 RIU

Меню ANALOG OUT используется при масштабировании сигналов с аналогового выхода. Максимум выходного сигнала **full scale** составляет 1 В. В соответствии с текущими условиями можно ввести количество единиц рефракции, которое будет соответствовать максимальному отклонению 1 В. Доступны для ввода значения 1e-4, 2e-4, 5e-4, 1e-3, 2e-3, 5e-3, 1e-2, 2e-2, 5e-2, 1e-1, 2e-1, 5e-1, 1e-0, 2e-0, 5e-0 либо 1e+1 RIU (что равняется 0.0001, 0.0002, 0.0005, 0.001, 0.002, 0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 1, 2, 5 и 10 единицам рефракции соответственно).

### Меню GLP

GLP S/N:00012345  
♦ 00000.3h

В меню GLP Вы найдете следующую информацию:

- серийный номер прибора в строке S/N
- во второй строке указывается общее рабочее время детектора

## Подсоединение капилляров к системе ВЭЖХ



Перед началом работы с проточной ячейкой, заполненной жидкостью, убедитесь, что элюент смешивается с использованным ранее. В противном случае промойте кювету растворителем, который смешивается с обоими элюентами.



Хотя рефрактометрический детектор Smartline 2300/2400 обладает достаточной устойчивостью к воздействию большинства используемых в ВЭЖХ элюентов, не допускайте их попадания на поверхность и внутрь инструмента. Хлорсодержащие углеводороды могут разрушать покрытие детектора, а некоторые другие (напр. ТГФ) вызывают порчу клавиатуры.

### СОП 1 Подсоединение капилляров

1. Соедините выход ВЭЖХ колонки с прижимным винтом на входе проточной ячейки (IN)
2. Наденьте прижимной винт, фиксирующий конус и уплотняющий конус на капилляр. Будьте предельно внимательны, соблюдая последовательность и расположение уплотнений, см. рис.12.
3. Вставьте капилляр как можно глубже во вход проточной кюветы.
4. Затяните прижимной винт вручную.
5. Подсоедините капилляр с внутренним диаметром больше 1.0 мм к выходу проточной кюветы (OUT) и опустите его в емкость для слива.



Убедитесь, что не путаете вход и выход ячейки – в противном случае измерительная ячейка будет повреждена.

Схемы прохождения жидкости в обоих детекторах представлены на соответствующих рисунках.

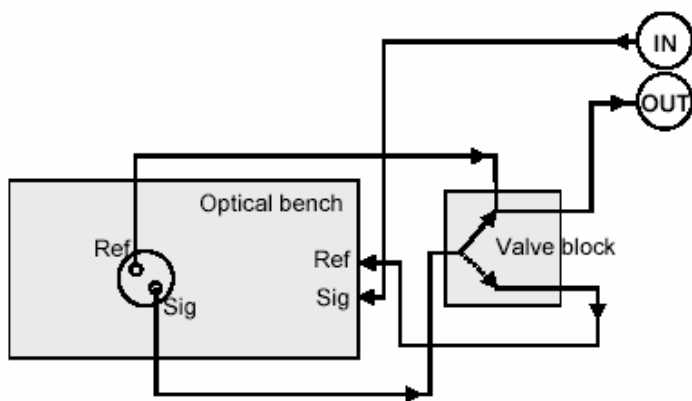


Рис. 9 Схема прохождения жидкости в детекторе 2300

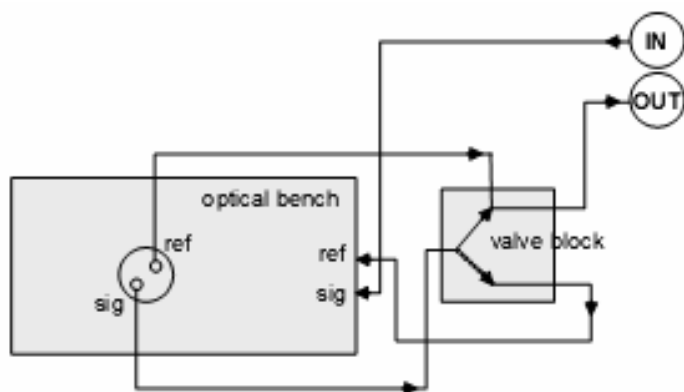


Рис. 10 Схема прохождения жидкости в детекторе 2400

Пример подсоединения капилляров в простой ВЭЖХ системе показан на следующем рисунке.



