

A thick black double-line oval border frames the text.

ClinLab[®]

Instruction Manual
for the
Digital
Electrochemical Detector
EC3000

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|--|----|
| 1. КОМПОНЕНТЫ И АКСЕССУАРЫ ДЕТЕКТОРА ЕС3000 | 4 |
| 2. ВВЕДЕНИЕ | 5 |
| 2.1 Распаковка | 5 |
| 2.2 Гарантийные обязательства | 5 |
| 2.3 Назначение детектора | 5 |
| 3. ТЕОРИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ДЕТЕКТИРОВАНИЯ | 6 |
| 3.1 Реакции электролиза | 6 |
| 3.2 График ток-напряжение | 8 |
| 3.3 Потенциал полуволны | 10 |
| 3.4 Электрохимическая измерительная ячейка | 10 |
| 4. ЭЛЕМЕНТЫ И СОЕДИНЕНИЯ НА ПЕРЕДНЕЙ И ЗАДНЕЙ ПАНЕЛЯХ | 12 |
| 4.1 Передняя панель | 12 |
| 4.2 Задняя панель | 13 |
| 5. УСТАНОВКА | 13 |
| 5.1 Электрохимический детектор ЕС3000 | 13 |
| 5.1.1 <i>Размещение</i> | 13 |
| 5.1.2 <i>Основные соединения</i> | 14 |
| 5.2 Электрохимическая измерительная ячейка ЕС4000, модель Спутник® | 14 |
| 5.2.1 <i>Сборка ячейки</i> | 14 |
| 5.2.2 <i>Подсоединение фитингов и капилляров</i> | 15 |
| 5.2.3 <i>Заполнение электрода сравнения</i> | 16 |
| 5.2.4 <i>Вентиляция измерительной ячейки</i> | 16 |
| 5.2.5 <i>Электрические подсоединения ячейки</i> | 16 |
| 5.3 Сигнальные соединения | 17 |
| 5.3.1 <i>Соединение ВЭЖХ-системы с интегратором</i> | 18 |
| 5.3.2 <i>Соединение ВЭЖХ-системы с ПК интерфейсом</i> | 19 |
| 6. УПРАВЛЕНИЕ | 20 |
| 6.1 Подключение питания | 20 |
| 6.2 Меню Operation | 20 |
| 6.2.1 <i>Общие правила</i> | 20 |
| 6.2.2 <i>Стартовое меню</i> | 20 |
| 6.2.3 <i>Выбор языка и типа управления</i> | 21 |
| 6.2.4 <i>Выбор режимов измерения и детектирования</i> | 21 |
| 6.2.5 <i>Настройки меню переменного-токовой амперометрии</i> | 22 |
| 6.2.6 <i>Настройки меню при очистке ячейки</i> | 23 |
| 6.2.7 <i>Вид меню измерения</i> | 25 |
| 7. ОБСЛУЖИВАНИЕ | 26 |
| 7.1 Пассивация ВЭЖХ-системы | 26 |
| 7.1.1 <i>Причины для проведения пассивации</i> | 26 |
| 7.1.2 <i>Проведение пассивации</i> | 26 |
| 7.2 Обслуживание электрохимической измерительной ячейки ЕС4000 | 27 |
| 7.2.1 <i>Разборка измерительной ячейки</i> | 27 |
| 7.2.2 <i>Очистка и активация рабочего электрода</i> | 28 |
| 7.2.3 <i>Обслуживание электрода сравнения</i> | 28 |
| 7.2.4 <i>Очистка и пассивация вспомогательного электрода</i> | 29 |
| 7.2.5 <i>Сборка измерительной ячейки</i> | 29 |

| | |
|--|----|
| 8. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ | 31 |
| 9. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ | 35 |
| 9.1 Технические характеристики ЕС3000 | 35 |
| 9.2 Технические характеристики ЕС4000, модель Спутник® | 36 |

1. КОМПОНЕНТЫ И АКСЕССУАРЫ ДЕТЕКТОРА ЕС3000

| Кат. номер | | Кол-во |
|------------|---|--------|
| ЕС3000 | Цифровой амперометрический детектор ClinLab[®], модель ЕС3000, комплектация: Цифровой измерительный блок, блок питания, кабель ячейки, заменитель ячейки, установленный в корпус, руководство Аксессуары: | 1 |
| ЕС4000 | Электрохимическая измерительная ячейка ClinLab[®], модель Спутник[®], комплектация: Ячейка, капилляры, фитинги, стеклоуглеродный рабочий электрод, прокладки, электрод сравнения, ключи, 3 М КСl, руководство | 1 |
| ЕС4010 | Комплект для сборки ячейки ClinLab[®], модель Спутник[®], комплектация: Капилляры, фитинги, стеклоуглеродный рабочий электрод, прокладки, электрод сравнения, ключи, 3 М КСl | 1 |
| ЕС3101 | Блок питания | 1 |
| ЕС3102 | Многоканальный кабель для ячейки ЕС4000, модель Спутник [®] | 1 |
| ЕС3103 | Кабель-autozero с универсальным терминалом | 1 |
| ЕС3104 | Кабель-autozero с коннектором НІТАСНІ | 1 |
| ЕС1103 | ВНС-кабель для аналогового выхода с универсальным терминалом | 1 |
| ЕС1104 | ВНС-кабель для аналогового выхода с коннектором НІТАСНІ | 1 |
| ЕС1110 | ВНС-кабель для аналогового выхода с адаптером для интегратора Shimadzu | 1 |
| ЕС3052 | Руководство пользователя | 1 |

По требованию предоставляется прайс-лист для сервисных и запасных частей!

2. ВВЕДЕНИЕ

2.1 Распаковка

- Распакуйте детектор ЕС3000 и аксессуары.
- Проверьте детектор и измерительную ячейку на наличие повреждений. При наличии повреждений, пожалуйста, немедленно свяжитесь с RECIPE.
- Проверьте комплектацию (см. раздел 1)

Внимание: Сохраняйте оригинальные упаковочные материалы. Эти упаковочные материалы предназначены для упаковки и возврата оборудования (в случае его поломки). При упаковке оборудования в другие материалы фирма снимает с себя гарантийные обязательства.

2.2 Гарантийные обязательства

Продолжительность гарантийного срока составляет один год с даты инвойса в соответствии с соглашением о продаже. Гарантийные обязательства распространяются на все материалы и оборудование. Гарантийные обязательства не распространяются на расходные материалы.

Гарантийные обязательства не распространяются на оборудование с повреждениями, вызванными неправильной эксплуатацией, а также применением неподходящих запасных частей и аксессуаров. Не распространяются гарантийные обязательства на оборудование с повреждениями, вызванными неправильной упаковкой, воздействием агрессивных веществ и растворителей.

2.3 Назначение детектора

Электрохимический детектор ЕС3000 разработан для использования в качестве детектора ВЭЖХ-системы. Учтите, что детектор ЕС3000 может использоваться в строгом соответствии с рекомендациями по обслуживанию (см. раздел 7). RECIPE не принимает претензии по отказу оборудования, связанного с неправильной его эксплуатацией.

3. ТЕОРИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ДЕТЕКТИРОВАНИЯ

3.1 Реакции электролиза

При электрохимическом детектировании веществ происходит изменение их состояния, вследствие окисления или восстановления. После разделения веществ на хроматографической колонке они поступают на поверхность рабочего электрода (на котором происходит впоследствии электрохимическая реакция). Потенциал рабочего электрода остается постоянной величиной относительно потенциала раствора, измеряемого электродом сравнения.

Таким образом, электрохимическая ячейка сохраняет постоянный потенциал между рабочим электродом и электродом сравнения.

Для протекания каждой химической реакции необходимо некоторое количество энергии для преодоления энергетического барьера (энергии активации, см. рис. 1). Это количество энергии обеспечивается потенциалом измерительной электрохимической ячейки.

