

**ДЕТЕКТОР СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ**

**UVV 104.1M**

**РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ**

**4215-003.1.2.2-81696414-2007 РЭ**

## ОГЛАВЛЕНИЕ

1. ВВЕДЕНИЕ .....	4
2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ .....	4
2.1. Принцип работы .....	4
2.1.1. Оптическая схема детектора .....	5
2.1.2. Электрическая блок-схема обработки аналогового сигнала .....	6
2.2. Внешний вид передней панели детектора .....	7
2.3. Внешний вид задней панели детектора .....	7
2.4. Вид детектора со стороны кюветы .....	9
2.5. Меню детектора .....	9
2.5.1. Основное (рабочее) меню .....	10
2.5.2. Меню установки длины волны .....	11
2.5.2.1. Пошаговая установка длины волны .....	11
2.5.2.2. Ввод нового значения длины волны .....	12
2.5.3. Меню настроек детектора .....	13
2.5.3.1. Тестовый режим .....	13
2.5.3.1. Тестовый режим .....	14
2.5.3.2. Выбор фильтра .....	15
2.5.3.3. Выбор ограничителя дрейфа .....	16
2.5.3.4. Настройка нуля выходного сигнала .....	17
2.5.3.5. Настройка яркости дисплея .....	18
2.5.3.6. Таймер работы дейтериевой лампы .....	18
2.5.3.7. Калибровка оптики .....	19
2.5.3.8. Возврат к исходным установкам .....	20
2.5.4. Таймерная программа .....	21
2.5.4.1. Обозначение и диапазон программируемых параметров таймерной программы .....	22
2.5.5. Меню таймерной программы .....	23
2.5.5.1. Запуск и завершение таймерной программы .....	24
2.5.5.2. Просмотр таймерной программы .....	25
2.5.5.3. Редактирование таймерной программы .....	26
2.5.5.4. Просмотр текущего значения длины волны во время выполнения таймерной программы .....	27
2.5.5.5. Принудительное завершение таймерной программы .....	27
3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДЕТЕКТОРА .....	28
4. КОМПЛЕКТАЦИЯ .....	29
5. УСТАНОВКА ДЕТЕКТОРА .....	29
5.1. Размещение на рабочем месте и условия окружающей среды .....	29
5.2. Требования к электробезопасности .....	29
6. ПОДГОТОВКА ДЕТЕКТОРА К РАБОТЕ .....	29
7. РАБОТА С ДЕТЕКТОРОМ .....	31
7.1. Работа в диапазоне коротких длин волн .....	31
7.2. Работа с детектором по протоколу RS-232 .....	31
7.3. Работа с таймерной программой .....	31
8. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА .....	32
8.1. Техническое обслуживание детектора .....	32
8.2. Консервация детектора .....	32
8.2.1. Консервация при перерыве в работе .....	32
8.2.2. Консервация для транспортировки .....	32
8.3. Транспортировка детектора .....	32
9. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ .....	33
Приложение 1 .....	35
Приложение 2 .....	36
1. Аналитическая кювета HPLC 04 .....	36

2. Препаративные кюветы PLCC 05 и PLCC 04 .....	37
3. Замена окон кюветы.....	37
4. Промывка окон кюветы .....	40
Приложение 3 .....	41
Приложение 4 .....	43
Приложение 5 .....	44

## **1. ВВЕДЕНИЕ**

Настоящее руководство предназначено для персонала лабораторий при использовании детектора спектрофотометрического 104.1М (далее - детектор). Руководство содержит описание процедур по обслуживанию, правила эксплуатации, хранения и транспортировки детектора.

Детектор предназначен для определения в проточной кювете веществ, обладающих оптической плотностью в рабочем диапазоне длин волн детектора.

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

Настоящее руководство по эксплуатации распространяется на детектор спектрофотометрический UVV 104.1М для высокоэффективной жидкостной хроматографии, выпускаемый по ТУ 4215-003.1.2.1-81696414.

## **2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ**

### **2.1. Принцип работы**

Принцип работы устройства основан на измерении поглощения света, проходящего через ячейку с элюатом при определенной длине волны и оптического пути и преобразовании измеренной оптической плотности в электрический сигнал. Измерение оптической плотности осуществляется с помощью фотодиода, расположенного за проточной кюветой по ходу оптического луча. Для нивелирования неравномерностей оптического потока от лампы помимо рабочего фотодиода используется опорный (сравнительный) фотодиод. Аналоговый сигнал, лишенный неравномерностей оптического потока, получают путем деления сигнала с опорного фотодиода на сигнал с рабочего фотодиода.

Установка длины волны осуществляется поворотом монохроматора и установкой УФ-фильтра с помощью электропривода.

Детектор состоит из двух блоков: оптического и электронного, объединенных в единый модуль.

### 2.1.1. Оптическая схема детектора

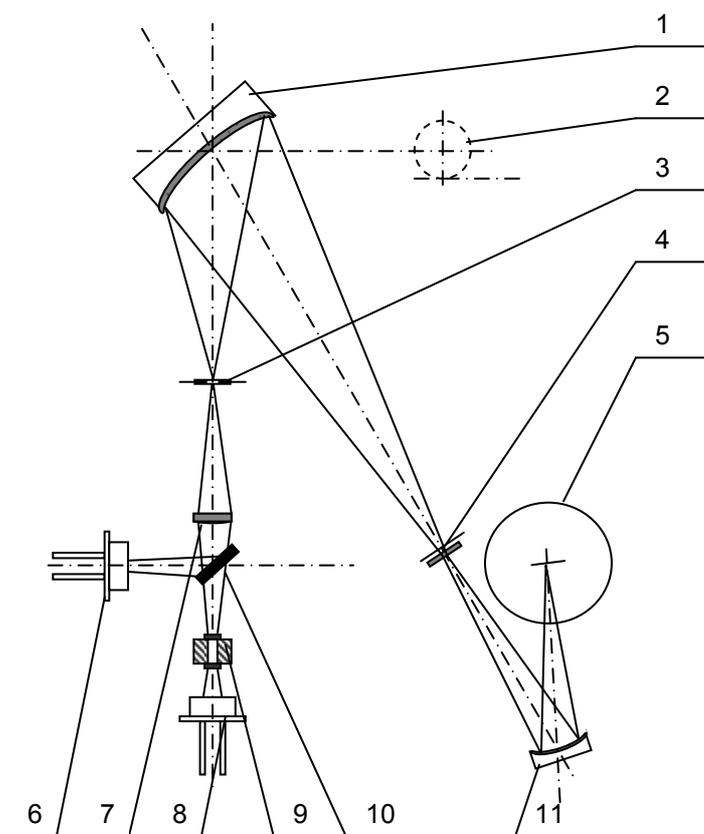


Рис. 1. Оптическая схема детектора

1. Дифракционная решетка
2. Плечо поворота дифракционной решетки
3. Щелевой монохроматор
4. Диафрагма и УФ-фильтр
5. Источник света, дейтериевая лампа IST WL 24 198
6. Опорный фотодиод (сравнения)
7. Фокусирующая линза
8. Рабочий фотодиод
9. Кювета
10. Делитель светового потока
11. Вогнутое зеркало

Полихроматический пучок света от дейтериевой лампы отражается от вогнутого зеркала и попадает на диафрагму, которая формирует световой поток на решетке. После разложения на решетке монохроматический пучок света выделяется диафрагмой и фокусируется линзой на кювете. Опорный световой поток выделяется делителем светового потока и направляется на опорный фотодиод. Световой поток, прошедший через кювету, регистрируется рабочим фотодиодом.

## 2.1.2. Электрическая блок-схема обработки аналогового сигнала

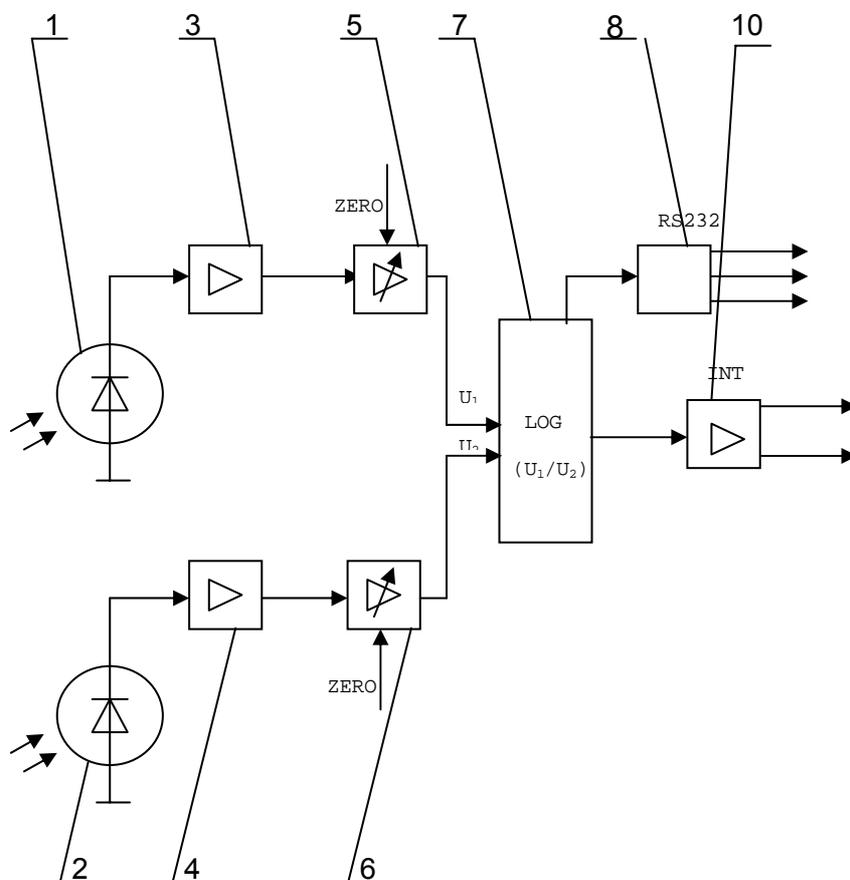


Рис. 2. Электрическая блок-схема обработки аналогового сигнала в детекторе

1. Опорный фотодиод
2. Рабочий фотодиод
3. Предварительный усилитель опорного фотодиода
4. Предварительный усилитель рабочего фотодиода
5. Управляемый усилитель опорного фотодиода
6. Управляемый усилитель рабочего фотодиода
7. Блок пересчета аналогового сигнала со встроенным АЦП
8. Конвертер шины RS 232
9. Выходной усилитель аналогового сигнала

Световые потоки снижают опорное напряжение за счет возникновения тока на фотодиодах. Это опорное напряжение затем усиливается до значения, требуемого для дальнейшей обработки на предварительных усилителях. Для возможности коррекции значения, принятого за нулевую абсорбцию, в схему введены управляемые усилители. Оба сигнала поступают на вход пересчетного блока, где формируется функция  $\text{Log}(U_1/U_2)$  для выражения сигнала в единицах абсорбции, после этого сигнал фильтруется и выдается на выходной усилитель и далее на аналоговый выход. В пересчетном блоке сигнал оцифровывается и направляется на конвертер шины RS-232.

## 2.2. Внешний вид передней панели детектора

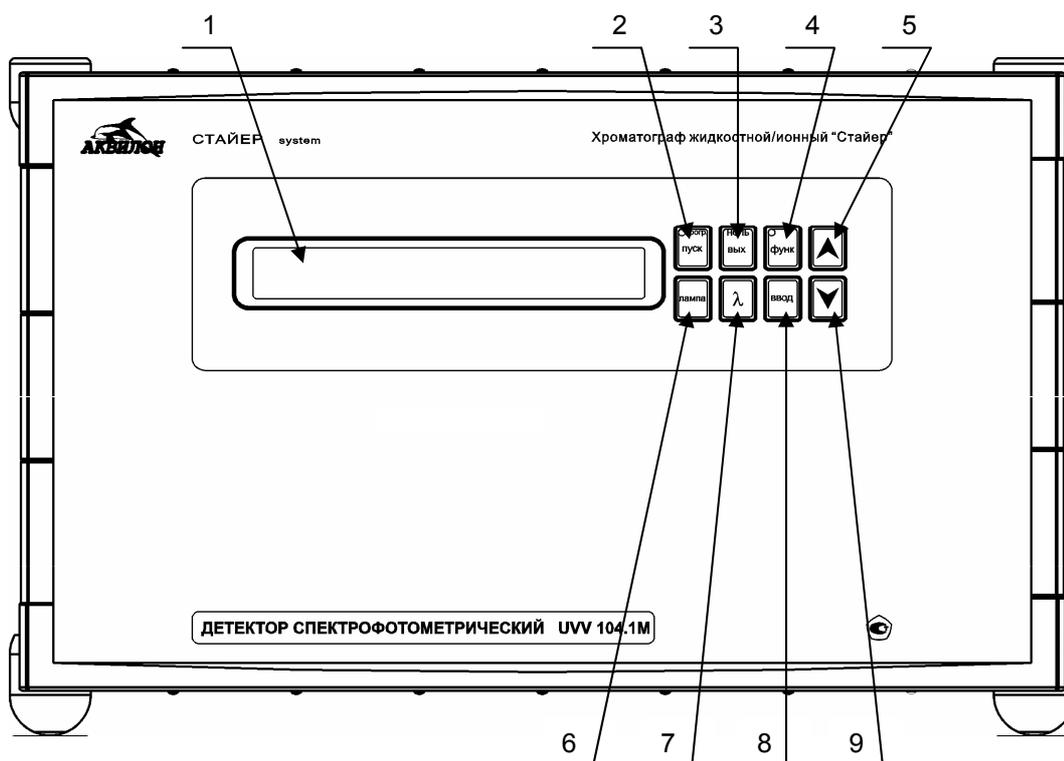


Рис. 3. Передняя панель детектора

1. Многофункциональный дисплей
2. Кнопка с индикатором «прог/пуск», редактирование и запуск таймерной программы,  
индикатор не горит, когда таймерная программа неактивна,  
индикатор горит зеленым светом при редактировании или выборе таймерной программы,  
индикатор мигает зеленым светом при запущенной таймерной программе
3. Кнопка «нуль/вых», обнуление абсорбции и выход из меню
4. Кнопка с индикатором «функ», вызов меню настроек детектора и перемещение внутри меню,  
индикатор горит желтым светом, когда активировано меню настроек детектора,  
индикатор мигает желтым светом при управлении детектором по RS-232
5. Кнопка « $\wedge$ »/вверх, увеличение значения редактируемого параметра, пошаговое увеличение длины волны на 1 нм
6. Кнопка «лампа», включение/выключение лампы
7. Кнопка « $\lambda$ », меню установок новой длины волны
8. Кнопка «ввод», установка нового параметра
9. Кнопка « $\vee$ »/вниз, уменьшение значения редактируемого параметра, пошаговое уменьшение длины волны на 1 нм