Измерительная ячейка изготовлена из стекла и чувствительна к воздействию давления. Давление внутри ячейки не должно превышать 2 бар. Более высокое давление может привести к разрушению ячейки. Рефрактометрический детектор всегда должен занимать последнее место в гидравлической цепи инструментов ВЭЖХ системы. Необходимо следить за тем, чтобы на выходе измерительной ячейки детектора не создавалось давления.



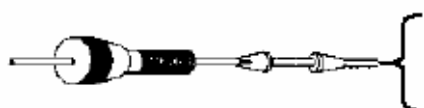
Использование дегазированных элюентов очень важно при проведении измерений рефрактометрическим детектором, т.к. это способствует стабильности базовой линии и высокой чувствительности.



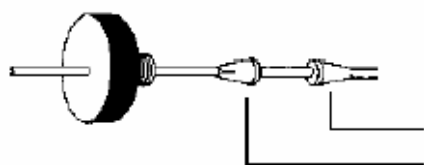
Рис. 11 Капиллярные подсоединения детектора



Используйте прижимные винты **DYNASEAL** и капилляр минимальной длины и внутреннего диаметра для достижения минимального значения мертвого объема.



Длинный прижимной винт



Короткий прижимной винт

Уплотняющий конус  
Фиксирующий конус

Рис.12 Подсоединение капилляров *DYNASEAL*

## Прямое управление детектором

(режим stand-alone)

Соедините детектор с источником питания и включите, соблюдая правила, приведенные в разделе “Подключение питания, ON/OFF ”.



**Перед началом измерений необходим предварительный прогрев детектора в течение 15 минут при работающем ВЭЖХ насосе. При проведении измерений, требующих особой чувствительности, рекомендуется увеличить этот период.**

Источник света включается немедленно при включении детектора и готов к работе непосредственно после включения. Благодаря продолжительному сроку службы лампы невозможно (и не обязательно) выключать лампу (выключение лампы происходит при выключении детектора выключателем питания или кнопкой standby).

Установите необходимое значение постоянной времени в главном меню.

В принципе, после этого Ваш детектор готов к получению хроматограмм. Вывод сигнала осуществляется, например, через аналоговый выход на задней панели детектора.

Опции вывода: Вывод сигнала поглощения может быть настроен. Переместите курсор в поле сигнала. Выберите одну из опций вывода сигнала нажатием кнопок ▲ или ▼ :

1. Normal signal (обычное представление)
2. Signal inversion (индикация сигнала с надстрочным знаком минус)

### **Управление детектором с помощью программного обеспечения**

Программное обеспечение EuroChrom<sup>®</sup> версии 3.05 и выше и ChromGate<sup>®</sup> версии 3.1 или выше для управления рефрактометрическим детектором Smartline 2300/2400 позволяет полностью реализовать все его возможности.



Рис. 13 Программное обеспечение ChromGate<sup>®</sup>

В этом разделе приведена лишь краткая информация о работе детектора с программным обеспечением EuroChrom<sup>®</sup> или ChromGate<sup>®</sup>. Для получения более детальной информации необходимо обратиться к руководству пользователя программой.

### Последовательный порт RS-232

Последовательный порт RS-232, расположенный на задней панели детектора, служит для обмена цифровыми данными между детектором и Вашим персональным компьютером с установленным программным обеспечением (EuroChrom<sup>®</sup> или ChromGate<sup>®</sup>). Соедините порт непосредственно, или, в случае необходимости, через размножитель портов, с последовательным **COM-портом** Вашего компьютера. Для синхронизации начала сбора данных с вводом пробы необходимо соединить контакты ручного инжектора или автосамплера с клеммами START и GROUND на разъеме внешнего управления.