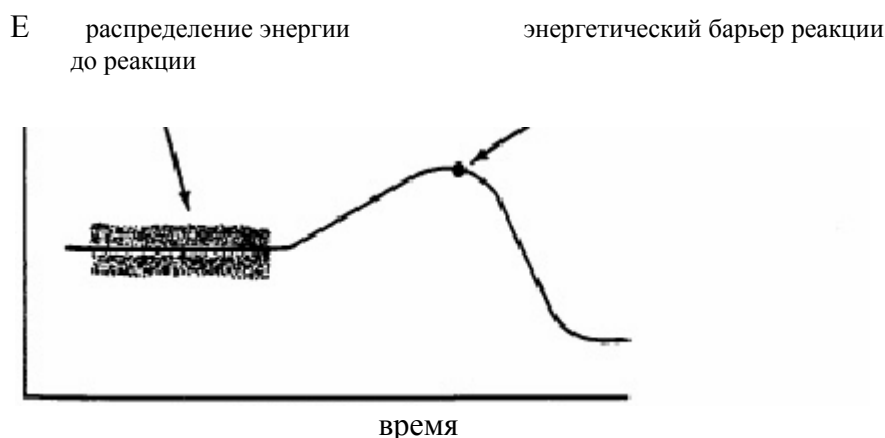


Рис.1 Профиль кинетической энергии химической реакции

При положительном значении потенциала рабочего электрода по отношению к значению потенциала раствора молекулы образца теряют один или более электронов (окисляются). В случае отрицательного значения потенциала рабочего электрода происходит восстановление определяемого вещества (электрод отдает один или более электронов молекуле).

Все молекулы образца имеют некоторый запас внутренней энергии. Профиль распределения энергии в растворе образца имеет типичную колоколообразную форму, благодаря тому, что часть молекул образца требует большее количество энергии для преодоления энергетического барьера реакции, чем остальные (см. рис. 2).

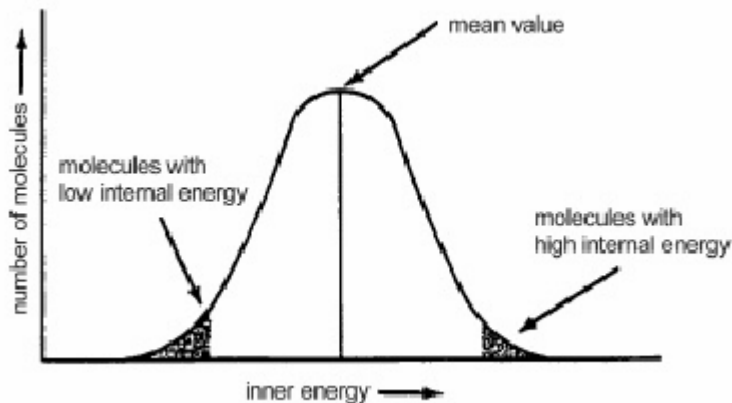


Рис.2 Распределение энергии молекул образца в растворе

Следующее соотношение описывает распределение энергии в электрохимической системе:

$$\text{Напряжение} = \frac{\text{Энергия}}{\text{Константа}} \quad \text{или} \quad \text{Энергия} = \text{Константа} \cdot \text{Напряжение}$$

Напряжение выражено в вольтах (В), а константа Фарадея составляет $9,65 \cdot 10^4$ С/моль.

Количество электрического тока, выделяющегося в момент протекания электрохимической реакции, пропорционально концентрации аналита, проходящего через измерительную ячейку в этот момент. Следующее уравнение описывает взаимосвязь между силой электрического тока и концентрацией:

$$i = N \cdot F \cdot K \cdot D^{2/3} \cdot C, \text{ где}$$

i – величина электрического тока, выделяющегося при реакции восстановления

N – количество электронов, принимающих участие в реакции (от 1 до 8, при реакции с участием органических веществ обычно равно 2)

F – константа Фарадея

K – мощность сопротивления (для данной ячейки является постоянной величиной)

D – диффузионный коэффициент молекул аналита

C – концентрация аналита в ячейке в данный момент

Ход электрохимической реакции можно представить тремя стадиями (см. рис. 3):

1. Диффузия: молекулы аналита перемещаются из объема раствора в ячейке к поверхности электрода.

2. Электролиз: присоединение (восстановление) и потеря (окисление) электронов на поверхности электрода.

3. Редиффузия: аналит, подвергнутый электролизу, перемещается в объем раствора.

Скорость всей электрохимической реакции определяется самой медленной (диффузией или редиффузией) ее стадией.

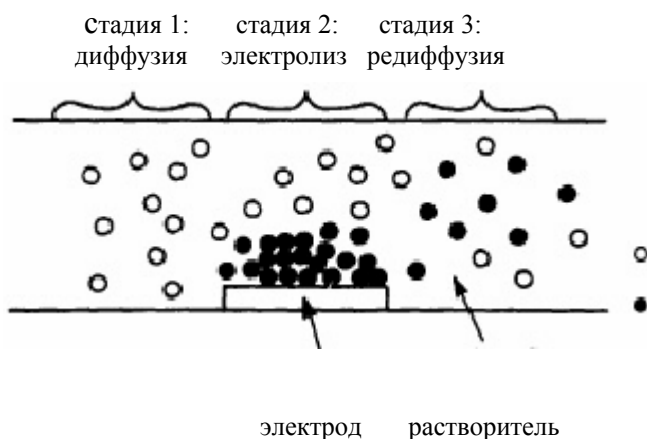


Рис.3 Стадии электрохимической реакции

3.2 График ток-напряжение

Величина тока, возникающего в электрохимической измерительной ячейке, пропорциональна потенциалу рабочего электрода. На вид графика этой зависимости влияет способность аналита окисляться или восстанавливаться при различных значениях потенциала. В случае окисления наблюдается протекание тока в положительном направлении (электроны передвигаются из объема раствора внутрь электрода), при восстановлении электрический ток имеет противоположное направление. Зависимость между величиной потенциала и результирующей величиной тока можно представить в виде графика ток-напряжение, называемым также “гидродинамической вольтаграммой”.

Сила электрического тока также прямо пропорциональна скорости реакции на поверхности электрода. При фиксировании величины электрического тока при различных значениях потенциала график показывает скорость окисления или восстановления по отношению к потенциалу (см. рис.4). Следует заметить, что график в этом случае будет иметь наклон по отношению к оси абсцисс (потенциалу). Это вызвано протеканием реакций электролиза посторонних веществ либо автопротолиза подвижной фазы.

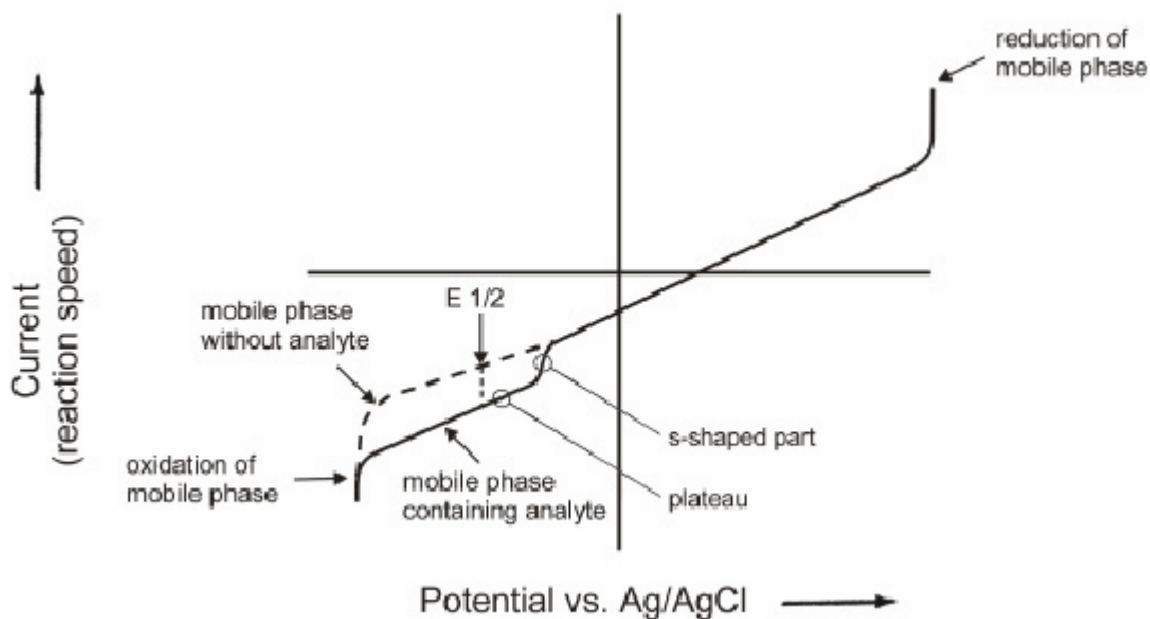


Рис.4 График ток-напряжение

S-образные отрезки графика указывают области, в которых потенциал имеет максимальное влияние на скорость реакции. В этих областях перенос электронов (окисление или восстановление) является лимитирующей стадией электрохимической реакции (см. рис.3). S-образная форма графика является результатом того, что распределение внутренней энергии молекул образца имеет колоколообразную форму зависимости (см. рис.2). При условиях, соответствующих верхней части графика (см. рис.4) лишь несколько молекул участвуют в электрохимической реакции. Количество молекул, обладающих достаточно высокой энергией для протекания электрохимической реакции при относительно низком значении потенциала, невелико. При повышении абсолютного значения потенциала большее количество молекул получает дополнительную энергию, необходимую для протекания электрохимической реакции, следовательно, начинается протекание реакции восстановления. При достижении потенциалом значения, необходимого для вступления всех молекул в реакцию, график зависимости ток-напряжение идет вниз (см. нижнюю часть графика на рис. 4).