### 2.3. Внешний вид задней панели детектора

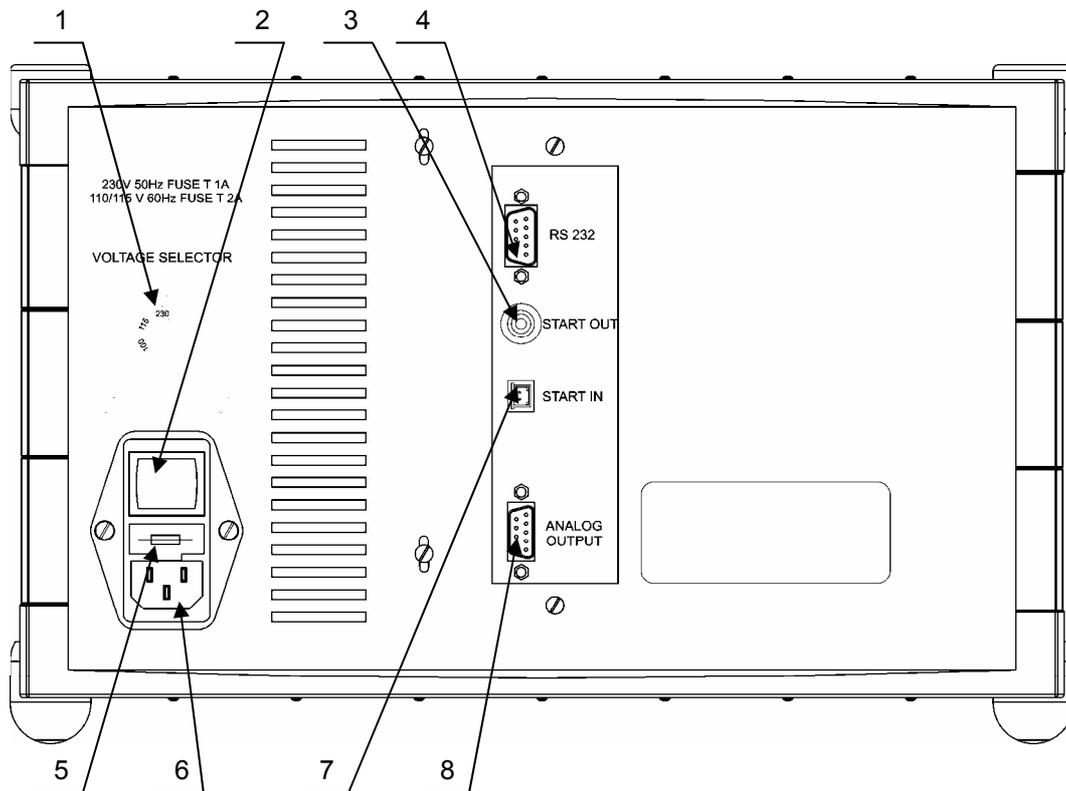


Рис. 4. Задняя панель детектора

1. Переключатель напряжения питания, установлено 230 В
2. Выключатель «сеть»
3. Выход сигнала «start out»
4. Выход RS-232
5. Предохранитель
6. Разъем сетевого питания
7. Вход сигнала «start in»
8. Аналоговый выход

## 2.4. Вид детектора со стороны кюветы

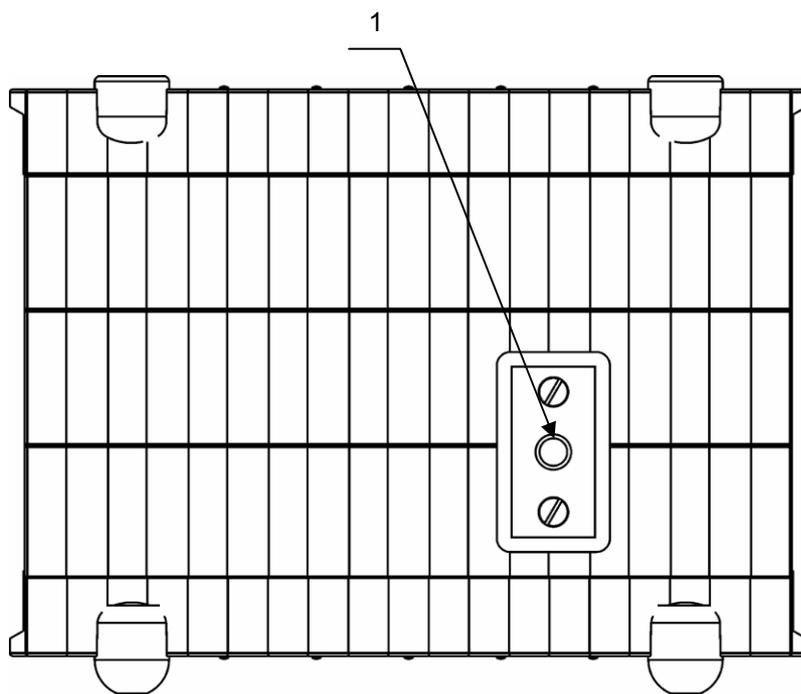


Рис. 5. Вид детектора со стороны кюветы

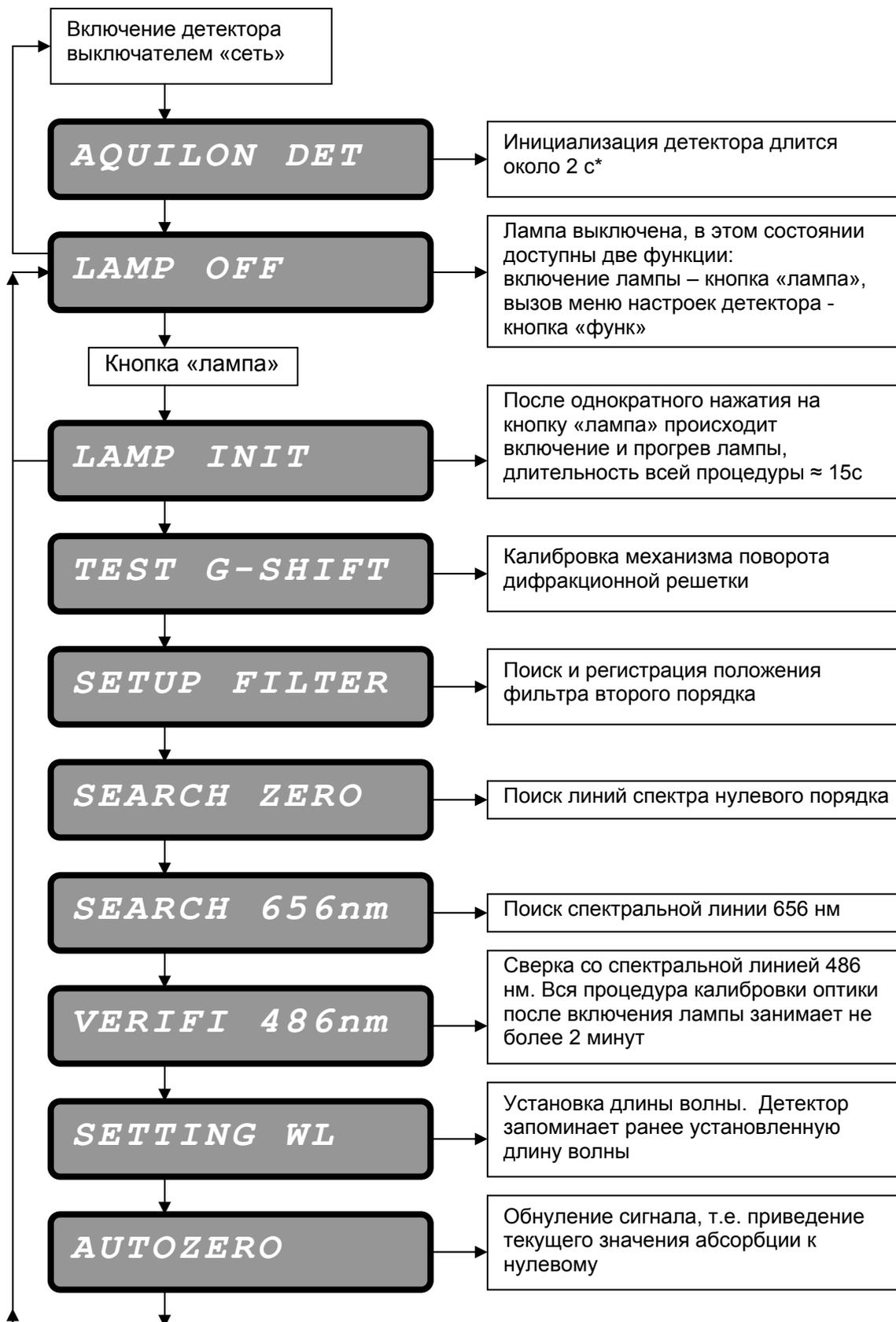
1. Тестовая кювета ZK 02, вместо вместо нее для работы устанавливается рабочая кювета, например HPLC 04

## 2.5. Меню детектора

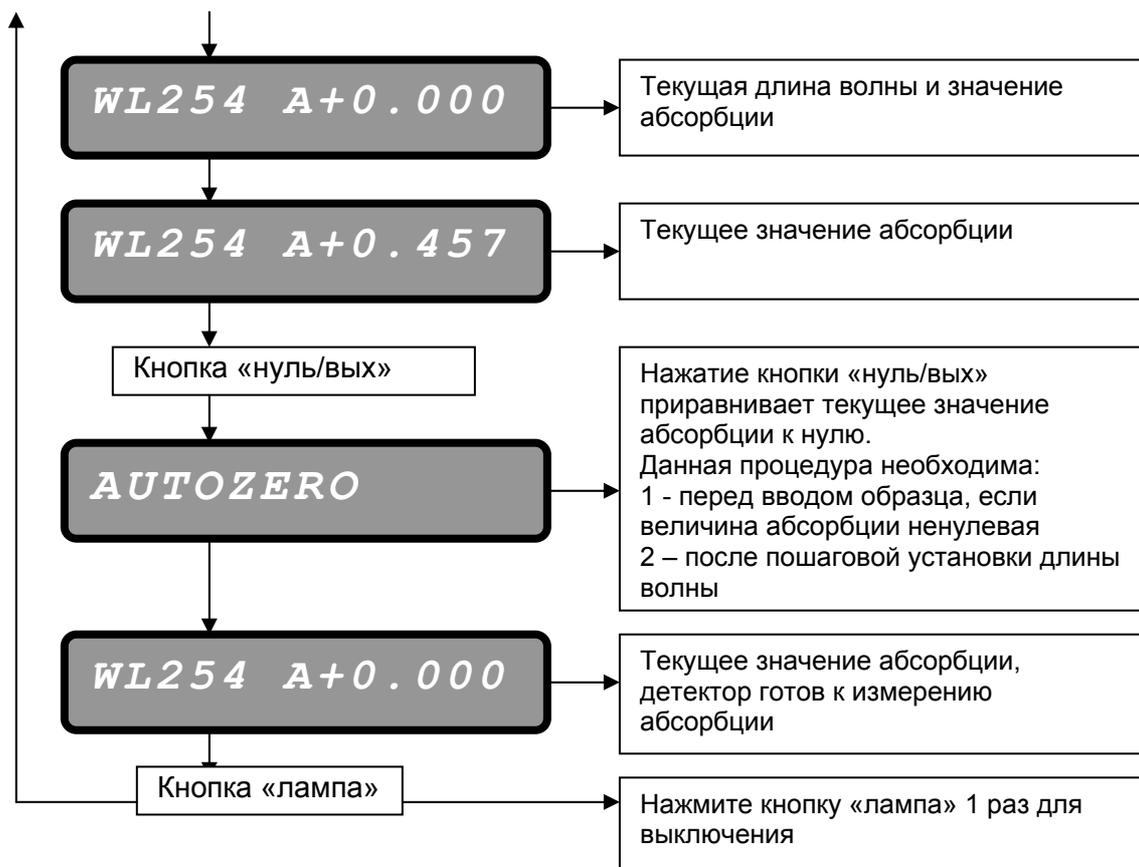
### 2.5.1. Основное (рабочее) меню

В этом разделе описано основное меню рабочего режима измерения абсорбции, при котором не требуется изменять длину волны, использовать таймерную программу, или изменять настройки детектора.