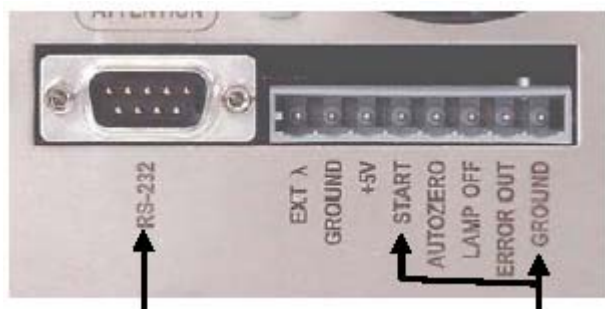


Рис. 14 Последовательный порт RS-232 и разъем внешнего управления

### Протокол обмена

Для управления рефрактометрическим детектором Smartline 2300/2400 через последовательный порт RS-232 с помощью программного обеспечения других фирм-изготовителей необходимо использовать протокол обмена, который поставляется по требованию.

## Подключение других устройств к детектору

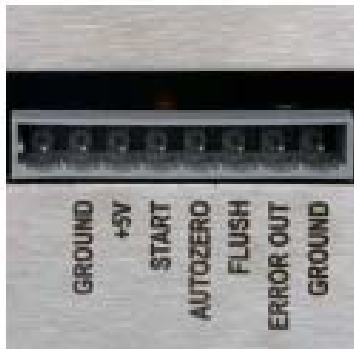
### Использование разъема внешнего управления

На задней панели детектора расположен разъем для подключения внешних устройств, позволяющий посылать или принимать сигналы к другим или от других приборов. Например, исходящий от инжектора или автосамплера стартовый сигнал может быть подан к входу START. Все подключения напряжения должны быть проведены между заземлением GROUND и соответствующим входом.



**Пожалуйста, избегайте электростатических разрядов при касании разъемов на задней панели прибора. Электростатические разряды при касании могут вызвать повреждение электроники прибора.**

Две из восьми соединительных клемм на разъеме являются заземляющими клеммами **ground**, одна для вывода сигналов об ошибках **ERROR OUT** и три – для передачи различных сигналов управления.



*Рис. 15 Разъем для подключения внешних устройств*

<b>GROUND</b>	Клемма для замыкания всех входов и выходов
<b>+5 V</b>	<b>Внимание! Не допустимо использование этой клеммы. Может быть использовано только службой сервиса.</b>
<b>START</b>	Короткое замыкание с <b>GROUND</b> посредством триггера инжектора или автосамплера посылает стартовый сигнал для программного обеспечения (в случае, если детектор подсоединен через RS-232 и поддерживается программным обеспечением).
<b>AUTOZERO</b>	Короткое замыкание с <b>GROUND</b> активирует выполнение операции автоматического обнуления <b>autozero</b> . Повторный запуск измерений происходит после выключения сигнала.
<b>FLUSH</b>	Короткое замыкание с <b>GROUND</b> активирует срабатывание соленоидного клапана промывки на заданный период времени. Отделы измерительной ячейки для раствора образца и элюента соединяются и промываются элюентом. Продолжительное замыкание (> 2 сек) активирует выполнение функции промывки на время подачи сигнала.
<b>ERROR OUT</b>	Сигнал об ошибке, остается активным, пока ошибка существует, например, в случае “ <b>signal overflow</b> ” (ошибка: 0 В, отсутствие ошибки:

+5 В).

**GROUND** Клемма для замыкания всех входов и выходов

### Сборка панели электрических разъемов

Для соединения рефрактометрического детектора с внешними устройствами необходимо использовать кабель с прилагаемым соединительным 8-контактным разъемом WAGO. Схема его сборки представлена ниже.

### СОП 2 Сборка панели электрических разъемов WAGO

1. Вставьте закругленный конец запирающего рычажка в квадратное боковое отверстие требуемого разъема на соединительной панели разъемов
2. Нажмите на затвор в указанном стрелкой направлении
3. Вставьте освобожденный от изоляции конец кабеля в отверстие под затвором
4. Теперь кабель закреплен в соединительном разъеме и вы можете удалить рычажок из отверстия

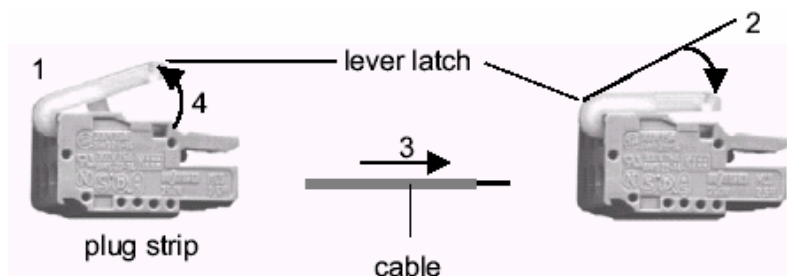


Рис. 16 Сборка электрических разъемов WAGO

### Выход INTEGRATOR



Рис. 22 Выход интегратор

Выход интегратора служит для вывода текущего значения сигнала в виде аналогового напряжения (максимум 1 В). В меню ANALOG OUT можно установить соотношение между величиной сигнала в единицах рефракции и 1 В. Выход интегратора соединяют с

кабелем аналогового соединения или другими специальными соединительными кабелями (не входят в комплектацию детектора).