При условиях, соответствующих плато на графике (следует заметить, что график не параллелен оси абсцисс в области плато) процесс переноса (диффузии и конвекции) является лимитирующей стадией электрохимической реакции. В этой области графика потенциал не влияет на реакцию восстановления. При значениях потенциала, соответствующих области плато на графике, соотношение сигнал-шум наилучшее. Для получения максимальной

селективности значение потенциала рабочего электрода должно быть выше, чем соответствующее S-образному участку графика.

Края графика зависимости ток-напряжение носят экспоненциальный характер. При длительной работе рабочего электрода наклон графика зависимости ток-напряжение становится меньше. Это обусловлено изменениями на поверхности рабочего электрода, которые приводят к замедлению процесса переноса электронов и, соответственно, к увеличению электрического сопротивления. Для компенсации этого дополнительного сопротивления необходимо прикладывать более высокий потенциал. При этом наблюдается ухудшение чувствительности.

3.3 Потенциал полуволны

Потенциал полуволны ($E_{1/2}$) есть величина, при которой половина молекул аналита обладает запасом внутренней энергии, большим, чем энергия активации электрохимической реакции. Под термином “волна” в данном случае подразумевается S-образная часть кривой на рис.4, которая является отображением распределения внутренней энергии молекул.

Хотя высота волны зависит от концентрации аналита, потенциал полуволны является электрохимической характеристикой вещества. Таким образом, возможно идентифицировать вещества, а также подавлять влияния сопутствующих компонентов. Например, при определении двух веществ с разными значениями потенциала полуволны (разница должна составлять 150 – 250 мВ) существует возможность приложить потенциал на ячейку, при котором лишь одно из веществ (с более низким значением) будет участвовать в электрохимической реакции. Другое вещество при этом будет проходить через ячейку незамеченным. Рекомендуется, таким образом, проводить измерения при максимально низком значении потенциала. Это устраняет влияние посторонних веществ и приводит к высокой селективности.

3.4 Электрохимическая измерительная ячейка

Ячейка включает три электрода: электрод сравнения, рабочий и вспомогательный электроды. На рис.5 и 6 показаны электрохимическая измерительная ячейка ЕС4000, модель Спутник[®], помещенная внутрь корпуса и электроды.



Рис.5 Электрохимическая измерительная ячейка EC4000

Электрод сравнения



Рис.6 Компоненты ячейки: электрод сравнения, рабочий и вспомогательный электроды

Разница потенциалов рабочего электрода и электрода сравнения сохраняется в памяти детектора. Эта разница равна значению при предварительной установке потенциала (см. раздел 6.2.5.).

Во время прохождения потока образца через измерительную ячейку идет процесс его электролиза под воздействием приложенного потенциала. Электрический ток, проходящий через рабочий электрод, является результатом переноса электронов. Этот ток преобразуется электроникой детектора в сигнал напряжения, поступающий на усилитель и проходящий шумовой фильтр. Интеграторный выход выводит сигнал напряжения, пропорциональный току (см. рис. 7).

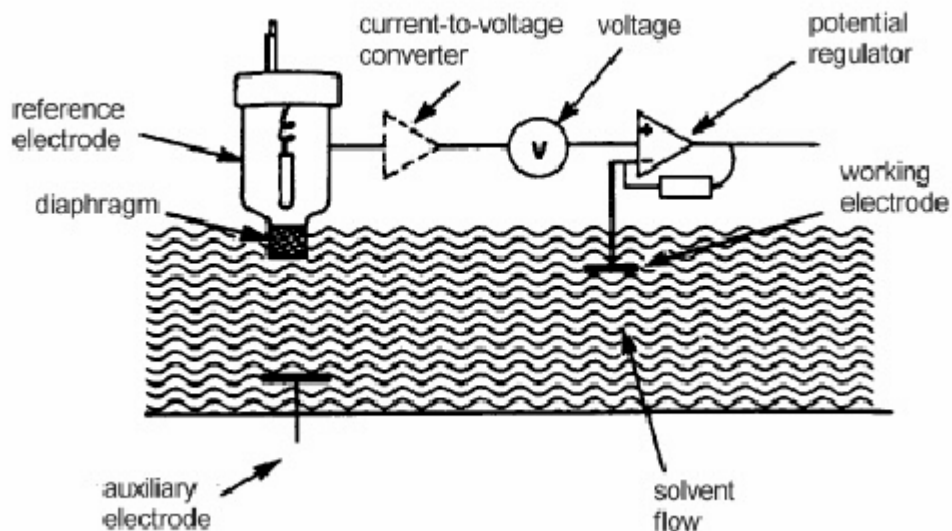


Рис.7 Принцип работы измерительной ячейки

4. ЭЛЕМЕНТЫ И СОЕДИНЕНИЯ НА ПЕРЕДНЕЙ И ЗАДНЕЙ ПАНЕЛЯХ

4.1 Передняя панель



1. Клавиши вкл [1] / выкл [0];
2. Клавиша [Enter];
3. Клавиша [Esc];
4. Функциональные клавиши [F1] – [F4];
5. Функциональные клавиши [F5] – [F9];
6. Курсорные клавиши [Курсор влево, вправо, вверх, вниз, в центр];
7. Контрольные клавиши [+ / -];
8. Переключающие клавиши [+ / -];
9. Клавиша справки [?]

Рис.8 Вид передней панели детектора EC3000

4.2 Задняя панель



10. Разъем подключения питания; **11.** Серийный порт; **12.** Разъем управления; **13.** Разъем аналогового выхода; **14.** Разъем “Active cell”; **15.** Разъем “Passive cell”

Рис.9. Вид задней панели детектора EC3000

5. УСТАНОВКА

5.1 Электрохимический детектор EC3000

5.1.1 Размещение

Место установки детектора должно быть

- Свободно от температурных колебаний
- Удалено от направленных солнечных лучей
- Хорошо проветриваемо и удалено от воздействия агрессивных газов
- Удалено от воздействия электрических и магнитных полей
- Свободно от вибраций

Внимание: Детектор и измерительная ячейка в частности не должны подвергаться воздействию прямых солнечных лучей и сквозняков, поскольку это влияет на стабильность базовой линии и воспроизводимость результатов.

На корпусе электрохимического детектора EC3000 можно разместить другие компоненты ВЭЖХ-системы.

Внимание: При установке компонентов ВЭЖХ-системы необходимо помнить о том, что измерительная электрохимическая ячейка чувствительна к вибрациям.

5.1.2 Основные соединения

- Подключение питания осуществляется с помощью блока питания ЕС3101 из комплекта поставки детектора через разъем подключения питания **10** на задней панели (см. рис.9).
- Блок питания ЕС3101 рассчитан на входное напряжение в интервале 100 – 240 В и частоту переменного тока 47 – 63 Гц.
- Вилка блока питания ЕС3101 может быть отсоединена и заменена на аналогичную (см. рис.10).



Рис.10 Блок питания ЕС3101

5.2 Электрохимическая измерительная ячейка ЕС4000, модель Спутник®

5.2.1 Сборка ячейки

Механические компоненты ячейки собраны при поставке (см. рис.11). При разборе и сборе ячейки руководствуйтесь разделом 7.2.