Схема 1. Основное меню детектора



Продолжение схемы 1. Основное меню детектора

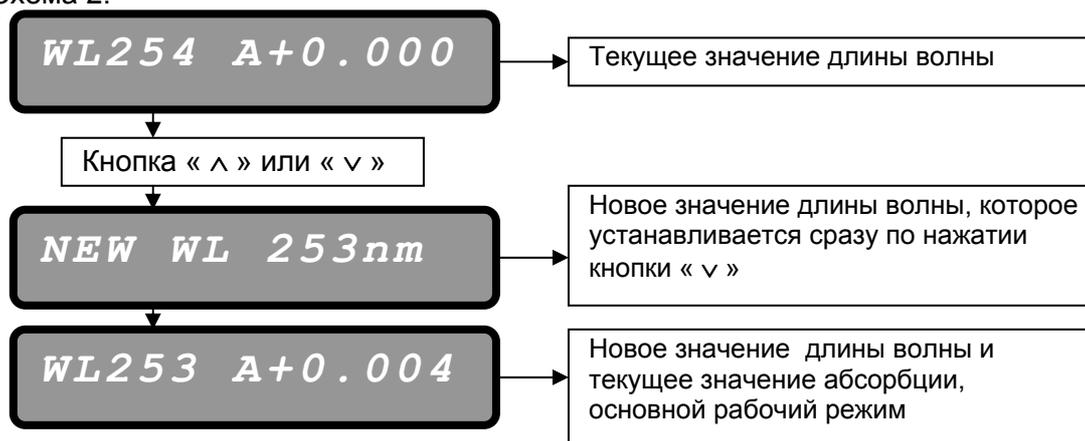


\* Строка инициализации детектора может отличаться в зависимости от прошивки внутреннего ПО.

## 2.5.2. Меню установки длины волны

### 2.5.2.1. Пошаговая установка длины волны

Схема 2.

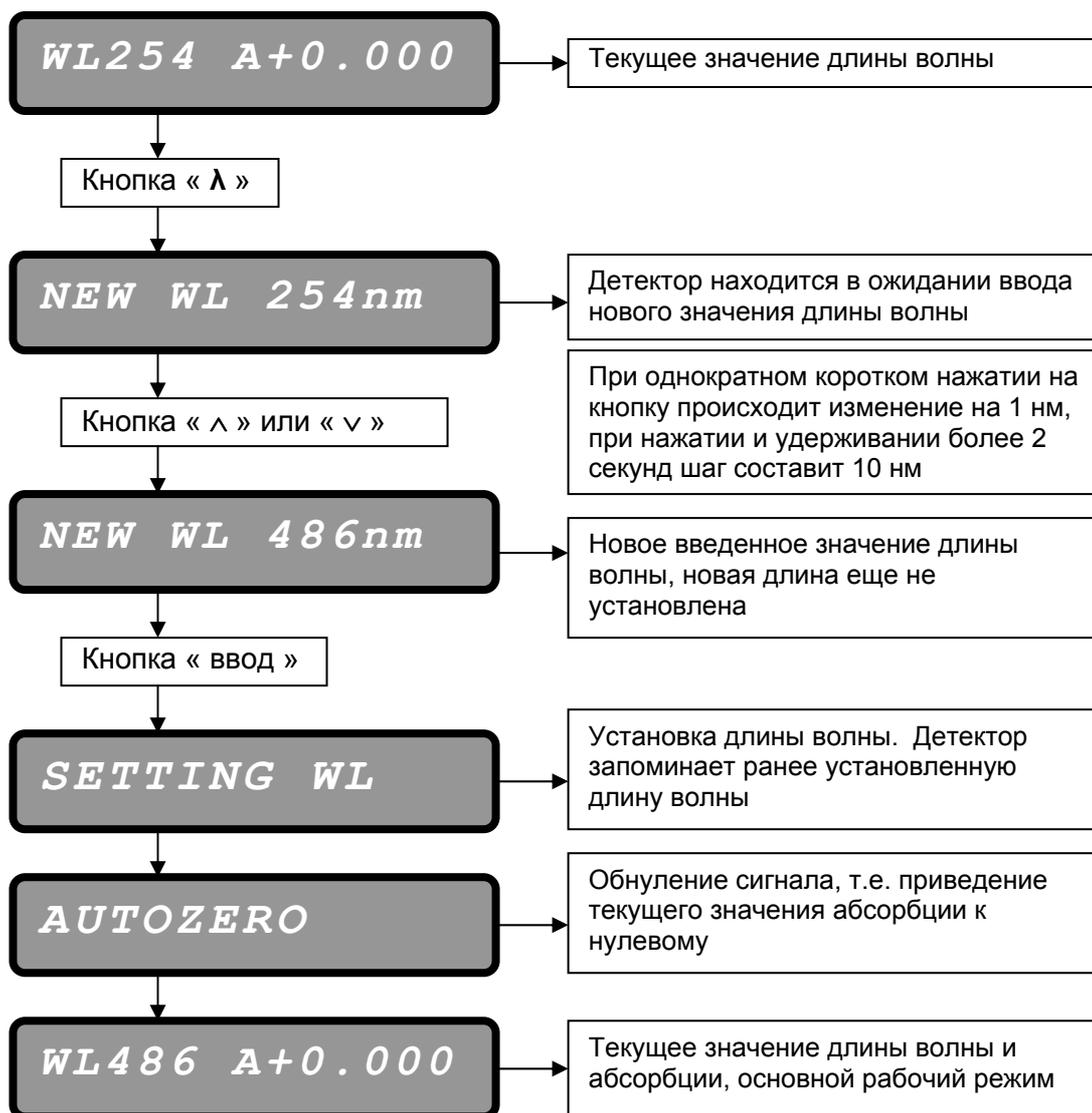


**ВНИМАНИЕ!** При пошаговом изменении длины волны за нулевое значение абсорбции принимается значение абсорбции на исходной длине волны, например 254 нм (см. схему 2.). Приравнять текущее значение абсорбции к нулевому на новой длине волны, например 253 нм (см. схему 1.), можно, нажав кнопку «нуль/вых».

Пошаговое изменение длины волны позволяет быстро и наглядно оценить изменение поглощения элюента при изменении длины волны.

### 2.5.2.2. Ввод нового значения длины волны

Схема 3.

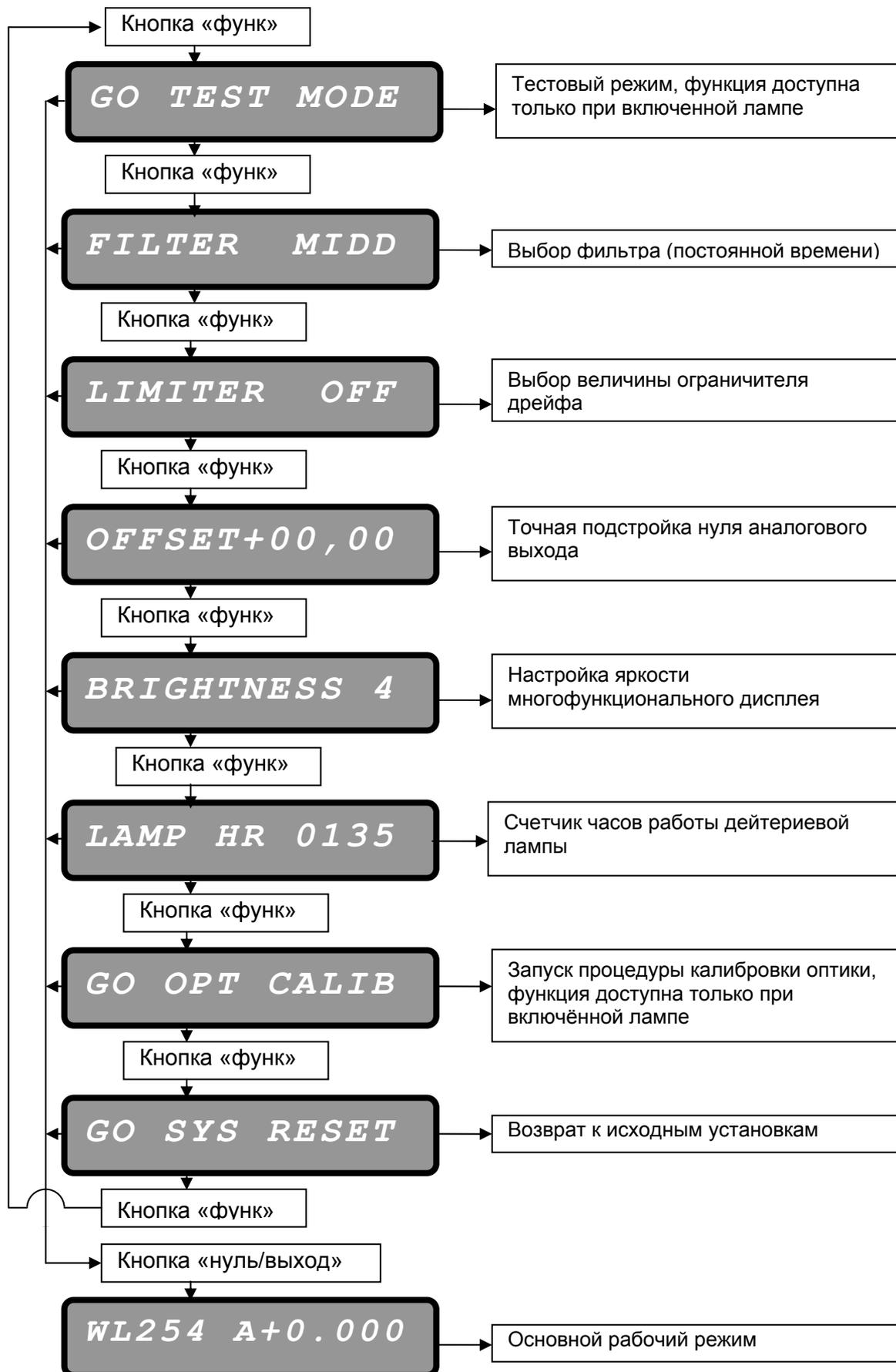


Ввод нового значения длины волны целесообразен, когда новое значение длины волны отличается от предыдущего на 10 нм и более.

**ВНИМАНИЕ!** При необходимости ввода нового значения длины волны в процессе анализа используйте таймерную программу (см. п. 2.5.4.).

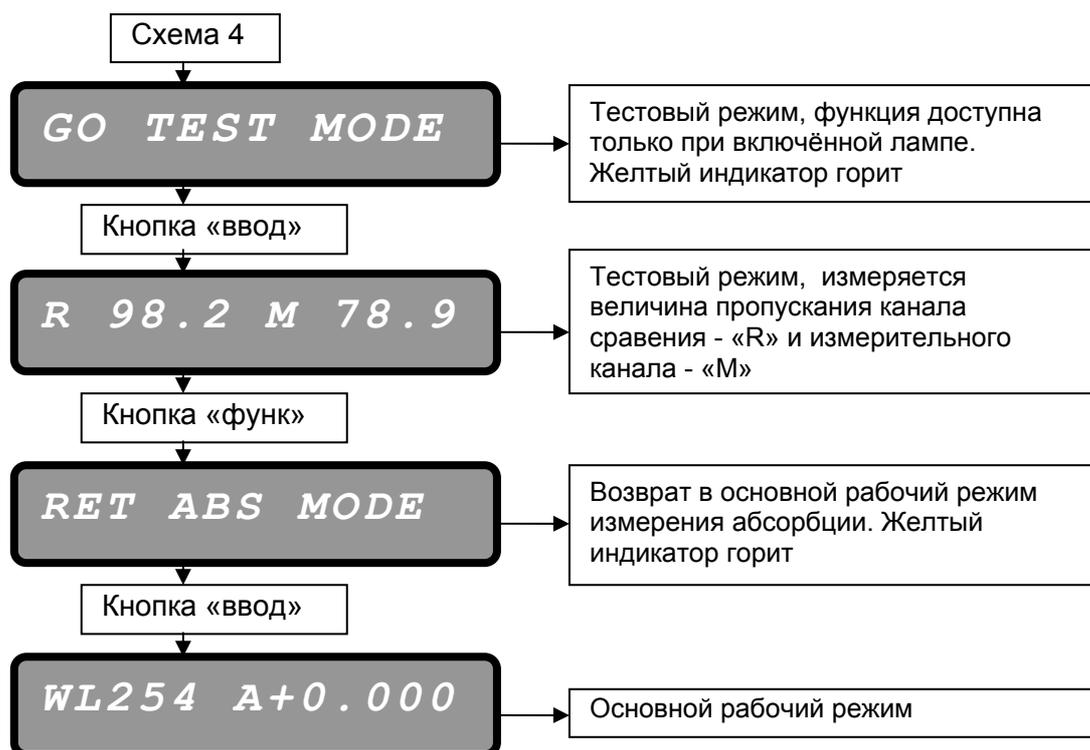
### 2.5.3. Меню настроек детектора

Схема 4.



### 2.5.3.1. Тестовый режим

Схема 5.