### **Заземление сигнального кабеля**

Выход сигнала с детектора может быть заземлен как через любую из клемм GROUND так и защитой аналогового выхода. Клемма заземления прибора не соединена с заземлением сигнального кабеля. Заземление сигнального кабеля необходимо произвести через аналоговый выход к заземленному интегратору. Следует избегать множественных соединений с землей (одновременного заземления через клемму GROUND и аналоговый выход). Это может вызвать возникновение циклических шумов, которые могут привести к ошибочным результатам измерений.

## Обслуживание детектора

Для периодической проверки работоспособности детектора Вам необходимо руководствоваться OQ (Operation Qualification) - документацией KNAUER. Автоматизированная операция проверки включена в программное обеспечение ChromGate® (версия 3.1 и выше).

### Недостаточная интенсивность света

Если интенсивность света падает ниже установленного предела, на дисплее отображается ранее полученное значение (в %). Если детектор находится в режиме on-line (меню  $I_1 + I_2$ ), интенсивность света не может непосредственно повлиять на измеряемый сигнал. Однако, при падении интенсивности света возрастает уровень шума детектора.

Низкое значение интенсивности свет может быть вызвано следующими причинами:

Причина	Способ устранения
Поглощение элюента в ИК-области	Используйте другой элюент
Наличие пузырьков воздуха в ячейке	Промойте измерительную ячейку
Загрязнение измерительной ячейки	Очистите или замените ячейку
Негерметичность измерительной ячейки	Извлеките ячейку, будьте уверены, что жидкость не попала внутрь детектора, установите ячейку и новые уплотнения

### Извлечение измерительной ячейки

Удаление измерительной ячейки требуется для ее очистки или замены. Удаление и повторная установка должны осуществляться сотрудниками службы сервиса или пользователями, которые раньше уже проводили подобные операции.

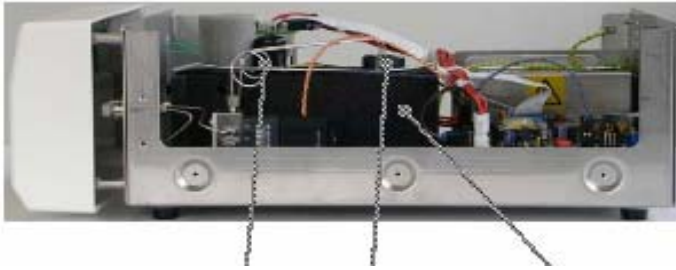


**Обязательно отключайте прибор от сети при работе с задней панелью прибора! Находящиеся внутри электрические контакты находятся под высоким напряжением и могут нанести серьезный вред Вашему здоровью.**

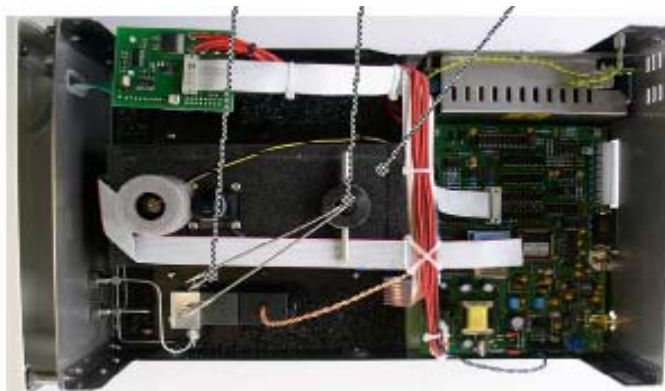
#### СОП 3 Извлечение измерительной ячейки детектора 2300

1. Отключите кабель питания.
2. Освободите измерительную ячейку от жидкости в соответствии с СОП 7.
3. Отверните шесть крепежных винтов корпуса детектора.