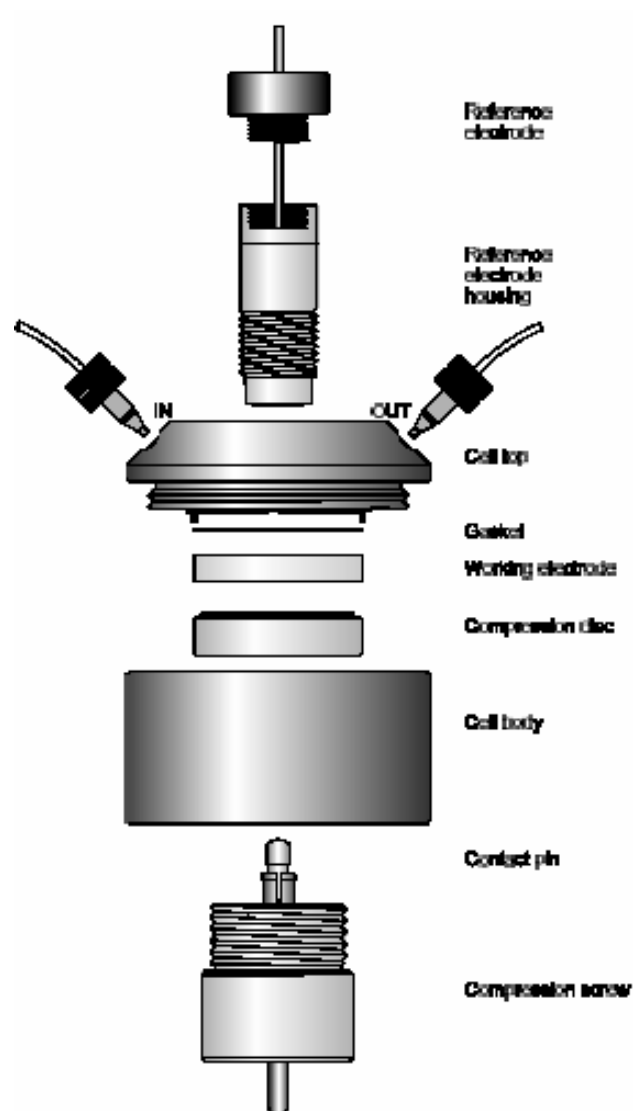


Рис.11 Компоненты измерительной ячейки Спутник[®], сверху вниз: электрод сравнения, корпус электрода сравнения, верх ячейки, прокладка, рабочий электрод, прижимающий диск, корпус ячейки, контакт, прижимающий винт

5.2.2 Подсоединение фитингов и капилляров

Подсоединение ячейки осуществляется с помощью капилляров из полиэфирэфиркетона (ПЕЕК), ко входу ячейки подсоединяется капилляр со внутренним диаметром 0,25 мм, к выходу – 0,50 мм, а также фитингов из ПЕЕК. Во избежание образования мертвого объема необходима правильная посадка капилляров. Капилляры должны быть обрезаны строго под

прямым углом. Вставьте капилляр в фитинг и закрутите фитинг в соответствующее отверстие на верхней части ячейки (IN и OUT соответственно).

5.2.3 Заполнение электрода сравнения

Для заполнения электрода сравнения необходимо отвернуть крышку корпуса. Доведите уровень раствора KCl (кат. номер EC2900) в корпусе электрода до метки (положение метки указано пунктирной линией на рис.12). На диафрагме не должно быть пузырьков воздуха. После заполнения наверните крышку обратно.

5.2.4 Вентиляция измерительной ячейки

Включите подачу элюента. Немного отверните электрод сравнения и подождите несколько секунд, пока не начнется просачивание элюента сквозь соединение. Для удаления пузырьков воздуха со дна электрода сравнения отверните его на $\frac{1}{4}$ оборота и снова заверните в корпус несколько раз (см. рис.12). Затем плотно заверните его окончательно.



Рис.12 Вентиляция измерительной ячейки

5.2.5 Электрические подсоединения ячейки

Установите измерительную ячейку на подставку корпуса ячейки (кат. номер EC4603) и зафиксируйте ее винтами (16). Соединение многоканального кабеля ячейки (кат. номер EC3102) с корпусом и измерительной ячейкой производите в следующей последовательности (см. рис.13 и 14):

- Вставьте разъем (21) кабеля ячейки (см. рис.13) в разъем “Passive cell” (15) (см. рис.9) детектора
- Вставьте защитный разъем (17) (красный, 4 мм) в разъем на корпусе ячейки

- Вставьте заземляющий разъем (18) (красный, 2 мм) в разъем на крышке ячейки
- Вщелкните черный разъем (19) в электрод сравнения
- Вщелкните разъем (20) в рабочий электрод

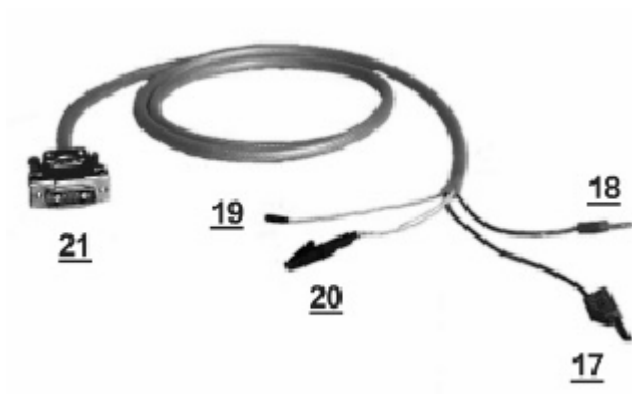


Рис.13 Кабель ячейки



Рис.14 Измерительная ячейка, установленная в корпус

5.3 Сигнальные соединения

Для соединения детектора ЕС3000 с электрохимической измерительной ячейкой ЕС4000, модель Спутник[®], используйте кабель ячейки ЕС3102 (см. раздел 5.2.5).

В зависимости от типа используемого интерфейса сбора данных (интегратор или ПК интерфейс RS232), из комплекта поставки детектора выбираются следующие кабели выхода:

Кабель-autozero

- с универсальным терминалом (кат. номер ЕС3103)

– с коннектором-НИТАСНІ (кат. номер EC3104)

BNC-кабель для аналогового выхода

– с универсальным терминалом (кат. номер EC1103)

– с коннектором-НИТАСНІ (кат. номер EC1104)

– с коннектором для интегратора Shimadzu (кат. номер EC 1110)