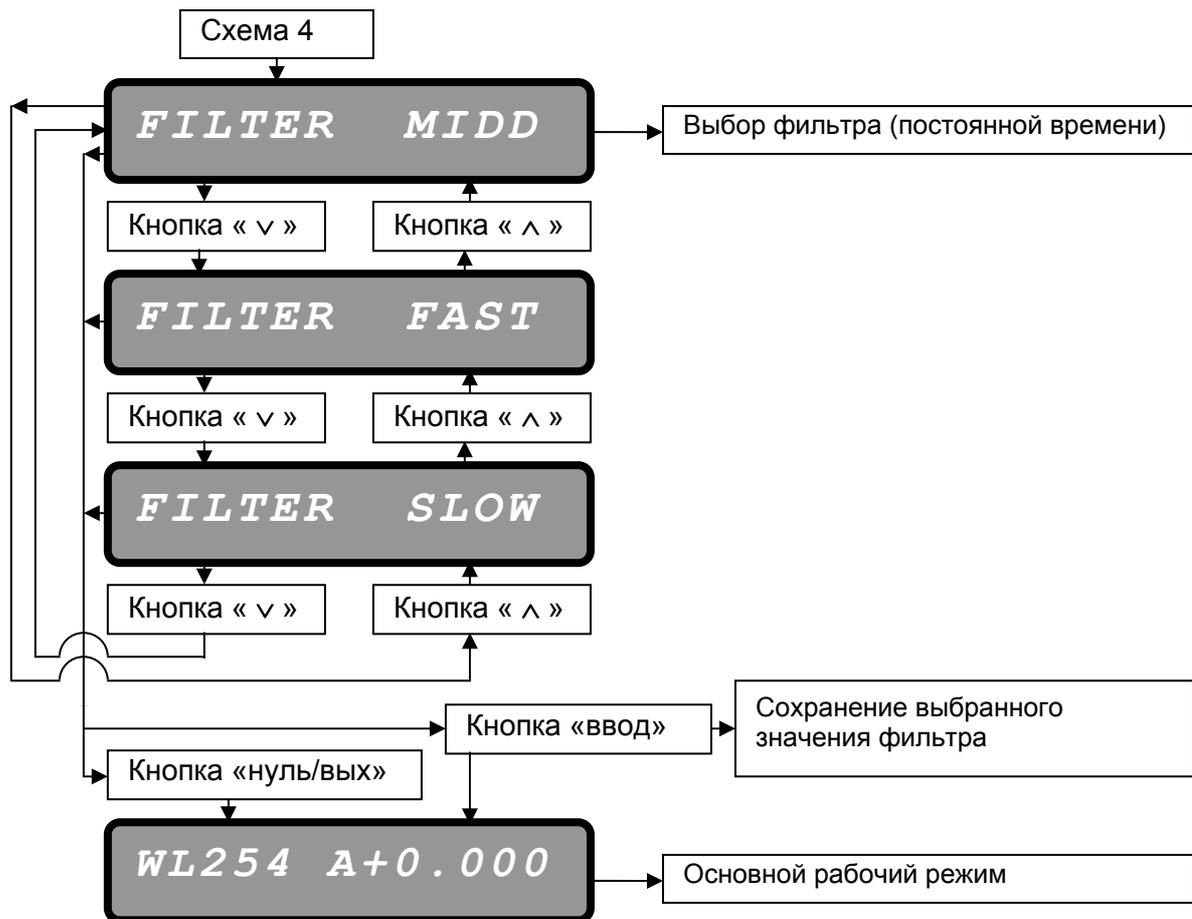
Тестовый режим предназначен для диагностики работы лампы, оптической прозрачности кюветы и элюента в ней.

**ВНИМАНИЕ!** При переходе в тестовый режим на аналоговый выход перестает подаваться сигнал абсорбции, т.е. во время регистрации хроматограммы пользоваться тестовым режимом не следует.

**ВНИМАНИЕ!** 100% значения пропускания установлены для новой лампы на длине волны 233 нм с установленной тестовой кюветой ZK 02.

### 2.5.3.2. Выбор фильтра

Схема 6.



Фильтр (постоянная времени) предназначен для сглаживания случайных единичных выбросов. Значения постоянной времени лежат в следующих диапазонах:

FAST – 0,4 с

MIDD – 1,0 с

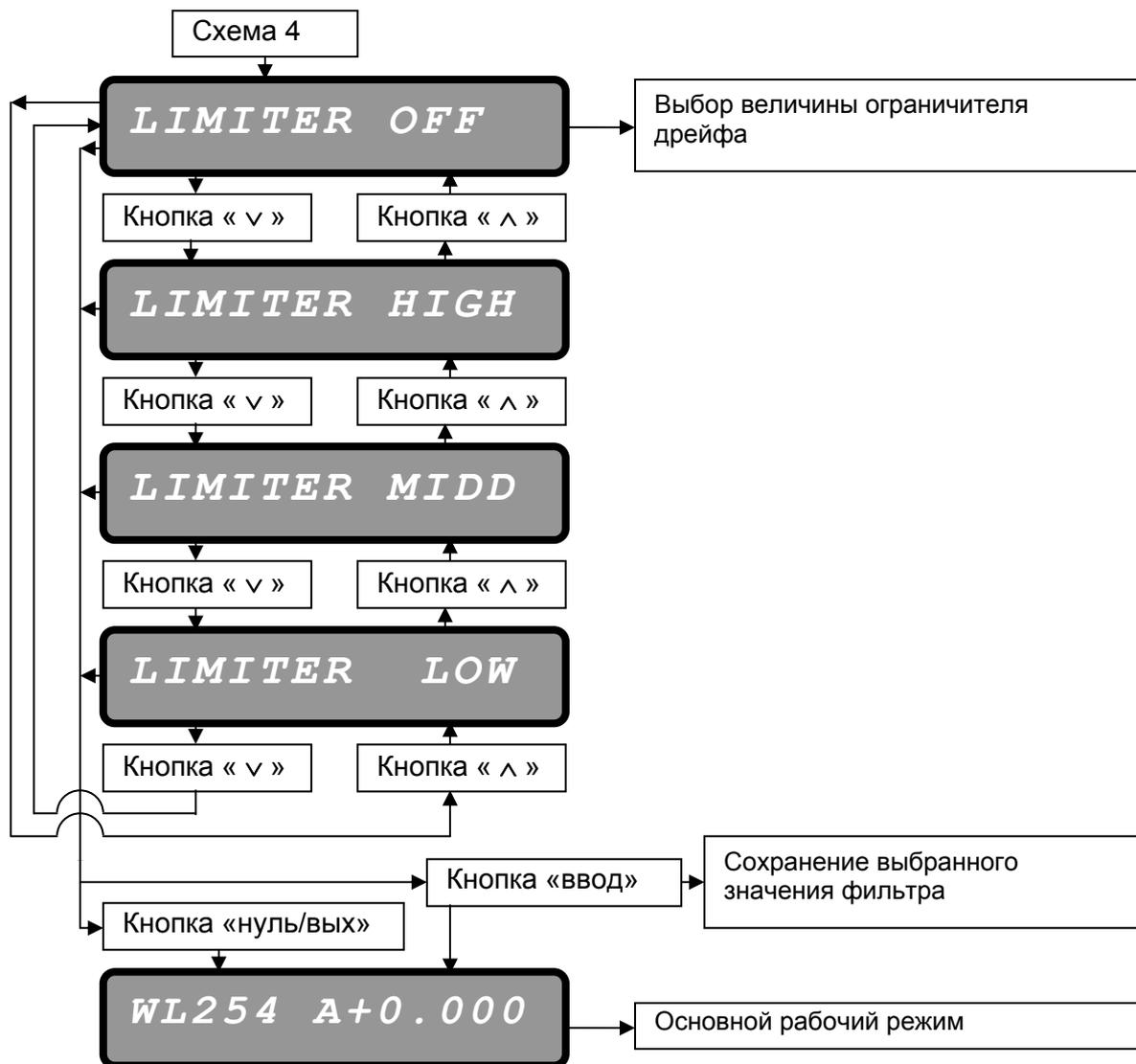
SLOW – 5,0 с

**ВНИМАНИЕ!** При выборе постоянной времени ширина самого узкого пика должна быть больше постоянной времени в 10 раз и более.

При выборе постоянной времени результат изменения можно просмотреть сразу, не выходя из меню выбора фильтра. При выключении питания значение постоянной времени сохраняется в памяти детектора.

### 2.5.3.3. Выбор ограничителя дрейфа

Схема 7.



Ограничитель дрейфа компенсирует нестабильность базовой линии, при выборе значения ограничителя дрейфа доступны следующие значения:

OFF – дрейф не компенсируется

LOW – ограничитель компенсирует дрейф в малой степени, форма пиков более 0,5 mAU (1 мВ) остается без изменений

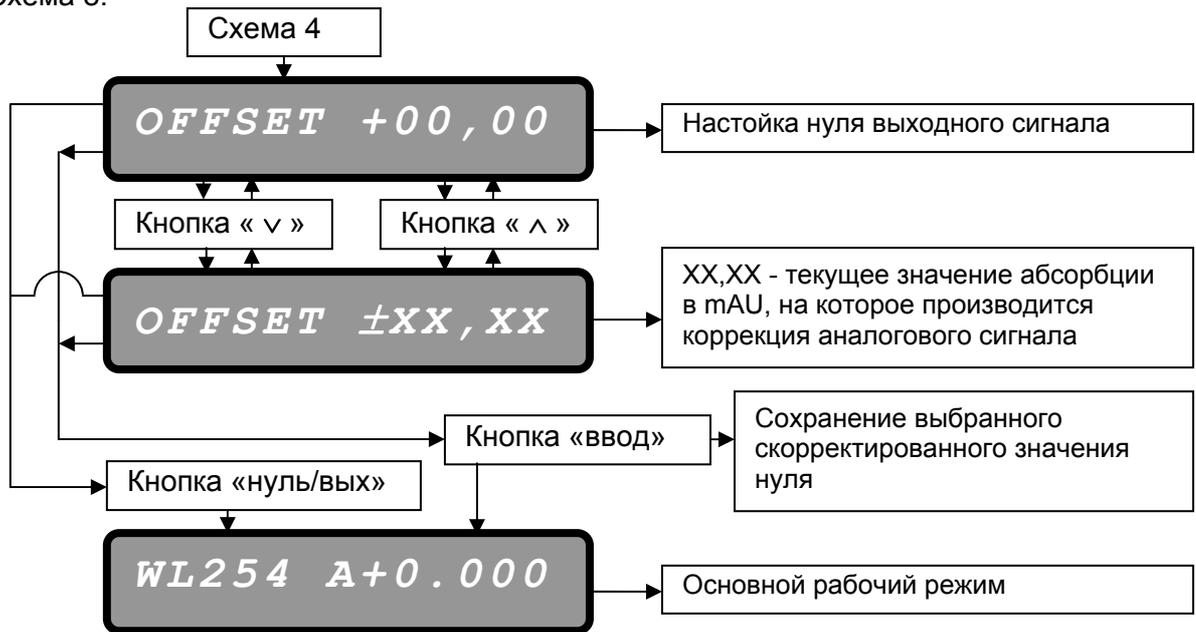
MIDD – ограничитель компенсирует дрейф, форма пиков более 4 mAU (8 мВ) остается без изменений

HIGH – ограничитель компенсирует дрейф в большей степени, форма пиков более 10 mAU (20 мВ) остается без изменений.

При выборе ограничителя дрейфа результат изменения можно просмотреть сразу, не выходя из меню. При выключении питания выбранное значение ограничителя дрейфа сохраняется в памяти детектора.

#### 2.5.3.4. Настройка нуля выходного сигнала

Схема 8.



**ВНИМАНИЕ!** Действие настройки нуля выходного сигнала распространяется только на аналоговый сигнал.

Настройка нуля предназначена для точной подстройки нулевого значения, если функция «AUTOZERO» неточно устанавливает нуль аналогового выходного сигнала. Дополнительно эта функция позволяет быстро проверить, не включая лампы, корректность подсоединения самописца или интегратора.

Диапазон настройки составляет от -50,00 mAU (-100,00 мВ) до +50,00 (+100,00 мВ) с шагом в 0,01 mAU (0,02 мВ). При выключении питания сохраненное значение коррекции сохраняется в памяти детектора.

### 2.5.3.5. Настройка яркости дисплея

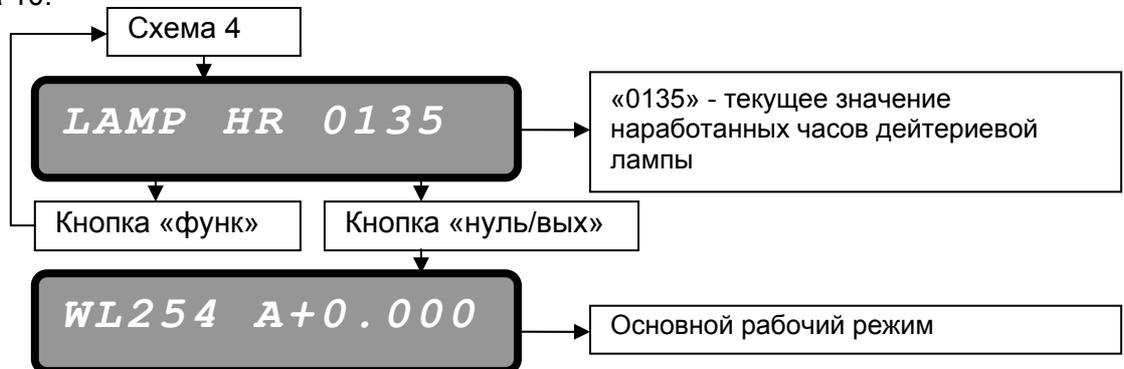
Схема 9.



Диапазон устанавливаемых значений яркости лежит в интервале от 1 до 8, наибольшая яркость соответствует значению 8. В ярко освещенных помещениях рекомендуется установить яркость больше 4. При выключении питания значение яркости сохраняется в памяти детектора.