4. Снимите корпус, поднимая его вверх.
5. Определите для себя положение ячейки. Измерительная ячейка установлена в оптическом отделении сверху и закреплена с помощью специальной крышки (рис. 18 и 20).



*Капилляры    Гайка крышки    Оптический блок*



*Рис.18 Положение измерительной ячейки детектора 2300*

5. Отверните накладную гайку крышки и сохраните шайбы.
6. Извлеките накладную гайку крышки вместе с уплотняющими шайбами и корпусом ячейки.
7. Извлеките измерительную ячейку из корпуса.

Вы можете произвести очистку ячейки в ультразвуковой ванне, используя подходящий растворитель, или установить новую.

#### **СОП 4 Извлечение измерительной ячейки детектора 2400**

1. Отключите кабель питания.
2. Освободите измерительную ячейку от жидкости в соответствии с СОП 7.
3. Отверните шесть крепежных винтов корпуса детектора.
4. Снимите корпус, поднимая его вверх.
5. Определите для себя положение ячейки. Измерительная ячейка установлена в оптическом отделении сверху и закреплена четырьмя подпружиненными винтами (рис. 19 и 21).

6. Отверните четыре винта вместе с пружинами.
7. Извлеките четыре винта вместе с пружинами и корпусом ячейки.
5. Извлеките измерительную ячейку из корпуса.



*Капилляры    Гайка крышки    Оптический блок*




*Рис.19 Положение измерительной ячейки детектора 2400*

Вы можете произвести очистку ячейки в ультразвуковой ванне, используя подходящий растворитель, или установить новую.

### **Установка измерительной ячейки**

Перед установкой убедитесь, что все детали находятся в рабочем состоянии.

 При каждой последующей установке измерительной проточной кюветы рекомендуется использовать новый комплект уплотнений.

### **СОП 5 Установка измерительной ячейки детектора 2300**

1. Наденьте нижние уплотнения на концы капилляров в основании ячейки, с учетом фаски.
2. Вставьте измерительную ячейку в соответствии с ее положением (см. рис.) в корпусе. Надпись KNAUER должна быть на верхней стороне.

3. Наденьте верхние уплотнения на концы капилляров в корпусе ячейки, с учетом фаски. Установите корпус так, чтобы его плоская часть была направлена в сторону передней части прибора.
4. Закрепите уплотняющие шайбы и наденьте накидную гайку крышки на оптическое отделение. Завинтите накидную гайку крышки вручную.



Если накидная гайка крышки закреплена слишком слабо, то это вызовет утечку жидкости из измерительной ячейки, а если слишком сильно – это может привести к прямому соприкосновению капилляров и ячейки и, следовательно, вызвать ее повреждение.