5.3.1 Соединение ВЭЖХ-системы с интегратором

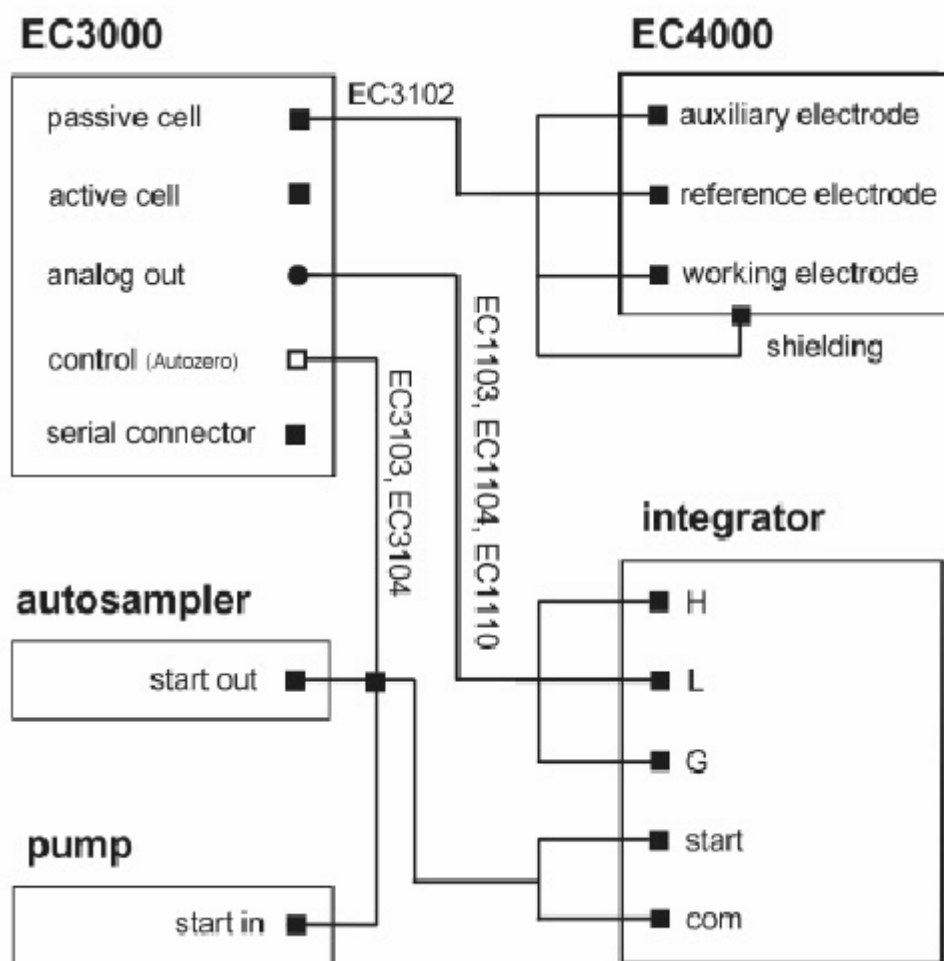


Рис.15 Соединение детектора EC3000 в составе ВЭЖХ-системы с интегратором

5.3.2 Соединение ВЭЖХ-системы с ПК интерфейсом

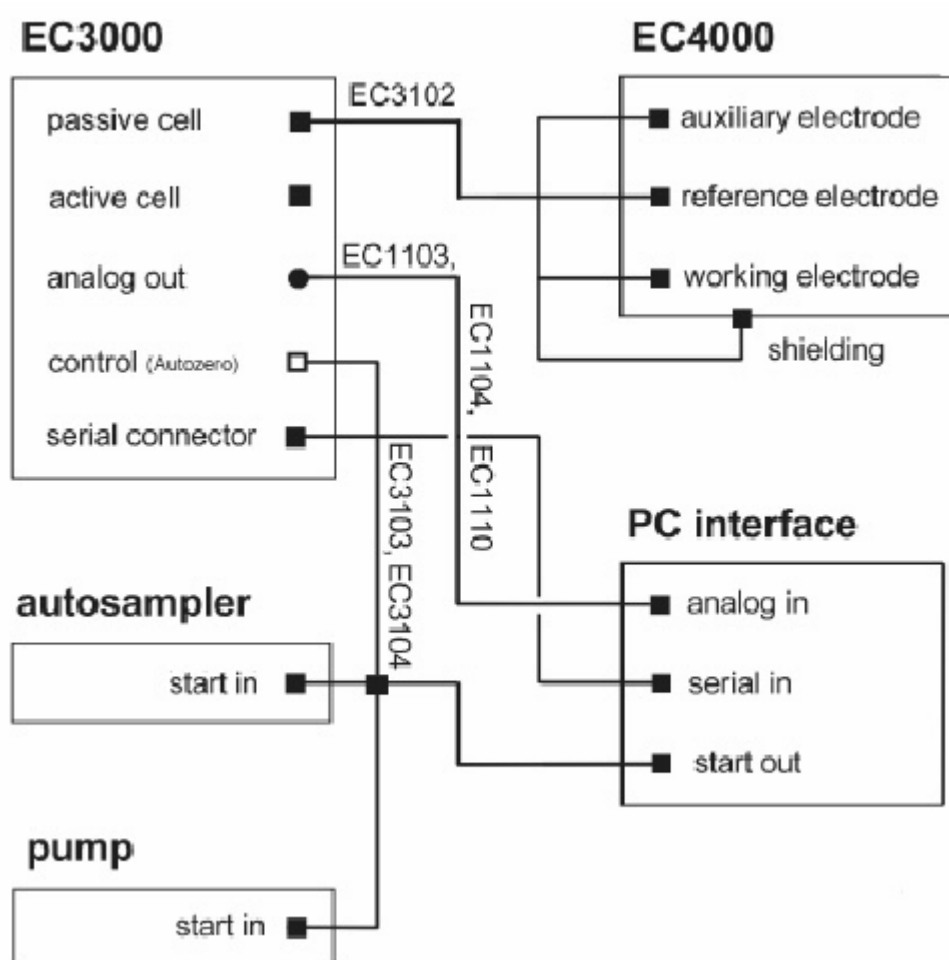


Рис.16 Соединение ВЭЖХ-системы с ПК интерфейсом

6. УПРАВЛЕНИЕ

6.1 Подключение питания

После подсоединения питания (кат. номер блока питания ЕС3101) на детектор подано рабочее напряжение. Дисплей при этом остается темным и без индикации.

Включение и выключение детектора осуществляется клавишей вкл [1] / выкл [0] **(1)** (см. рис.8). Детектор ЕС3000 включен при положении клавиши [1] и выключен в положении клавиши [0].

После включения детектора дисплей загорается и после секундной задержки раздаются три звуковых сигнала.

6.2 Меню Operation

6.2.1 Общие правила

Управление детектором ЕС3000 осуществляется с помощью клавишей пленочной клавиатуры (см. рис.8). При внешнем управлении через ПК интерфейс RS232 руководствуйтесь разделом 6.2.3.

- переход между подменю осуществляется с помощью клавиш [Enter] **(2)** и [Esc] **(3)**
- ввод значений и установок осуществляется с помощью курсорных клавиш **(6)**

Необходимые значения параметров могут быть установлены с точностью до 0,1 или 0,01 с помощью функции “cursor fast”. Для активирования этой функции необходимо нажать клавишу [курсор-центр] и [курсор вверх] или [курсор вниз] соответственно.

6.2.2 Стартовое меню

При включении детектора на дисплей выводится следующая информация: идентификационный номер программного обеспечения, номер версии программного обеспечения, доступные функции управления. После этого детектор проводит самотестирование. При успешном окончании возникает сообщение “successful finished”. В случае неисправности возникает соответствующее сообщение и дальнейшее выполнение команды меню прекращается.

Внимание: Если на дисплее не наблюдается никаких сообщений, необходимо установить гамма-контроль (контрольные клавиши [+] / [-] **(7)**, см. рис.8). Температура поверхности дисплея в процессе работы может изменяться. Поэтому необходима переустановка гамма-контроля в период ожидания детектора. Свечение дисплея осуществляется светоиспускающими диодами.

6.2.3 Выбор языка и типа управления

Функциональные клавиши [F1] – [F4] (4) на рис.8 служат для выбора языка. При базовой поставке детектора ЕС3000 доступны к выбору “English” и “German”.

| | | |
|------|------------|----------------|
| [F1] | “German” | Доступно |
| [F2] | “English” | Доступно |
| [F3] | “Francais” | Не установлено |
| [F4] | “Italian” | Не установлено |

Функциональные клавиши [F7] – [F9] (5) на рис.8 служат для выбора типа управления детектором. При основной поставке детектора функции “Remote”(удаленный контроль) и “Service” не установлены. Возможно лишь ручное управление с клавиатуры.

| | | |
|------|-----------|----------------|
| [F7] | “Manual” | Доступно |
| [F8] | “Remote” | Не установлено |
| [F9] | “Service” | Не установлено |

6.2.4 Выбор режимов измерения и детектирования

Выбор режима измерения осуществляется с помощью функциональных клавиш [F1] – [F4] (4) на рис.8. При базовой поставке детектора ЕС3000 доступна функция “DC-amperometry” (постоянно-токовая амперометрия).

| | | |
|------|---------------------------|----------------|
| [F1] | “DC-amperometry” | Доступно |
| [F2] | “Pulsed amperometry” | Не установлено |
| [F3] | “Cyclic amperometry” | Не установлено |
| [F4] | “Calibration of gradient” | Не установлено |

Функциональные клавиши [F7] – [F9] (5) на рис.8 служат для выбора режима детектирования.

| | | |
|------|-----------|---|
| [F7] | “test” | Выполняется с заменителем ячейки, обеспечивает тестирование электроники |
| [F8] | “passive” | Устанавливается при работе с измерительной ячейкой, например ЕС4000 , модель Спутник®. Кабель ячейки вставляется в разъем “passive cell” (15) |

| | | |
|------|----------|---|
| | | на рис.9. |
| [F9] | “active” | Устанавливается при работе с измерительной ячейкой с интегрированным Предусилителем. Кабель вставляется в разъем “active cell” (14) на рис.9. |

6.2.5 Настройки меню постоянно-токовой амперометрии

Функциональные клавиши [F1] – [F9] (4,5 на рис.8) служат для выбора настроек меню при работе в режиме постоянно-токовой амперометрии.