### 2.5.3.6. Таймер работы дейтериевой лампы

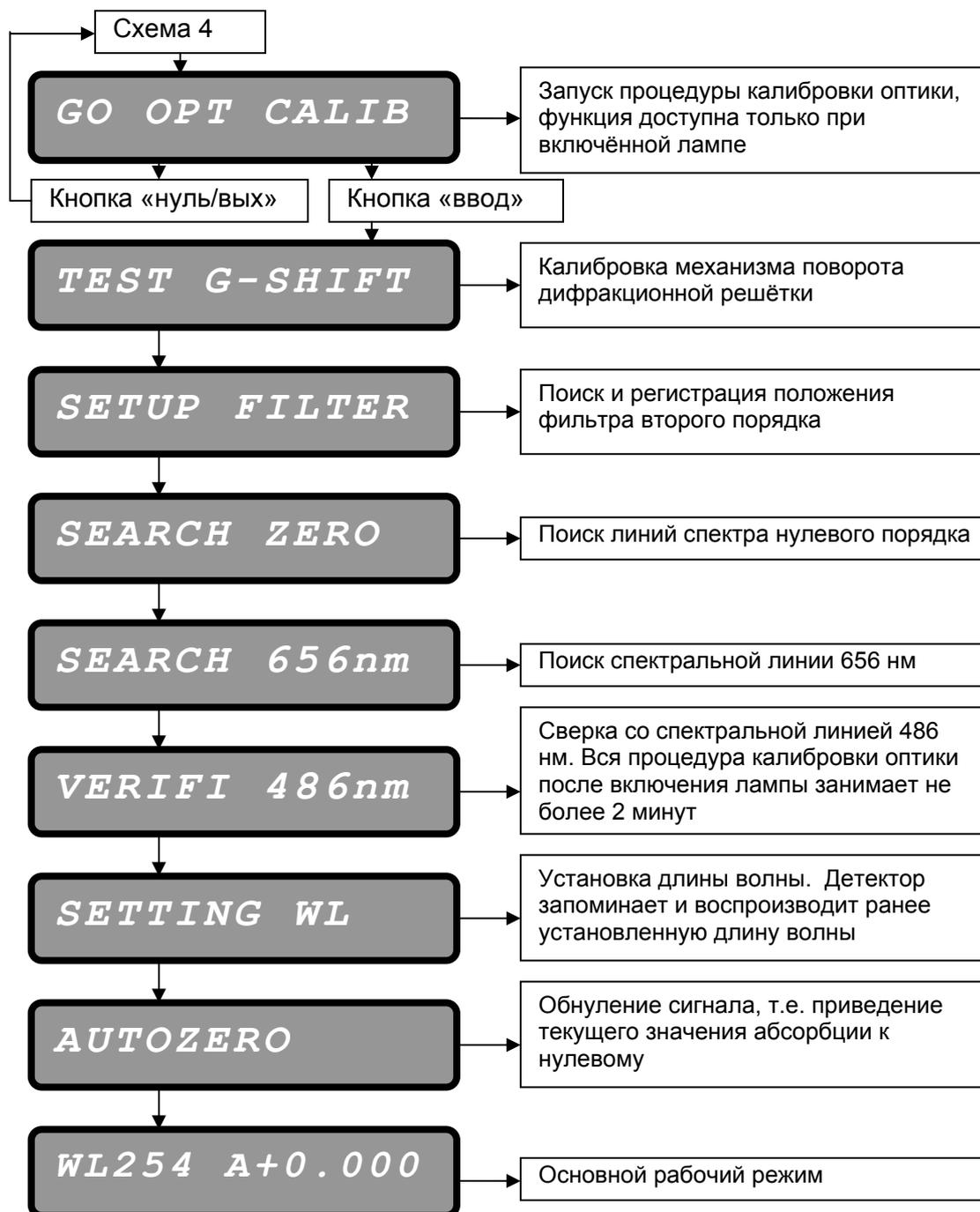
Схема 10.



Счетчик часов отражает общее время в часах, которое отработала дейтериевая лампа.

### 2.5.3.7. Калибровка оптики

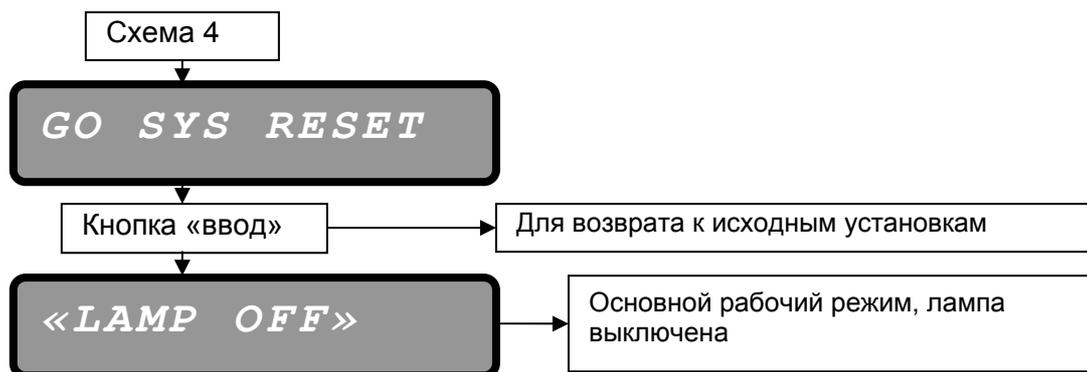
Схема 11.



Процедура калибровки оптики повторяет процедуру калибровки, осуществляемую при включении лампы. Общее время процедуры составляет около 2 минут при положительном прохождении всех процедур калибровки.

### 2.5.3.8. Возврат к исходным установкам

Схема 12.



Возврат к исходным установкам удаляет пользовательские настройки и приводит настройки детектора к следующим значениям:

FILTER – MIDD, значение постоянной времени 1,0 с

LIMITER – LOW, величина компенсации дрейфа низкая, форма пиков более 0,5 mAU (1 мВ) остается без изменений

OFFSET +00,00, величина точной подстройки аналогового выхода равна 0,00 mAU

BRIGHTNESS – 4, яркость многофункционального дисплея равна 4 (среднее значение)

WL 254 – длина волны 254 нм

**ВНИМАНИЕ!** Функция возврата к исходным установкам не стирает таймерные программы (см. п. 2.5.4.).

#### 2.5.4. Таймерная программа

Таймерная программа детектора предоставляет пользователю следующие возможности без использования дополнительного внешнего ПО.

1. Изменять длину волны в процессе снятия хроматограммы
2. Выключить дейтериевую лампу по окончании таймерной программы
3. Переходить в режим ожидания следующей инъекции, например при использовании автосамплера или в серии последовательных однотипных инъекций.

В памяти детектора может содержаться до 9 таймерных программ, пронумерованных от 1 до 9. На рис. 6 показан пример таймерной программы.

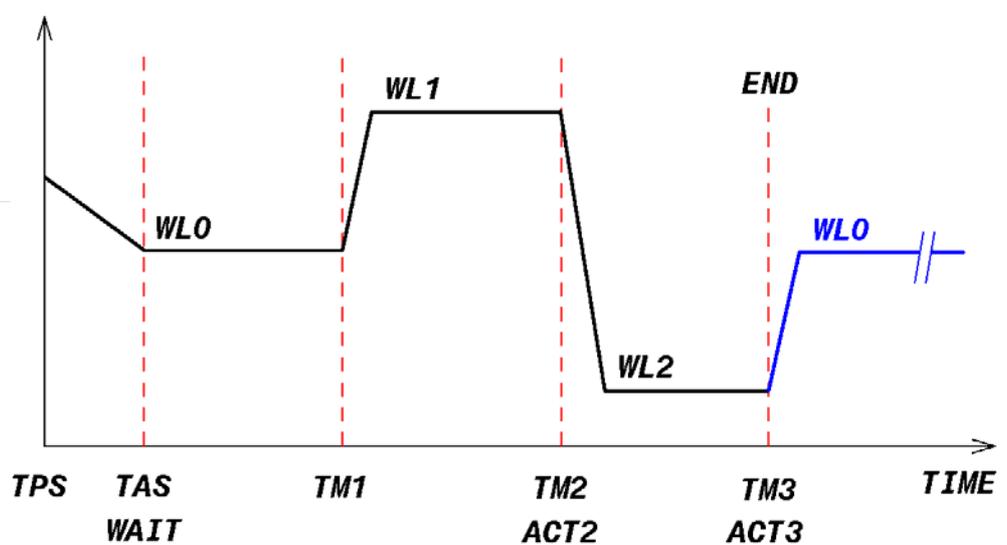


Рис. 6. Пример таймерной программы в координатах длина волны/время

TPS – Time Program Start, время запуска таймерной программы

TAS – Time Analysis Start, время старта анализа

WAIT – режим ожидания сигнала синхронизации старта

WL-0, WL-1 и WL-2 – длина волны для нулевого, первого и второго шага соответственно

TM-1, TM-2 и TM-3 – время окончания нулевого, первого и второго шага соответственно

ACT-2, ACT-3 – события в момент времени TM-2, TM-3.

В примере на рис. 6 представлен один из вариантов таймерной программы.

Таймерная программа запускается меню запуска таймерной программы, и находится в ожидании старта анализа неограниченное время с предустановленной длиной волны шага 0 – WL-0.

В момент времени старта анализа начинается отсчет времени для точки TM-1, длина волны соответствует шагу 0 (WL-0)

В момент времени TM1 устанавливается новая длина волны соответствующая шагу 1 (WL1). После установки длины волны (WL1) значение абсорбции обнуляется.

В момент времени TM2 устанавливается новая длина волны соответствующая шагу 2 (WL2). После установки длины волны (WL2) значение абсорбции обнуляется.

В момент времени TM3 программа заканчивается, перезапускается, и снова переходит в режим ожидания с предустановленной длиной волны для шага 0 (WL0).

**ВНИМАНИЕ!** Отсчет времени для точек TM-1, TM-2, TM-3, начинается с момента сигнала синхронизации, а не программы.

#### **2.5.4.1. Обозначение и диапазон программируемых параметров таймерной программы**

TM-1 – точка окончания шага 0 и начала шага 1, диапазон времени от 30 с до 199 мин

TM-2 – точка окончания шага 1 и начала шага 2, диапазон времени от 1 мин до 199 мин 30 с

TM-3 – точка окончания шага 2 и начала шага 3, диапазон времени от 1 мин 30 с до 200 мин

Условия установки времени  $TM3 \geq TM2 + 30 \text{ с}$ ,  $TM2 \geq TM1 + 30 \text{ с}$

WL-0 – Длина волны для шага 0, диапазон от 190 до 600 нм

WL-1 – Длина волны для шага 1, которую установит детектор в момент времени TM1, диапазон от 190 до 600 нм

WL-2 – Длина волны для шага 2, которую установит детектор в момент времени TM2 в случае, если в качестве события ACT2 выбрано NEXT ST, диапазон от 190 до 600 нм

ACT-2 – Событие, наступающее в момент времени TM2

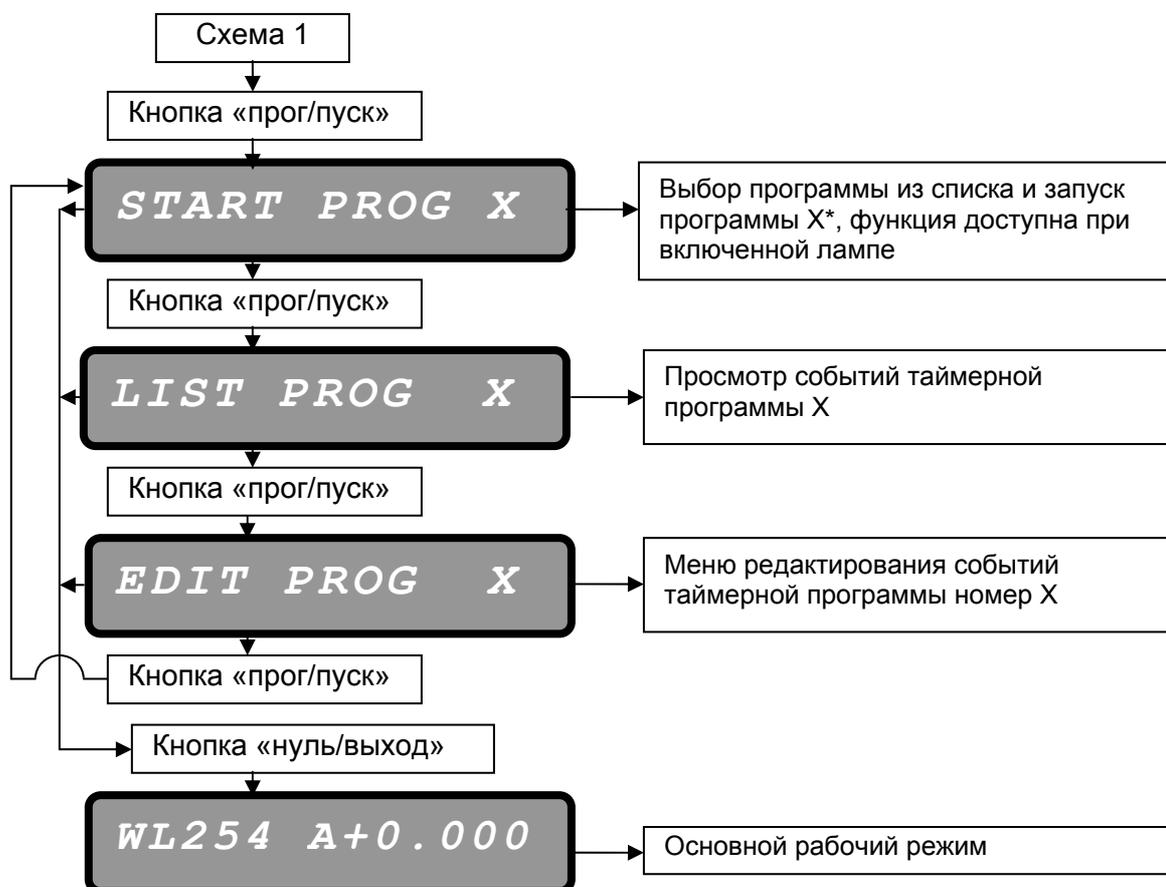
- 1) NEXT ST – следующий шаг программы, изменить длину волны с WL1 на WL2
- 2) RETURN – завершение программы, повтор программы с режима ожидания старта (WAIT)
- 3) END PRG – завершение программы и возвращение в основной рабочий режим измерения абсорбции
- 4) END + OFF – завершение программы, выключение лампы и переход в режим ожидания

ACT-3 – Событие, наступающее в момент времени TM3

- 1) RETURN – завершение программы, повтор программы с режима ожидания старта (WAIT)
- 2) END PRG – завершение программы и возвращение в основной рабочий режим измерения абсорбции
- 3) END + OFF – завершение программы, выключение лампы и переход в режим ожидания

## 2.5.5. Меню таймерной программы

Схема 13.