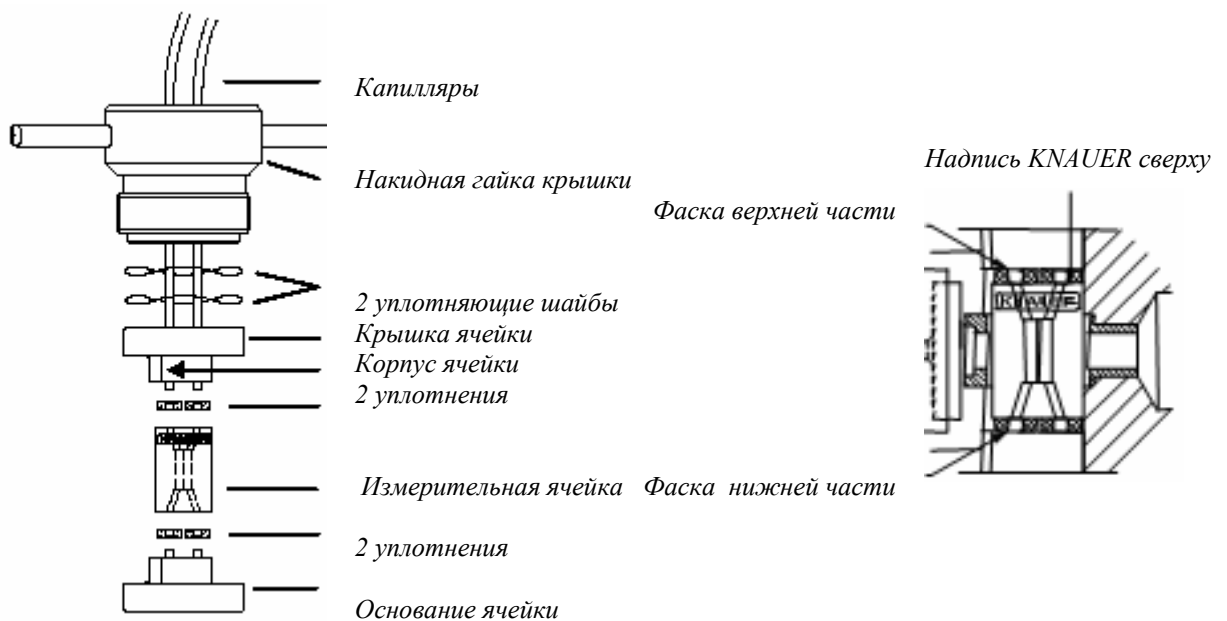


Рис. 20 Вид измерительной ячейки (45°, слева) и ее положение в оптическом блоке (справа, детектор 2300)

5. Поместите на место корпус прибора и заверните шесть винтов.

### СОП 6 Установка измерительной ячейки детектора 2400

1. Наденьте нижние уплотнения на концы капилляров в основании ячейки, с учетом фаски.
2. Вставьте измерительную ячейку в соответствии с ее положением (см. рис.) в корпусе. Надпись KNAUER должна быть на верхней стороне.

3. Наденьте верхние уплотнения на концы капилляров в корпусе ячейки, с учетом фаски. Установите корпус так, чтобы его плоская часть была направлена в сторону передней части прибора.
4. Закрепите пружины, шайбы и четыре винта на оптическом отделении.
5. Заверните винты.



Если винты закреплены слишком слабо, то это вызовет утечку жидкости из измерительной ячейки, а если слишком сильно – это может привести к прямому соприкосновению капилляров и ячейки и, следовательно, вызвать ее повреждение.

6. Поместите на место корпус прибора и заверните шесть винтов.

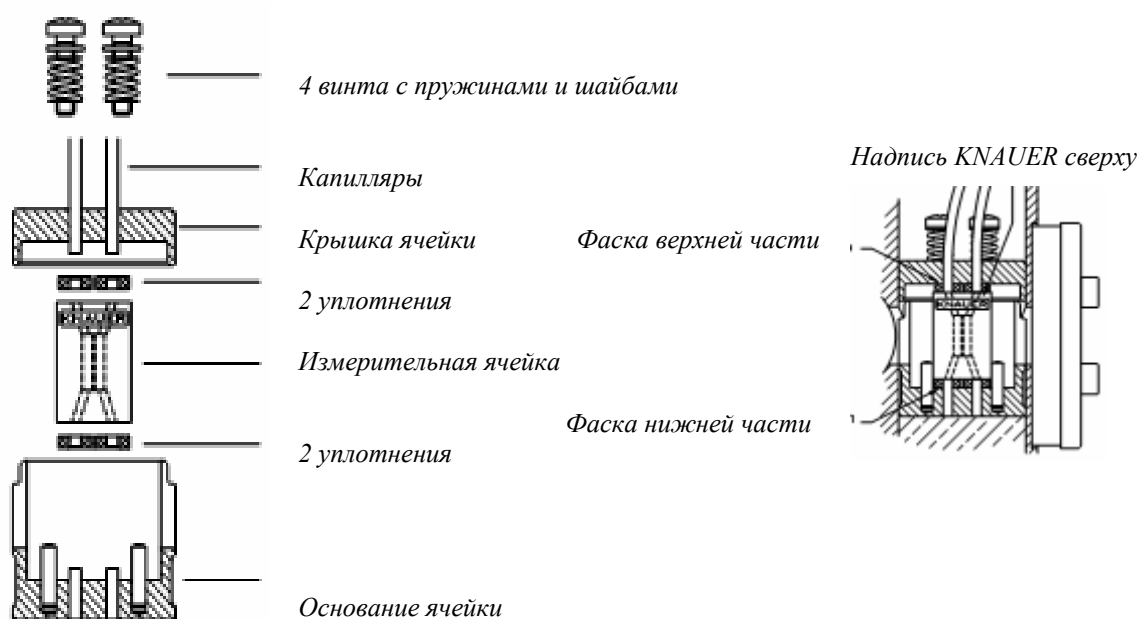


Рис. 21 Вид измерительной ячейки (слева) и ее положение в оптическом блоке (справа)