| | | |
|------|---|--|
| [F1] | Потенциал - 2,00 В....+2,00 В | Значения вводятся курсорными клавишами (6) с шагом в 10 мВ, величина шага 100мВ устанавливается функцией “cursor-fast”, полярность - 2,00 В....+2,00 В переключается клавишами [-] и [+] (8) соответственно. |
| [F2] | Диапазон измерений +/- 10 pA.....20 μA | Ввод значений осуществляется курсорными клавишами (6), возможен ввод следующих значений 10 – 20 – 50 – 100. Выходное напряжение, соответствующее измеряемому диапазону, составляет 1 В на аналоговом выходе (BNC-разъем). Диапазон измерений может быть выбран независимо от величины эффективного базового тока, т.к. эта величина компенсируется настройкой баланса и auto-zero (автообнуление). |
| [F3] | Фильтр 5 Гц.....0,02 Гц | Ввод значений осуществляется курсорными клавишами (6), возможен ввод следующих значений по filter – 5 – 2 – 1 – 0,5 – 0,2 – 0,1 – 0,05 – 0,02 Гц. |
| [F4] | Баланс до +/- 50 μA | Компенсация базового тока, значения вводятся курсорными клавишами (6) с шагом 0,02 нА, величина шага 2,00 нА устанавливается функцией “cursor-fast”, полярность - 2,00 В....+2,00 В переключается клавишами [-] и [+] (8) соответственно. |

| | | |
|------|-----------------|---|
| [F5] | Auto-zero “вкл” | При активации функции “autozero” ввод величины “offset” (баланс) блокирован. Предварительно установленное значение баланса с помощью [F4] не используется для компенсации базового тока. Auto-zero происходит при нажатии [F5], затем |
|------|-----------------|---|

| | | |
|------|---------------------|---|
| | | возникает следующее меню “cell cleaning” (очистка ячейки). |
| [F6] | Auto-zero “выкл” | Функция Auto-zero заблокирована. Ввод значений для компенсации базового тока производится клавишей [F4]. |
| [F7] | Номер программы | Выбор программ с номером от 0 до 99, выбор производится курсорными клавишами, шаг 10 устанавливается функцией “cursor-fast”. |
| [F8] | Сохранить программу | Для занесения в память детектора настроек, определенных клавишами [F1] – [F5], соответствующих программе с номером, выбранным с помощью [F7]. При этом существующие программы переписываются без предупреждения. Программы заносятся в память детектора и сохраняются после выключения. |
| [F9] | Загрузить программу | Номер загружаемой программы выбирается клавишей [F7]. Если программы с введенным номером не существует, на дисплее возникает соответствующее сообщение. |

Нажмите [Enter] **(2)** на рис.8 для начала измерений или перехода к следующему меню:

| | | |
|---------|---------------------------|---|
| [Enter] | Начало измерений | При отключенной функции auto-zero на дисплее выводится информация об условиях измерения (см. раздел 6.2.6). |
| | Переход к следующему меню | При активированной функции auto-zero на дисплее выводится следующее меню (см. раздел 6.2.6). |

6.2.6 Настройки меню при очистке ячейки

Функциональные клавиши [F1] – [F9] **(4,5)** на рис.8) служат для выбора настроек меню при работе при автоматической очистке ячейки.

Внимание: Возможна загрузка любого сочетания программ измерения (раздел 6.2.5) и очистки ячейки (раздел 6.2.6).

| | | |
|------|---------------------------------|--|
| [F1] | Потенциал - 2,00 В...+2,00 В | Значения потенциала очистки вводятся курсорными клавишами (6) с шагом в 10 мВ, величина шага 100мВ устанавливается функцией “cursor-fast”, полярность - 2,00 В...+2,00 В переключается клавишами [-] и [+] (8) соответственно. |
|------|---------------------------------|--|

| | | |
|------|---------------------------------|--|
| [F2] | Задержка старта 10...900 сек | Задержка начала выполнения программы очистки ячейки от момента старта auto-zero. Значения вводятся курсорными клавишами (6) с шагом в 10 сек, величина шага 100 сек устанавливается функцией "cursor-fast". |
| [F3] | Интервал 1...100 сек | Длительность очистки, значения вводятся курсорными клавишами (6) с шагом в 1 сек, величина шага 10 сек устанавливается функцией "cursor-fast" |
| [F4] | Цикл 1...10 | Установка числа аналитических циклов между операциями очистки ячейки. Ввод значений от 1 до 10 курсорными клавишами (6) . |

| | | |
|------|------------------------------|---|
| [F5] | Очистка ячейки Возможна | Запуск очистки ячейки происходит с условиями, определенными клавишами [F1] – [F4] после первого выполнения auto-zero. |
| [F6] | Очистка ячейки Невозможна | Очистка ячейки невозможна в данном меню. |
| [F7] | Номер программы | Выбор программ с номером от 0 до 99, выбор производится курсорными клавишами, шаг 10 устанавливается функцией "cursor-fast". |
| [F8] | Сохранить программу | Для занесения в память детектора настроек, определенных клавишами [F1] – [F5], соответствующих программе с номером, выбранным с помощью [F7]. При этом существующие программы переписываются без предупреждения. Программы заносятся в память детектора и сохраняются после выключения. |
| [F9] | Загрузить программу | Номер загружаемой программы выбирается клавишей [F7]. Если программы с введенным номером не существует, на дисплее возникает соответствующее сообщение. |

Нажмите [Enter] **(2)** на рис.8 для начала измерений или перехода к следующему меню:

| | | |
|---------|------------------|---|
| [Enter] | Начало измерений | На дисплее выводится информация об условиях измерения (см. раздел 6.2.6). |
|---------|------------------|---|

6.2.7 Вид меню измерения

В этом меню выводится информация об условиях выполняемого измерения. При активации auto-zero последующая программа очистки ячейки начинается только по окончании этой операции. Внутри меню возможно перезапустить auto-zero клавишей [F5]:

| | | |
|------|----------------------|---|
| [F5] | Выполнение auto-zero | Начинает выполнение операции auto-zero, возможен внешний запуск операции. Функция auto-zero вычисляет оптимальное компенсационное значение. Это может занять несколько секунд, пока значение “present current” не станет близким к “0”. |
|------|----------------------|---|

Во время измерения активны клавиши: [EXP] (3), контрольные клавиши [+] / [-] (7) и клавиши вкл [1] / выкл [0] (1) (см. рис.8).

В верхней части дисплея выводится величина сигнала в выбранных единицах. В нижней части размещены выбранные установки меню (см. рис.17).

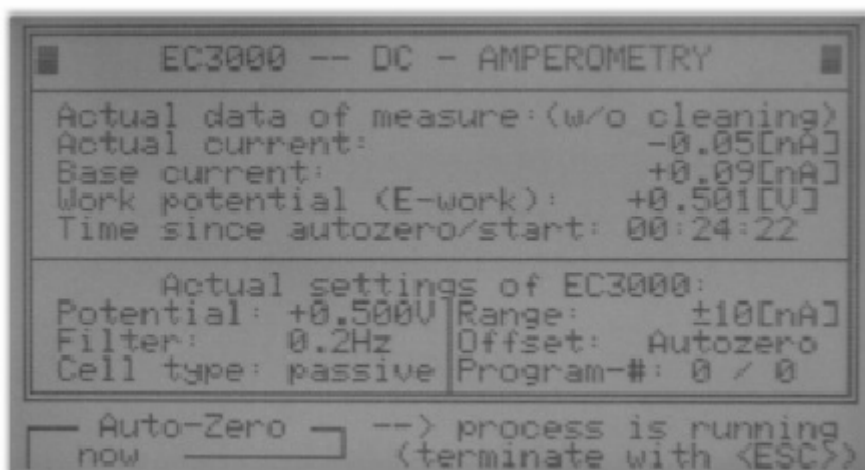


Рис.17 Разделы меню измерения

Во время измерения доступ к выбранным настройкам возможен с помощью возврата в соответствующее подменю:

| | | |
|-------|-------------------|---|
| [ESC] | Переход в подменю | Установки меню измерений сохраняются, на дисплее размещается соответствующее подменю. |
|-------|-------------------|---|

Внимание: При выполнении программы в двух верхних углах дисплея размещены два мигающих прямоугольника. Остановка их мигания сигнализирует об окончании программы.

7. ОБСЛУЖИВАНИЕ

7.1 Пассивация ВЭЖХ-системы

7.1.1 Причины для проведения пассивации

Перед работой с электрохимическим детектором ВЭЖХ-систему необходимо пассивировать, поскольку возможен перенос ионов металлов с незащищенных металлических ее частей (стальных капилляров, механических компонентов насоса) в подвижную фазу. Эти ионы также участвуют в процессах окисления и восстановления в электрохимической ячейке и, следовательно, влияют на процесс измерения (за счет высокого значения базового тока, шума базовой линии и т.д.).