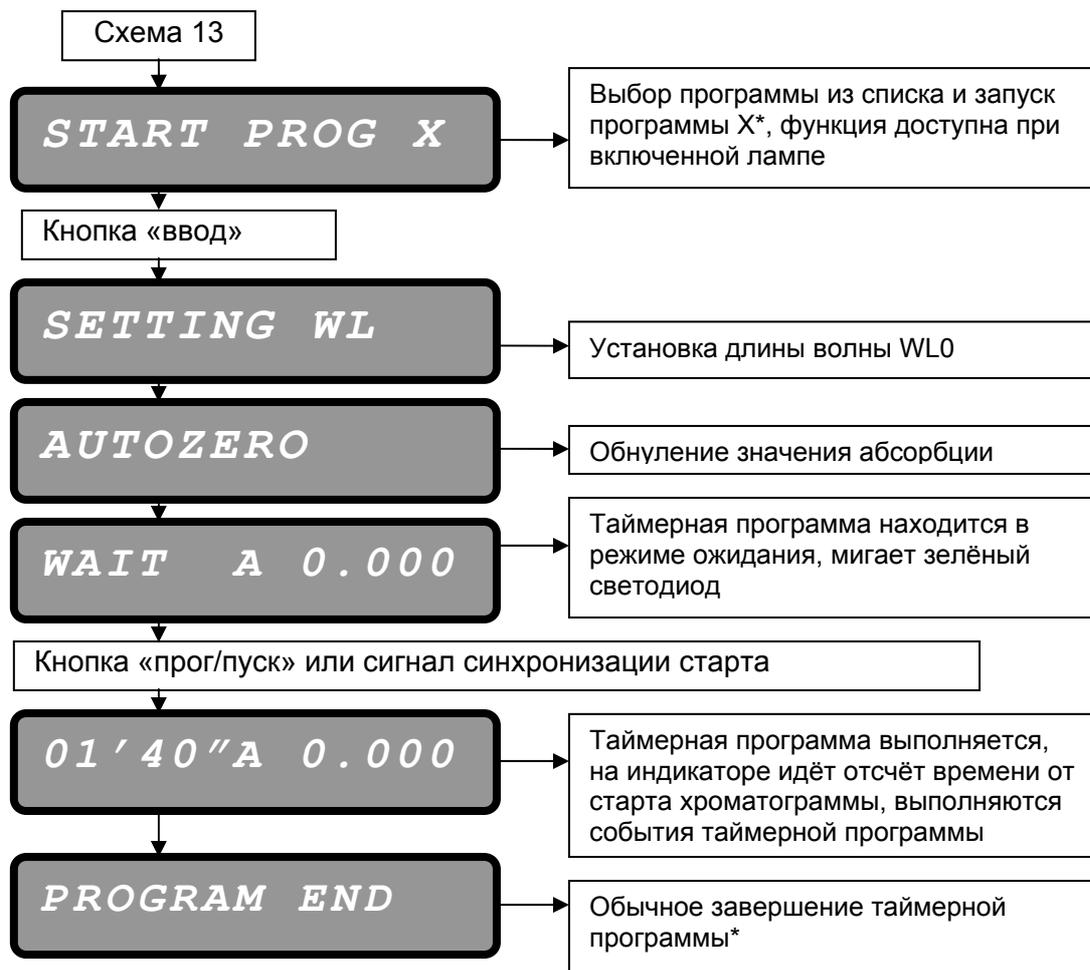


\* X порядковый номер таймерной программы.

**ВНИМАНИЕ!** Для выбора номера таймерной программы используйте кнопки « v » и « ^ ».

### 2.5.5.1. Запуск и завершение таймерной программы

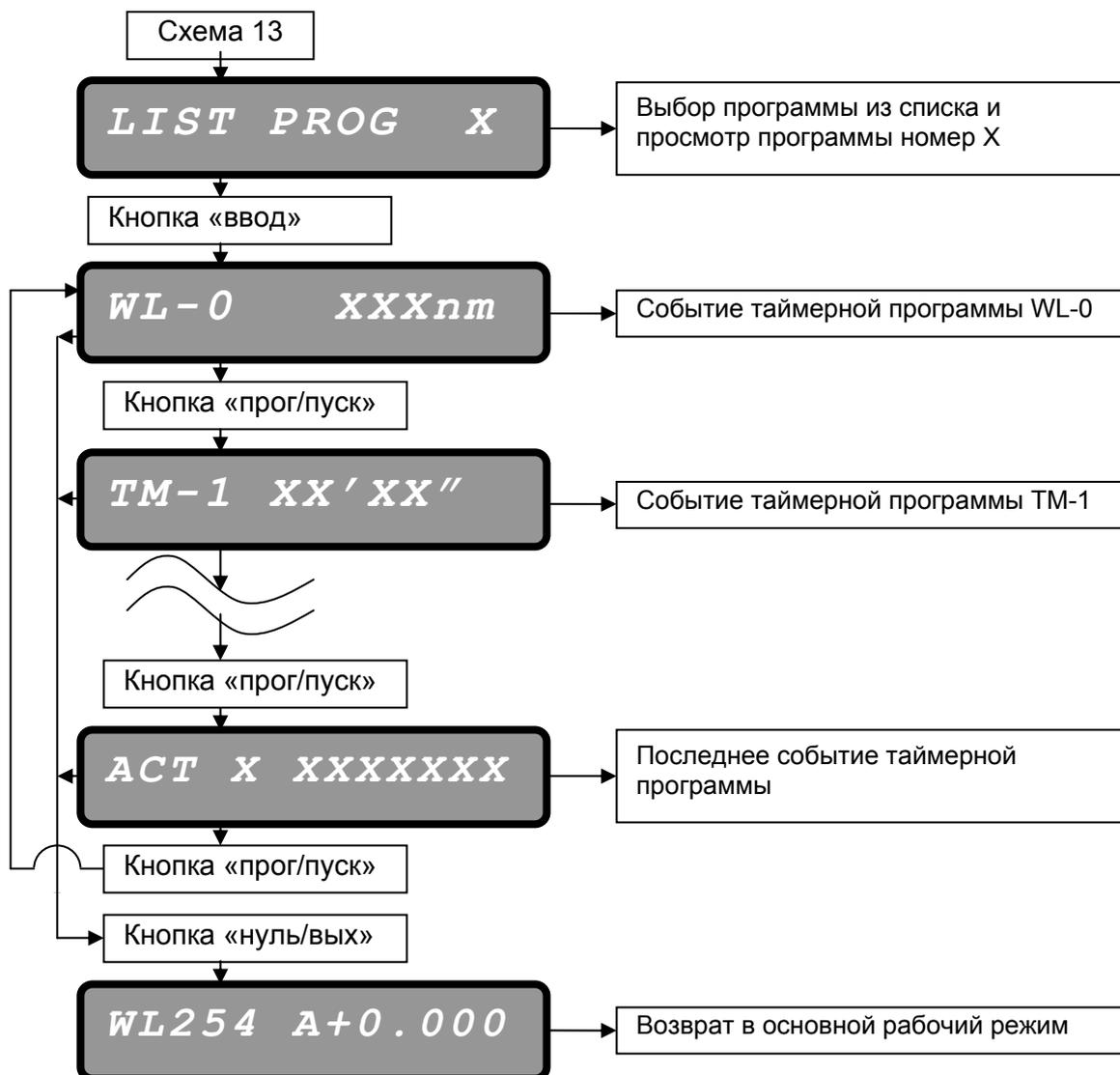
Схема 14.



\* Для принудительного завершения таймерной программы см. п. 2.5.5.7.

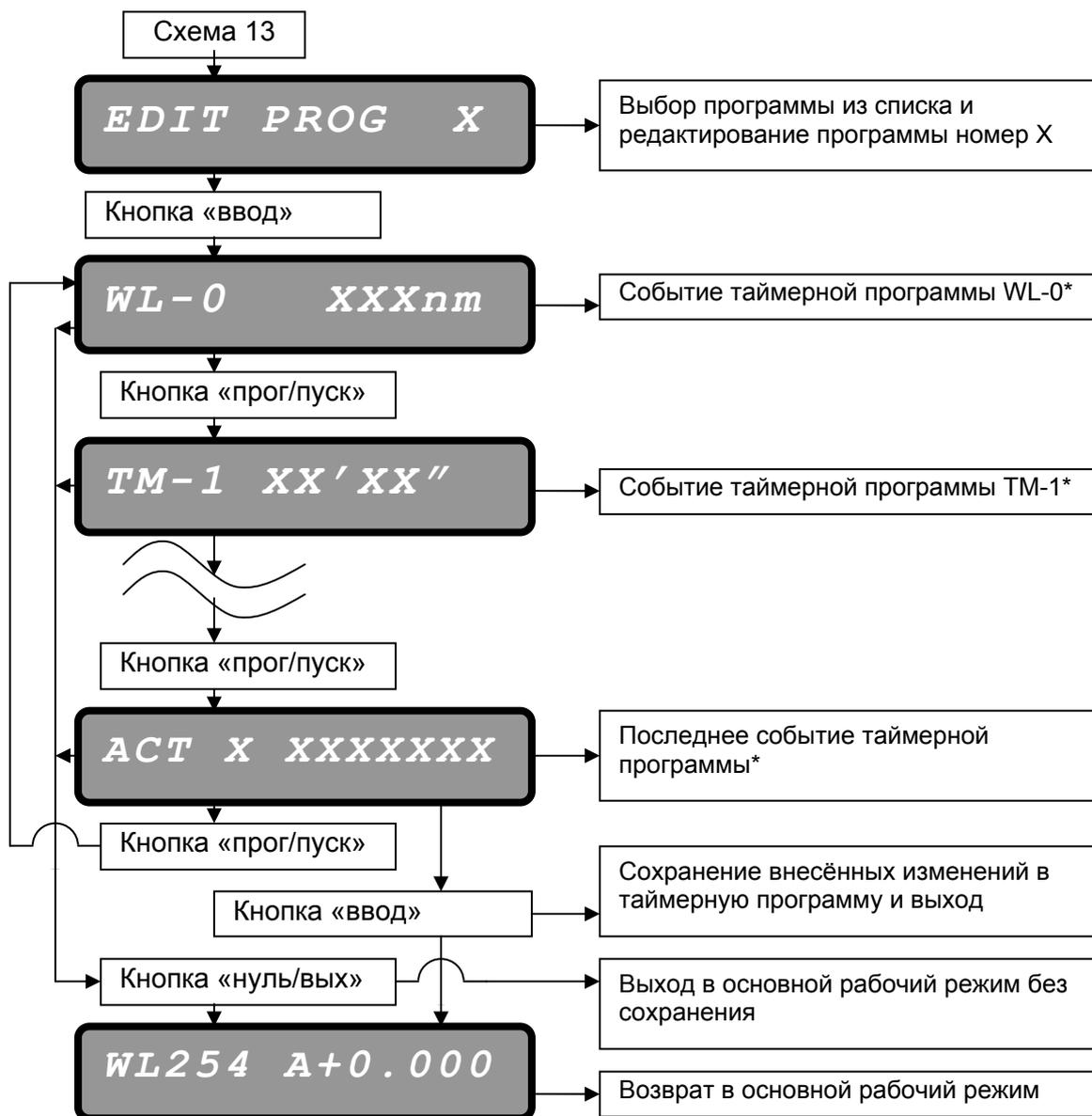
### 2.5.5.2. Просмотр таймерной программы

Схема 15.



### 2.5.5.3. Редактирование таймерной программы

Схема 16.



**ВНИМАНИЕ!** Перед выходом из меню редактирования таймерной программы нажмите кнопку «ввод» для сохранения внесенных изменений

Список всех событий и диапазон допустимых значений приведен в п. 2.5.4.1.

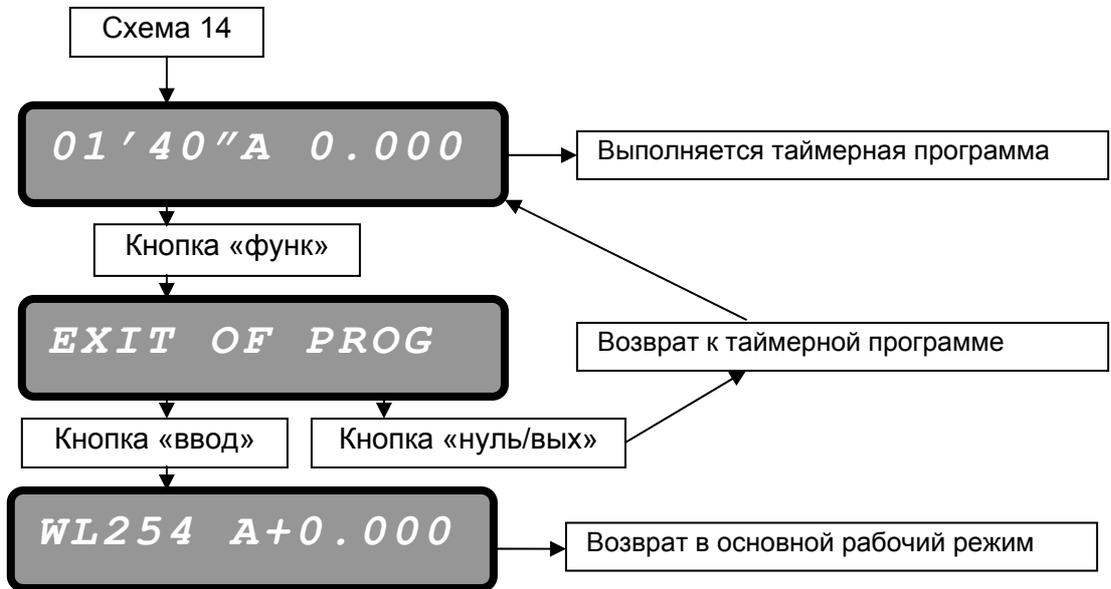
**ВНИМАНИЕ!** При нажатии и удерживании кнопок « $\vee$ » и « $\wedge$ » увеличивается шаг изменения редактируемого параметра.

#### 2.5.5.4. Просмотр текущего значения длины волны во время выполнения таймерной программы

Для просмотра текущего значения длины волны во время выполнения таймерной программы нажмите на кнопку «λ», при этом на дисплее на несколько секунд появится установленное значение длины.

#### 2.5.5.5. Принудительное завершение таймерной программы

Схема 17.