## Проверка калибровки

Значение рефрактометрического индекса водного раствора лимонной кислоты (10 мг/мл) относительно деионизованной воды должно составлять  $1.147 \times 10^{-3}$  единиц рефракции при температуре 23°C. Водный раствор глюкозы (8.28 мг/мл) также можно использовать для проверки правильности показаний прибора. Значение рефрактометрического индекса относительно деионизованной воды должно составлять  $1 \times 10^{-3}$  единиц рефракции при 20° С.

## Выключение

Для прекращения работы с детектором на длительный период измерительная и сравнительная части ячейки должны быть освобождены от растворителей в соответствии со следующей процедурой:

### СОП 7 Освобождение измерительной ячейки

1. Активируйте функцию **FLUSH** в главном меню. Убедитесь, что выбранная продолжительность промывки достаточна для выполнения шагов 2-5. При необходимости, активируйте функцию **FLUSH** повторно.
2. С помощью шприца объемом 10мл введите в измерительную ячейку растворитель.
3. Аккуратно продуйте измерительную ячейку воздухом, используя шприц объемом 10мл.
4. Заполните измерительную ячейку ацетоном, используя шприц объемом 10мл.
5. Аккуратно заполните измерительную ячейку воздухом, используя шприц объемом 10мл.
6. Закройте все отверстия для подсоединения капилляров на передней панели прибора, используя подходящие заглушки.



**Буферные растворы могут повредить ячейку детектора, находясь в ней всего несколько часов. Поэтому убедитесь, что внутри ячейки детектора после выключения не осталось буферного раствора даже при остановке прибора на короткое время.**

## Сообщения об ошибках

### Сообщения об ошибках и их причины

Сообщение	Возможные причины	Пути устранения
Error Moving Zero Plate	Переустановку пластины zeroplate невозможно произвести из-за наличия пузырьков воздуха в измерительной ячейке	Промойте обе части измерительной ячейки несколько раз. Используйте метанол или его смесь с водой. Проверьте значения $I_1$ и $I_2$ в соответствии с разделом "AUTOZERO и переустановка пластины zeroplate".
	Загрязненная измерительная ячейка	Промойте ячейку
	Переустановку пластины zeroplate невозможно произвести из-за неисправности	Свяжитесь с отделом сервиса KNAUER
Signal Overflow	Избыточная интенсивность света в измерительной ячейке	Промойте обе части ячейки и нажмите кнопку Autozero

### Другие проблемы и возможные решения

Проблема	Возможные причины возникновения	Пути устранения
Уровень интенсивности света слишком низкий (80 % и ниже)	Наличие воздуха в отделах ячейки	Промойте обе части измерительной ячейки несколько раз. Используйте метанол или его смесь с водой. Проверьте значения $I_1$ и $I_2$ .
	Загрязнение ячейки	Промойте ячейку
	Негерметичность ячейки	Устраните утечку жидкости из ячейки
Слишком низкая чувствительность	Загрязнение ячейки	Промойте ячейку
	Детектор не откалиброван	Проведите калибровку детектора
Пики на базовой линии	Наличие воздуха	Проверьте входы в насос
		Используйте дегазатор
		Промойте ячейку с высокой скоростью
Значительный дрейф	Необходим дополнительный прогрев детектора	Подождите, пока детектор не прогреется
	Флуктуации температуры	Работайте при постоянной температуре
	Утечка жидкости из ячейки	Устраните утечку
	Утечка жидкости из клапана	Устраните утечку
Высокий шум	Интенсивность света слишком низкая	См. выше
	Электростатические или электрические помехи	Попытайтесь предотвратить помехи и проверьте заземление детектора. Возможно, детектор необходимо

		подключить к другой розетке.
	Наличие воздуха в ячейке	См. выше
	Периодические влияния (в случае работающего насоса)	Попытайтесь устранить пульсацию, например, с помощью демпфера
	Периодические влияния, вызванные капанием элюента с выходного капилляра	Опустите конец выходного капилляра в растворитель
	Загрязнение ячейки	Промойте ячейку