Рекомендуется периодическое проведение пассивации ВЭЖХ-системы (каждые 2 – 3 месяца в зависимости от интенсивности работы), особенно при неполадках работы, которые не могут быть вызваны простыми компонентами системы.

7.1.2 Проведение пассивации

Важно, чтобы пассивированы (предварительно окислены) были все жидкие компоненты ВЭЖХ-системы, за исключением аналитической колонки и измерительной ячейки. Для пассивации системы необходимо следующее:

- Соединить насос, систему ввода образца, детектор и все капилляры, за исключением колонки и ячейки детектора.
- Опустить выходной капилляр в сосуд для сброса.
- Промыть систему в течении 15 минут водой для ВЭЖХ со скоростью 1 – 2 мл/мин.
- Промыть систему в течении 10 минут изопропанолом.
- Повторить промывку водой в течении 15 минут.

- Промыть систему в течении 30 минут водным раствором азотной кислотой (концентрированная азотная кислота (65%) и вода для ВЭЖХ в соотношении 1:1 по объему) со скоростью 1 мл/мин.
- Промыть систему водой для ВЭЖХ со скоростью 1 – 2 мл/мин до нейтральной реакции воды на выходе из детектора. Несколько раз заменить воду в емкости для элюента до полного вымывания азотной кислоты из системы.
- Промыть систему в течении 15 минут используемой подвижной фазой.
- Подсоединить колонку и ячейку детектора.

Система ввода образца (ручной инжектор или автосамплер) требует дополнительной пассивации:

а) Ручной инжектор

Пассивация ручного инжектора проводится описанным выше способом и одновременно с пассивацией ВЭЖХ-системы. При этом в инжектор несколько раз вводится изопропанол, вода для ВЭЖХ и водный раствор азотной кислоты, после чего инжектор промывается достаточным количеством воды до полного удаления азотной кислоты.

б) Автосамплер

Пассивация автосамплера проводится описанным выше способом и одновременно с пассивацией ВЭЖХ-системы. При этом в автосамплер несколько раз вводится максимальный отбираемый объем изопропанола, воды для ВЭЖХ и водного раствора азотной кислоты, после чего автосамплер промывается достаточным количеством воды до полного удаления азотной кислоты.

7.2 Обслуживание электрохимической измерительной ячейки ЕС4000

Все операции разборки и сборки измерительной ячейки производятся без использования инструментов, что упрощает ее обслуживание.

7.2.1 Разборка измерительной ячейки

Для разборки измерительной ячейки необходимо следующее:

- Выключить ЕС3000 (клавиша [0] (1) на рис.8).
- Выключить подачу элюента.
- Отсоединить разъем (21) и разъемы (17 – 20) в последовательности, обратной в разделе 5.2.5.

- Извлеките ячейку из корпуса ячейки на приборе.
- Отсоедините капилляры.
- Поверните ячейку вверх дном (см. рис.18а).
- Отвинтите прижимающий винт (примерно 1 оборот против часовой стрелки) с помощью ключа из комплекта поставки ячейки (см. рис.18б).
- Придерживая верх ячейки одной рукой, другой отвинтите корпус ячейки в направлении против часовой стрелки (см. рис.18с).
- Извлеките рабочий электрод (см. рис.18д).

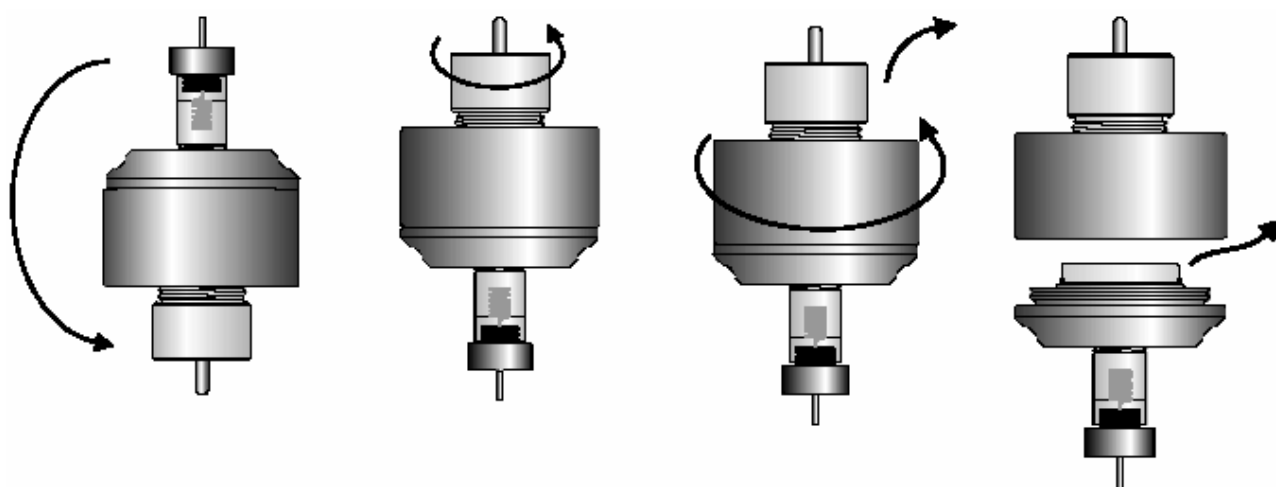


Рис.18а-д Разборка измерительной ячейки EC4000, модель Спутник®

7.2.2 Очистка и активация рабочего электрода

В зависимости от характера и количества анализов чувствительность измерительной ячейки со временем несколько уменьшается. Для восстановления чувствительности измерительной ячейки поверхность рабочего электрода необходимо периодически очищать и активировать. Процедуры очистки и активации для различных типов рабочих электродов (стеклоуглерод, золото, медь) разные. Для получения инструкций по очистке и активации рабочих электродов необходимо связаться с RECIPE.

Внимание: Обе стороны рабочего электрода являются рабочими.

7.2.3 Обслуживание электрода сравнения

Необходимо регулярно проверять уровень раствора KCl в электроде сравнения во избежание повышения шума базовой линии и уменьшения рабочего потенциала электрода.

Для обслуживания электрода сравнения следуйте инструкциям в разделе 5.2.3 и 5.2.4.

7.2.4 Очистка и пассивация вспомогательного электрода

Для получения инструкций по очистке и пассивации поверхности вспомогательного электрода необходимо связаться с RECIPE.

7.2.5 Сборка измерительной ячейки

Для повторной сборки измерительной ячейки необходимо следующее:

- Собрать прокладку и рабочий электрод. Проконтролируйте, что штырьки вошли в отверстия на прокладке и рабочем электроде (см. рис.19а–б и рис.20а).

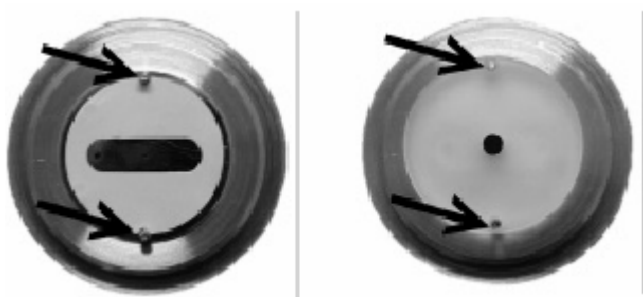


Рис.19а–б Посадка прокладки и рабочего электрода на фиксирующие штырьки

- Осторожно завинтить прижимающий винт измерительной ячейки (по часовой стрелке). Не изменяйте положения ячейки до тех пор, пока прижимающий винт не будет затянут (см. рис.20б).
- Прижимающий винт необходимо сначала зафиксировать рукой и затем затянуть его специальным ключом (см. рис.20с).
- Перевернуть ячейку снизу вверх (см. рис.20д).