### 3. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДЕТЕКТОРА

Таблица 1. Технические характеристики детектора

	Характеристика	Значение
1	Спектральный диапазон измерений (рабочий диапазон), нм	190 - 600
2	Выделяемый спектральный интервал (полуширина спектральной линии), нм	6
3	Точность установки длины волны, нм	±1
4	Воспроизводимость установки длины волны, нм	±0,5
5	Источник света	Дейтериевая лампа IST WL 24198
6	Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала, Е.О.П., 254 нм. Элюент – ацетонитрил, скорость элюирования 1 см <sup>3</sup> /мин	1 x 10 <sup>-4</sup>
7	Дрейф нулевого сигнала, Е.О.П./час, 254 нм. Элюент - ацетонитрил, скорость элюирования 1 см <sup>3</sup> /мин	1 x 10 <sup>-3</sup>
8	Постоянная времени, с	0,5; 1,0; 5,0
9	Предел детектирования по фенолу, г., не более	6 x 10 <sup>-10</sup>
10	Объем кюветы, длина оптического пути, мм <sup>3</sup> /мм, кювета HPLC 04*	10/5
11	Материал жидкостного тракта, кювета HPLC 04*	PTFE, Vespel, нержавеющая сталь, плавленый кварц
12	Амплитуда аналогового выходного сигнала, В, не более	±2,5
13	Аналоговый выход, В/Е.О.П. (V/AU)	2
14	Диапазон подстройки аналогового выхода мВ/mAU	± 100 / 50
15	Интерфейс	RS-232
16	Время выхода на рабочий режим, мин, не более	45
17	Фитинги входные и выходные, кювета HPLC 04*	Капилляр 1/16" OD
18	Питание от сети переменного тока, напряжение/частота, В/Гц	100; 115; 220 / 50; 60
19	Потребляемая мощность, ВА, не более	55
20	Габаритные размеры В x Ш x Г, мм	210x330x300
21	Масса, кг, не более	11

\* В стандартную комплектацию включена кювета HPLC 04, полный перечень кювет приведен в приложении 2.

## 4. КОМПЛЕКТАЦИЯ

## 5. УСТАНОВКА ДЕТЕКТОРА

### 5.1. Размещение на рабочем месте и условия окружающей среды

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

Детектор устанавливается горизонтально на физический или химический лабораторный стол или в стойку с аналогичным оборудованием так, чтобы обеспечить возможность доступа к задней панели.

### 5.2. Требования к электробезопасности

Подключение детектора, см. рис. 4 поз. 7, к однофазной сети переменного тока осуществляется через розетку с третьим заземляющим проводом.

## 6. ПОДГОТОВКА ДЕТЕКТОРА К РАБОТЕ

Перед подсоединением гидравлических линий необходимо извлечь тестовую кювету ZK 02 и установить рабочую кювету, например, HPLC 04. При установке кюветы убедитесь, что входной капилляр расположен снизу. Для извлечения кюветы необходимо отвернуть 2 винта крепления кюветы (см. рис. 6.).

Подсоедините входной капилляр (помечен зеленым маркером) кюветы детектора к хроматографической колонке, выходной капилляр (помечен красным маркером) соедините с гидродинамическим сопротивлением (см. рис. 6.). Гидродинамическое сопротивление используется для создания небольшого давления (2 – 4 бар) в кювете, что предотвращает образование в ней пузырьков газа.

Подключите аналоговый кабель тип 7 к аналоговому выходу детектора (см. рис. 4 поз. 4.)

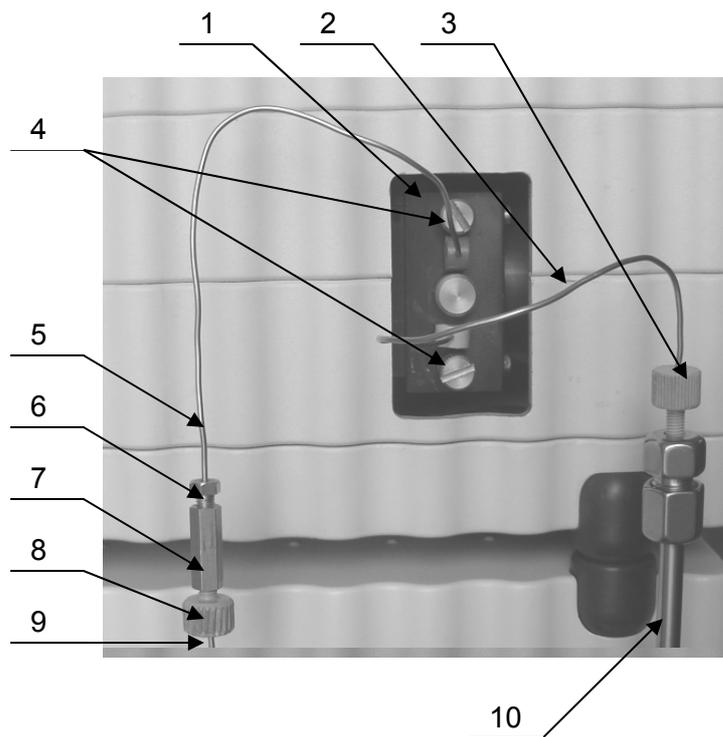


Рис. 6. Подсоединение гидравлических линий к детектору

1. Аналитическая кювета
2. Входная линия кюветы, помечена зеленым маркером
3. Винт-феррула
4. Винты крепления кюветы
5. Выходной капилляр, помечен красным маркером
6. Стальной винт из комплекта крепления гидродинамического сопротивления
7. Стальной соединитель нулевого объема из комплекта крепления гидродинамического сопротивления
8. Винт-феррула из комплекта крепления гидродинамического сопротивления
9. Гидродинамическое сопротивление (капилляр  $D_{\text{вн}} 0,2$  мм) или линия слива
10. Колонка хроматографическая

## 7. РАБОТА С ДЕТЕКТОРОМ

Включите детектор выключателем «сеть» на задней панели. Установите необходимую длину волны согласно п. 2.5.2. Включите лампу детектора, нажав кнопку «лампа». Подождите стабилизации базовой линии, обычно 10 минут или менее. Нажмите кнопку «нуль/вых» для обнуления базовой линии. Детектор готов к регистрации сигнала.

Рекомендуется непосредственно перед снятием очередной хроматограммы обнулить показания абсорбции нажатием на кнопку «нуль/вых».

В случае, если стабилизация базовой линии не наступила, а присутствует дрейф, установите значение LIMITER отличное от нуля (см. п. 2.5.3.3.)

Если в процессе работы присутствует постоянный нерегулярный шум, необходимо произвести процедуру промывки колонки согласно РЭ хроматографа или колонки.

### 7.1. Работа в диапазоне коротких длин волн

При работе в области коротких длин волн, диапазон 190 ÷ 230 нм, следует обращать внимание на следующие особенности в работе детектора. При низком уровне сигнала в измерительном канале, по сравнению с сигналом в канале сравнения (см. п. 2.5.3.1.), следует обратить внимание на подвижную фазу. При выборе растворителей для подвижной фазы пользуйтесь таблицей отсечки по длинам волн, при приготовлении подвижной фазы используйте растворители марки УФ (XXX\*), HPLC grade, ОСЧ.

\* XXX - обозначает длину волны, до которой возможно использование данного растворителя, чем меньше длина волны, указанная в характеристике растворителя, тем выше его качество.

### 7.2. Работа с детектором по протоколу RS-232

Перед работой по протоколу RS-232 соедините детектор с COM-портом компьютера соответствующим кабелем (см. приложение 1).

Работа детектора по протоколу RS-232 рассмотрена в Руководстве пользователя программного обеспечения.

### 7.3. Работа с таймерной программой

Запустите таймерную программу, нажав кнопку «прог/пуск», выберите необходимый номер программы кнопками « ^ » и « v » и нажмите кнопку «ввод». Программа перейдет в режим ожидания (мигает зеленый индикатор, на дисплее надпись WAIT).

В случае, если детектор синхронизирован по входу «LINE IN», после инъекции детектор автоматически запустит программу.

В случае, если детектор не синхронизирован по входу «LINE IN», для старта программы следует нажать кнопку «прог/пуск». Более подробно см. п. 2.5.5.1.

## **8. ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ, КОНСЕРВАЦИЯ И ТРАНСПОРТИРОВКА**

### **8.1. Техническое обслуживание детектора**

Детектор относится к разряду обслуживаемых устройств. Обслуживание детектора сводится к замене лампы после выработки 1000 и более часов. Для выяснения времени работы лампы см. п. 2.5.3.1. Следует отметить, что после выработки лампой 1000 часов при отсутствии проблем с шумом и дрейфом базовой линии детектора можно продолжить работу сверх указанного ресурса лампы. Процедура замены лампы описана в приложении 3.

Остальные элементы должны выработать полный срок службы детектора.

### **8.2. Консервация детектора**

Консервация детектора требуется в следующих случаях:

- 1 – перерыв в работе более месяца;
- 2 – транспортировка детектора.

#### **8.2.1. Консервация при перерыве в работе**

Заполните кювету детектора с помощью шприца или насоса изопропиловым спиртом. В случае использования подвижных фаз, содержащих соли, предварительно промойте кювету водой. После промывки соедините входной и выходной капилляры с помощью соединителя и двух винт-феррул.

#### **8.2.2. Консервация для транспортировки**

При необходимости транспортировки проведите процедуру консервации согласно п. 8.2.1., после чего снимите рабочую кювету HPLC 04 и на ее место установите тестовую кювету ZK 02.

### **8.3. Транспортировка детектора**

Транспортировка детектора должна осуществляться согласно ТУ 4215-003.1.2.-81696414 в упаковке фирмы-производителя или в упаковке, удовлетворяющей нормам ТУ 4215-003.1.2.-81696414 Условия транспортировки описаны в паспорте устройства.

## 9. ВОЗМОЖНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

**ВНИМАНИЕ!** При появлении надписи на дисплее детектора «WARNING» следует ознакомиться с приложением 5, где приведен перечень кодов ошибок.

Таблица 3. Неисправности детектора и способы их устранения

Неисправность	Возможные причины		Способ устранения
1. После включения прибора дисплей не светится	1.1. Нарушено питание детектора	1.1.1. Нет питания в розетке	1.1.1.1. Включите детектор в другую розетку
		1.1.2. Поврежден кабель питания	1.1.2.1. Замените кабель питания
		1.1.3. Перегорел предохранитель	1.1.3.1. Проверьте предохранитель на задней панели и замените его на запасной.
		1.1.4. После замены предохранитель перегорел снова	1.1.4.1. Проверьте соответствие между выбранным напряжением питания (см. рис. 4 поз. 1) и напряжением в розетке.
		1.1.5. Выбранное питание и питание в розетке совпадают, предохранитель перегорел	1.1.5.1. Обратитесь в сервисную службу
		1.1.6. Повреждение электроники	1.1.6.1. Обратитесь в сервисную службу
2. При включении лампа не загорается, на некоторое время загорается надпись «LAMP INIT» и далее «LAMP OFF»	2.1. Лампа не загорается	2.1.1. Лампа выработала свой ресурс	2.1.1.1. Проверьте общее время работы лампы по п. 2.5.2.1. Если время работы более 1000 часов, замените лампу как указано в приложении 3.
		2.1.2. Повреждение силовой платы питания лампы	2.1.2.1. Обратитесь в сервисную службу
3. Ровная базовая линия, отсутствует отклик на анализируемый компонент	3.1. В измерительном канале и канале сравнения нет света или свет не с той длиной волны (значения R и M близки к нулю)	3.1.1. Не включена лампа	3.1.1.1. Включите лампу по п. 6
		3.1.2. Установлена не та длина волны и/или УФ-фильтр	3.1.2.1. Установите нужную длину волны в соответствии с методикой.
		3.1.3. Неправильная юстировка зеркал или другие повреждения из-за нарушения правил транспортировки или непрофессионального вмешательства	3.1.3.1. Обратитесь в сервисную службу
	3.2. Детектор находится в перегруженном состоянии	3.2.1. Отказом не является, т. к. превышен динамический диапазон АЦП или детектора	3.2.1.1. Обнулите значение абсорбции, однократно нажав на кнопку «ноль»
4. Резкие пики на хроматограмме или резкое изменение уровня аналитического сигнала	4.1. Нестабильность сетевого напряжения, помехи по электросети	4.1.2. Напряжение падает ниже предела рабочего диапазона	4.1.2.1. Проверьте напряжение в сети, установите сетевой фильтр или источник бесперебойного питания
		4.2. Пузырьки газа в кювете	5.1.1. Слишком резкое падение давление на ячейке
		5.1.2. Не дегазирована подвижная фаза	5.1.2.1. Используйте для дегазации подвижной фазы дегазатор «DG 18»
			5.1.2.2. Дегазируйте подвижную фазу перед проведением анализа

Продолжение табл. 3.