## Материалы

### Материалы, контактирующие с элюентом

Наименование материала	Компонент детектора, изготовленный из этого материала
Нержавеющая сталь (1.4401)	Капилляры и подсоединения
Кварцевое стекло	Измерительная ячейка (оба отдела)
Тефлон с 25 % стекловолокна	Уплотнения ячейки
Перфторированный полимер	Уплотнения соленоидного клапана промывки
Полиэфирэфиркетон	Соленоидный клапан промывки

## Запасные части и аксессуары

### Измерительные ячейки для детектора

A 0287 Ячейка 15°

A 0295 Ячейка 45°

A 0277 Комплект из 10 уплотнений для ячейки

### Запасные части и аксессуары, номера по каталогу

M 1479 Кабель питания

A 0895 Кабель RS-232 (9 контактный, female/female)

M 0205 Коннектор WAGO (8-контактный)

M 0156 Рычажок для закрепления проводов WAGO

M 1588 Кабель аналогового соединения (cinch/cinch)

G 1023 Кабель интегратора

A 1467 Плоский кабель (10 проводов)

A 0145 Уплотнения с конусом (10 шт)

- А 0141 Уплотнения (10 шт)
- А 0139 Уплотняющее кольцо (30 шт)
- Р 9011 Капилляр 40 мм (внутр. диам. 0.7 мм)
- М 1551 Игла для шприца-луера 1.5 x 50 мм
- Н 0102 Шприц (пластик) 10 мл
- А 0153 Тефлоновый капилляр 3 м (внутр. диам. 1.5)
- U 0317 Тефлоновый капилляр (внутр. диам. 0.35 мм)

- А 1021 Прижимные винты 1/16" , короткие (10 шт)
- А 0484 Фиксирующий конус 1/16" (4 шт)
- А 0139 Фेरула (уплотняющий конус) 1/16" (30 шт)
- А 1062 Фेरула (уплотняющий конус), РЕЕК, 1/16" (10 шт)
- А 1022 Пара фиксирующего и уплотняющего конусов, 1/16" (10 шт)
- А 1070 Пара фиксирующего и уплотняющего конусов, РЕЕК, 1/16" (10 шт)

D  
Y  
N  
A  
S  
E  
A  
L

## Технические характеристики

	<b>Smartline 2300 (аналитический)</b>	<b>Smartline 2400 (препаративный)</b>
Угол измерения	45°	15°
Объем ячейки	15 мкл	9 мкл
Диапазон измерений	$\pm 1 \times 10^{-3}$ ед.рефр.	$\pm 2 \times 10^{-3}$ ед.рефр.
Чувствительность	$3 \times 10^{-8}$ ед.рефр.	$4 \times 10^{-7}$ ед.рефр.
Шум	$\leq \pm 1.5 \times 10^{-8}$ ед.рефр.	$\leq \pm 2 \times 10^{-7}$ ед.рефр.
Длина волны источника	950 ± 30 нм	950 ± 30 нм
Внутренний диаметр капилляров		
Вход	0.3 мм	1.0 мм
Отдел образца ячейки	1.0 мм	1.0 мм
Отдел сравнения ячейки	1.0 мм	1.0 мм
Выход	0.7 мм	1.0 мм
Максимальная скорость потока	5 мл/мин	100 мл/мин
Постоянная времени	0.1/0.2/0.5/1.0/2.0/5.0 и 10.0 сек	0.1/0.2/0.5/1.0/2.0/5.0 и 10.0 сек
Выход интегратора	± 1.0 В, 16 шагов	± 1.0 В, 16 шагов
Диапазон обнуления сигнала	Полный	Полный
Дисплей	Жидкокристаллический 2 x 24 цифры	Жидкокристаллический 2 x 24 цифры
Управление	RS-232, аналоговый выход, разъем внешнего управления, клавиатура	RS-232, аналоговый выход, разъем внешнего управления, клавиатура
Специальные возможности	Встроенный соленоидный клапан для промывки ячейки	Встроенный соленоидный клапан для промывки ячейки
Питание	90 – 260 В, 47 – 63 Гц, 70 Вт	90 – 260 В, 47 – 63 Гц, 70 Вт
Габариты (Ш x В x Д)	226 x 135 x 390 мм	226 x 135 x 390 мм
Вес	8 кг	8 кг
Опция GLP		