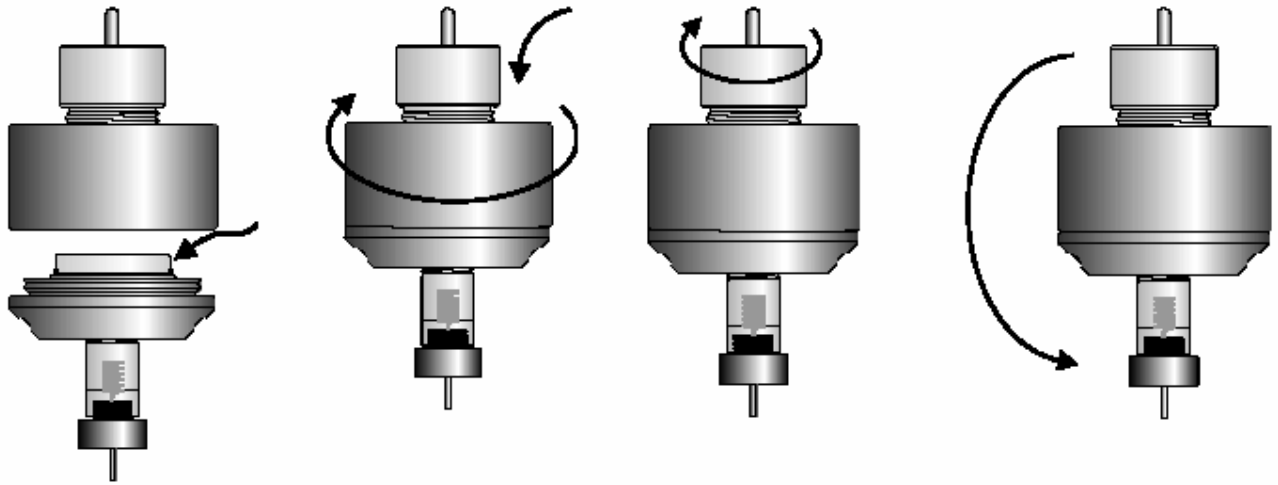


Рис.20а-д Сборка измерительной ячейки EC4000, модель Спутник®

- Провентилировать измерительную ячейку в соответствии с инструкциями раздела 5.2.4.
- Поместить собранную ячейку в корпус ячейки на детекторе и подсоединить капилляры (см. раздел 5.2.2).
- Включить подачу элюента
- Подсоединить разъемы кабеля ячейки (**17-20**) и разъем (**21**) (см. раздел 5.2.5).

8. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ

| НЕИСПРАВНОСТЬ | ВОЗМОЖНЫЕ ПРИЧИНЫ | РЕШЕНИЕ |
|--|--|--|
| Сбой в работе насоса (скачки давления) | Пузырьки воздуха в насосе | Открыть промывной клапан и прокачать подвижную фазу через насос при максимальной скорости потока |
| | Дефект головки насоса | Заменить головку |
| | Непостоянная скорость потока | Проверить постоянство скорости потока и давления Утечка или воздух в насосе |
| Пики на базовой линии | Пузырьки воздуха в ячейке детектора | Повысить давление в ячейке детектора, кратковременно зажимая капилляр на выходе (Осторожно: принимайте во внимание максимальное давление, на которое рассчитана ячейка) или отсоединить колонку и промыть ячейку подвижной фазой |
| | Пузырьки воздуха в подвижной фазе | Дегазировать подвижную фазу |
| | Пузырьки воздуха в диафрагме электрода сравнения | Удалить пузырьки воздуха, заменить КСІ на свежий, заполнить без пузырьков воздуха |
| Дрейф базовой линии | Система не уравновешена | Прокачать подвижную фазу через систему в течение длительного времени |
| | Утечка ячейки | Проверить ячейку и соединения на герметичность |

| | | |
|------------------------------------|---|---|
| | Дрейф температуры | Проверить работу колоночного нагревателя |
| | Загрязнение подвижной фазы | Заменить подвижную фазу |
| Шум базовой линии | | Проверить посадку электрода сравнения, рабочего электрода, соединений ячейки |
| Высокий уровень шума базовой линии | Множественное заземление детектора | Удалить клемму заземления на задней панели |
| Расщепление пиков | Дефект колонки Дефект инжектора | Заменить колонку Разобрать и промыть инжектор Если используется инжектор Rheodyne, заменить прокладку ротора Vespel на прокладку ротора Tefzel |
| Уширенные и затянутые пики | Срок работы колонки истекает Наличие мертвого объема | Заменить колонку Проверить подсоединение капилляров |
| Низкая величина сигнала | Разложение вещества внутреннего стандарта Неправильная промывка Неточность дозирования Объем вводимой пробы слишком низкий Слишком высокая скорость прохождения пробы при извлечении определяемого компонента через колонку | Проверить концентрацию внутреннего стандарта относительно стандартного раствора Проверить промывочный раствор, при необходимости заменить Заменить дозатор Проверить систему ввода образца Снизить скорость пропускания пробы |

| | | | |
|---|--|---|---|
| | Неправильная пробы | подготовка | Точно следовать методике подготовки пробы |
| Посторонние пики на хроматограмме | Загрязнение системы ввода | | Промыть систему ввода водой и изопропанолом При автоматическом дозировании промыть петлю Установить внешнюю промывку При необходимости заменить фриты промывающей иглы |
| | Сигналы разложения образцов или стандартов | продуктов ранее вводимых образцов | Использовать только свежеприготовленные или правильно хранимые образцы |
| | Система ввода Rheodyne | | Заменить прокладку ротора Vespel на прокладку ротора Tefzel |
| Высокий уровень противодавления | уровень | Образование конгломератов в колонке | Заменить колонку |
| Изменение удерживания | времени | Флуктуации температуры колонки Утечка в системе | Проверить нагреватель колонки Устранить утечку |
| Существенное ухудшение Чувствительности детектора | | Загрязнение реакцией Дрейф потенциала электрода сравнения | Очистить рабочий электрод Проверить потенциал электрода сравнения, используя аналогичный и исправный |
| Высокий уровень тока | уровень базового | Дефект электрода сравнения | Проверить потенциал электрода сравнения, используя аналогичный и исправный, если разница составляет больше, чем 20 |

| | |
|--|--|
| | мВ, заполнить электрод свежим раствором КСl |
| Загрязнение подвижной фазы | Заменить подвижную фазу |
| Загрязнение колонки | Заменить колонку |
| Загрязнение поверхности рабочего электрода | Отмыть поверхность рабочего электрода хромовой смесью, тщательно промыть дистиллированной водой и установить обратно |

9. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

9.1 Технические характеристики ЕС3000

| | |
|---|--|
| Принцип измерения | Амперометрический детектор с тонкослойной ячейкой с тремя электродами |
| Измерительная ячейка | См. раздел 9.2 |
| Электроника: | |
| Рабочий потенциал | От 0 до $\pm 2,00$ В |
| Диапазон входного тока | До ± 50 μ А |
| Измеряемый диапазон | От ± 10 рА до 20 μ А |
| Диапазон auto-zero | До ± 50 μ А |
| Диапазон ручного баланса | До ± 50 μ А |
| Дисплей | Одновременная индикация всех параметров и результатов измерения |
| Фильтр | От 5 Гц до 0,02 Гц (от 0,2 до 50 сек) |
| Уровень шумов детектора | $< 0,3$ рА |
| Потенциал очистки | От 0 до $\pm 2,00$ В |
| Продолжительность очистки | От 1 до 100 сек |
| Время задержки перед началом очистки | От 10 до 1500 сек |
| Цикл очистки | Каждый 1ый или 10ый цикл |
| Число сохраняемых в памяти программ измерения | От 0 до 99 |
| Число сохраняемых в памяти программ очистки | От 0 до 99 |
| Аналоговый выход | ± 1 В на измеряемый диапазон |
| Интерфейс auto-zero | Активный выход низкого и высокого напряжения, переключающий контакт, вход ток/напряжение |
| Питание | 12 В DC 2 А |
| Блок питания | 115 / 230 В AC |
| Габариты | 510 мм x 260 мм x 160 мм (ширина x длина x высота) |
| Вес | 8,1 кг |

9.2 Технические характеристики ЕС4000, модель Спутник®

| | |
|--------------------------|--|
| Рабочий электрод | Стеклоуглерод на основе оксида циркония, по требованию поставляются Ag, Au, Cu, Ni, Pt в Kel-F |
| Вспомогательный электрод | Нержавеющая сталь |
| Электрод сравнения | Хлорсеребряный электрод, перезаряжаемый |
| Диафрагма | Из оксида циркония, устойчивого к действию оснований |
| Объем ячейки | 1,5 мкл со спейсером 30 мкл, по требованию 0,75 мкл со спейсером 15 мкл либо 2,5 мкл со спейсером 50 мкл |
| Материалы | Нержавеющая сталь, ПТФЭ, ПEEK, оксид циркония, стеклоуглерод, Kel-F |