5. Низкая чувствительность по анализируемому компоненту	5.1. Загрязнена кювета	5.1.1. На окнах кюветы находятся загрязнения	5.1.1.1. Очистите кювету согласно приложению 2
	5.2. Низкая интенсивность излучения лампы	5.2.1. Лампа выработала свой ресурс	5.1.2.1. Проверьте общее время работы лампы по п. 2.5.2.1. Если время работы более 1000 замените лампу как указано в приложении 3
	5.3. Высокая оптическая плотность подвижной фазы	5.3.1. Используется оптически непрозрачный растворитель	5.3.1.1. См. п.7.1. РЭ
6. Повышенный шум, ноль устанавливается на короткое время или не устанавливается вовсе	6.1. Свет не доходит до измерительного канала или доходит в недостаточном количестве (значение M близко к нулю, значение R не равно нулю)	6.1.1. Неправильная юстировка зеркал или другие повреждения из-за нарушения правил транспортировки или непрофессионального вмешательства	6.2.1.1. Обратитесь в сервисную службу
		6.1.2. Неправильно установлена рабочая кювета	6.1.2.1. Аккуратно установите рабочую кювету и полностью заверните крепежные винты
		6.1.3. Используется оптически непрозрачный растворитель	3.1.3.1. См. п.7.1. РЭ детектора
	6.2. Нет сигнала от измерительного фотодиода	6.2.1. Не работает фотодиод или электроника измерительного канала	6.2.1.1. Обратитесь в сервисную службу
7. Слишком высокий дрейф	7.1. Детектор нагревается или охлаждается	7.1.1. Меняется температура элементов оптического пути в детекторе и, как следствие, баланс света попадающего на фотодиоды	7.1.1.1. Измените место установки прибора так, чтобы избежать колебаний окружающей температуры более чем на 1 °С
			7.1.1.2. Установите детектор так, чтобы избежать попадания прямого солнечного света
	7.2. Изменяется оптическая плотность подвижной фазы	7.2.1. Вымываются загрязнения из хроматографической колонки	7.2.1.1. Промойте колонку согласно РЭ хроматографа или колонки
			7.2.1.2. Замените колонку
7.3. Изменяется оптическая плотность воздуха в монохроматоре	7.3.1. Присутствие озона или других газов или паров, поглощающих излучение, особенно на малых длинах волн	7.3.1.1. Начните продувку монохроматора азотом согласно п 7.1. РЭ детектора	
7.4. Повреждение электроники	7.4.1. Коррозия или повреждение электроники	7.4.1.1. Обратитесь в сервисную службу	
8. Сообщение об ошибке на дисплее WARNING XX	8.1. Код ошибки 01; 02; 09	8.1.1. См. приложение 5	8.1.1.1. Включите и выключите детектор, если ошибка повторяется - обратитесь в сервисную службу.
	8.2. Код ошибки 03	8.2.1. См. приложение 5	8.2.1.1. Включите и выключите детектор, если ошибка повторяется - обратитесь в сервисную службу.
			8.2.1.2. Если время работы лампы превышает 1000 часов, замените ее.
8.3. Код ошибки 04	8.2.1. См. приложение 5	8.2.1.1. Включите и выключите детектор, если ошибка повторяется, обратитесь в сервисную службу.	
			8.2.1.2. Проведите процедуру промывки кюветы по п. 4 приложения 2

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

## Приложение 1

Распайка разъема аналогового выхода DB9-m см. рис. 4 поз. 4

5 контакт аналогового разъема – сигнал (HIGH, +);

9 контакт аналогового разъема – аналоговая «земля», он же LOW (-);

рубашка разъема – «земля» прибора;

остальные контакты не распаяны.

Распайка разъема последовательного RS-232 порта DB9-f рис. 4 поз. 3

2 контакт –RXD (прием данных);

3 контакт –TXD (передача данных);

5 контакт – «земля»;

остальные контакты не распаяны.

Для подключения детектора спектрофотометрического UVV 104.1M к АЦП Е 18 используется кабель тип 7.

## Приложение 2

Таблица 1. Перечень кювет, применяемых в детекторе

	Модель кюветы	Длина оптического пути, мм	Объем кюветы, мм <sup>3</sup>	Материал кюветы	Особенности
1	HPLC 04 аналитическая	5	10	PTFE, Vespel, нержавеющая сталь, кварц	Рабочее давление до 10 бар. Капилляры 1/16" OD
2	PLCC 05 FEP препаративная	0,3/1,3/2,3	40/55/70	FEP, PEEK, кварц	Расход до 30 л/час, переменная длина оптического пути. Капилляры 1/8" OD
3	PLCC 04 SS препаративная	0,3/1,3/2,3	40/55/70	Нержавеющая сталь, PEEK, кварц	Расход до 30 л/час, переменная длина оптического пути. Капилляры 1/16" OD
4	MLCC 02 микрокювета	0,8	0,5	PTFE, Vespel, нержавеющая сталь, кварц	Рабочее давление до 200 бар. Капилляры 1/16" OD
5	ZK 02 тестовая	-	-	-	Используется при диагностике и транспортировке детектора

### 1. Аналитическая кювета HPLC 04

Аналитическая кювета HPLC 04 имеет объем 10 мм<sup>3</sup> при длине оптического пути 5 мм. Для исключения влияния температурной нестабильности на результат измерения подвижная фаза перед попаданием в кювету стабилизируется по температуре во входном капилляре, намотанном внутри металлического корпуса кюветы и зафиксированном в нем специальным сплавом. Внутренний диаметр входного капилляра – 0,2 мм.

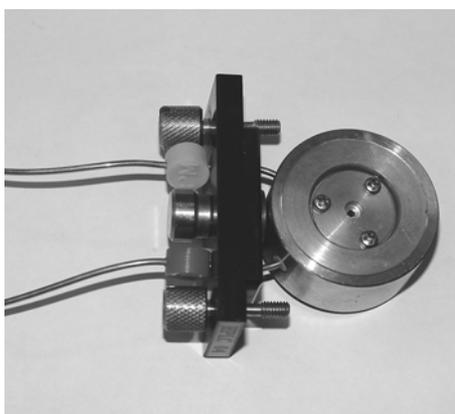


Рис. 1. Аналитическая кювета HPLC 04

## 2. Препаративные кюветы PLCC 05 и PLCC 04

Уникальная конструкция данных кювет дает возможность выбора длины оптического пути от 0,3 до 2,4 мм в зависимости от задачи.

Изменение длины оптического пути достигается за счет смены положений окон и уплотнительных колец (см. рис. 2.). Кюветы поставляются с завода-изготовителя с длиной оптического пути 0,3 – 0,4 мм.

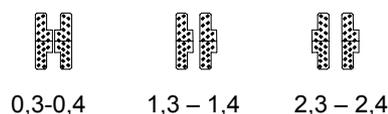


Рис. 2.

При этом изменяется объем кюветы, который может составлять 40, 55 и 70 мм<sup>3</sup> соответственно.

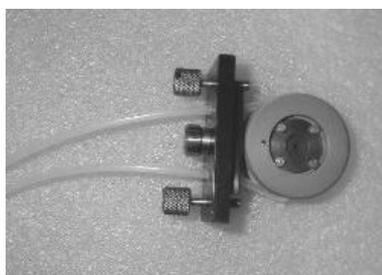


Рис. 3. Препаративная кювета PLCC 05

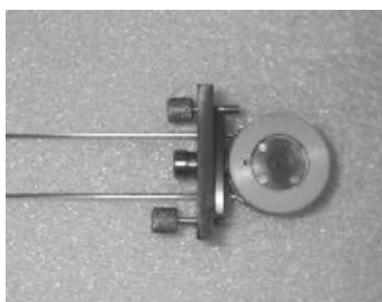


Рис. 4. Препаративная кювета PLCC 04

## 3. Замена окон кюветы

При повреждении окон кюветы, их загрязнении или для изменения длины оптического пути препаративной кюветы необходимо разобрать кювету. Для этого необходимо отвернуть крепежные винты, удалить крышки с обеих сторон кюветы, вынуть окна и соответствующие прокладки. Для облегчения демонтажа предварительно рекомендуется удалить жидкость из кюветы через подводный капилляр при помощи шприца, прокачав им через кювету необходимый объем воздуха.

**ВНИМАНИЕ!** При работе с кюветой нельзя дотрагиваться до рабочих поверхностей окон, т.к. следы жира, оставляемые пальцами, сильно поглощают UV-излучение и могут стать причиной резкого снижения чувствительности. Кроме того, дальнейшая очистка окон может повредить их рабочие поверхности.

Вставьте новое окно. Окно препаративной кюветы вставляется определенным образом в соответствии с требованиями к длине оптического пути. При сборке

проверьте правильность установки и чистоту уплотнений, чтобы исключить частичное перекрытие окон и загрязнения. При ремонте (разборке) кюветы все фторопластовые (PTFE) уплотнения необходимо заменить на новые.

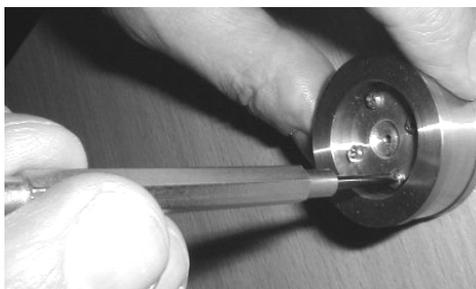


Рис. 5.

После сборки крепежные винты следует затягивать крайне аккуратно, т.к. окна кюветы могут треснуть из-за слишком большого усилия затяжки. Для затяжки используйте маленькую (желательно часовую) отвертку. После сборки визуально (на свет) проверьте чистоту окон. На окнах не должно быть частиц пыли, сильно снижающих чувствительность измерения.

Перед установкой кюветы в прибор проверьте ее на герметичность, подсоединив насос и прокачав через кювету жидкость с рабочим расходом. Кювета считается герметичной, если протечек не обнаружено.

После завершения всех вышеупомянутых операций установите кювету (см. п. 6 РЭ) в детектор, подключите детектор к линии с подвижной фазой и промойте кювету чистым растворителем. Затем, используя режим «ТЕСТ», описанный в п. 2.5.2.2., проверьте чистоту кюветы на приборе.

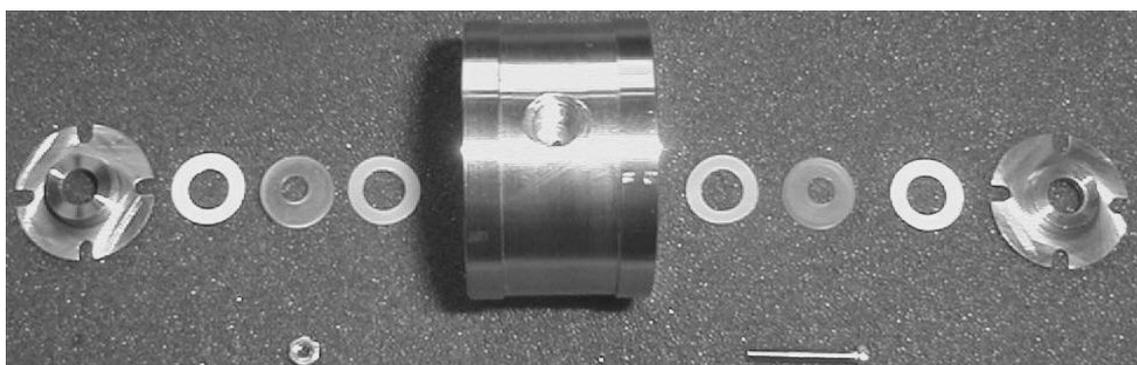
На рис. 6 и 7 изображены детали кювет в соответствии с порядком установки.

**ВНИМАНИЕ!** Внутри кювета представляет конус, поэтому передняя прокладка имеет меньший диаметр, чем прокладка, устанавливаемая на выходе кювета.



гайки    задняя крышка    задняя прокладка    заднее (выходное) окно    корпус кюветы    переднее (входное) окно    передняя прокладка    передняя крышка    винты

Рис.6. Элементы аналитической кюветы HPLC 04



крышка    верхняя прокладка    окно    нижняя PTFE прокладка    корпус кюветы    нижняя PTFE прокладка    окно    верхняя прокладка    крышка  
гайка (4 шт.)    винт (4 шт.)

Рис.7. Элементы препаративных кювет PLCC 05 FEP и PLCC 04 SS

#### 4. Промывка окон кюветы

Простейшим способом промывки окон кюветы является прокачка совместимого растворителя через кювету, при этом кювета обязательно предварительно должна быть извлечена из прибора. Выбор промывного растворителя определяется, прежде всего, характером загрязнений, а также его совместимостью с растворителем, до этого находившимся в кювете.

Рекомендуемые растворители для промывки кюветы:

ацетонитрил, изопропанол, гексан, 1% водный раствор  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 5% раствор азотной кислоты, 0,1М раствор NaOH.

После промывки установите кювету в прибор, промойте рабочим растворителем и, используя тестовый режим (см. п. 2.5.2.2.), проверьте результат.

Если результат окажется неудовлетворительным, замените окна кюветы или обратитесь в сервисную службу.

### Приложение 3

**ВНИМАНИЕ!** Замена лампы должна осуществляться квалифицированным персоналом только после выключения сетевого питания и отсоединения кабеля сетевого питания от детектора. Повторное включение детектора после смены лампы допускается лишь при закрытой крышке лампового отсека.

Для смены лампы:

- 1 – выключите детектор и отсоедините кабель сетевого питания;
- 2 – переверните детектор вверх дном и отверните крепежные винты крышки лампового отсека (рис. 1.);



Рис. 1. Отворачивание крепежных винтов крышки лампового отсека

- 3 – откройте крышку с закрепленным фиксатором разъема, соединяющего лампу с блоком питания;
- 4 – отсоедините штекер лампы (рис. 2.);

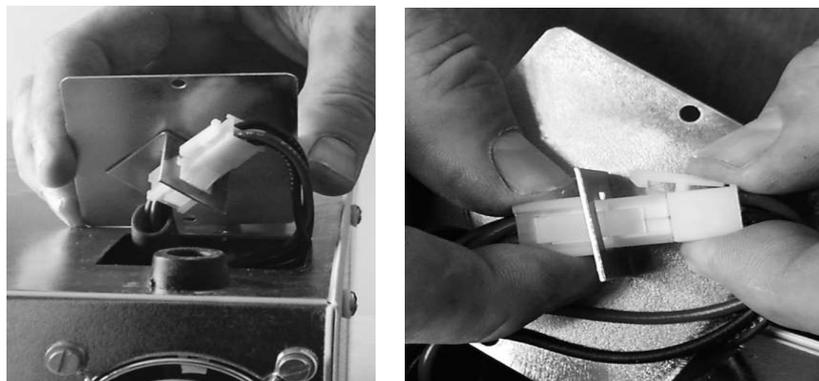


Рис. 2. Крышка с фиксатором и разъем лампы

- 5 – отверните два винта М3 удерживающих лампу, и извлеките лампу (рис. 3.);

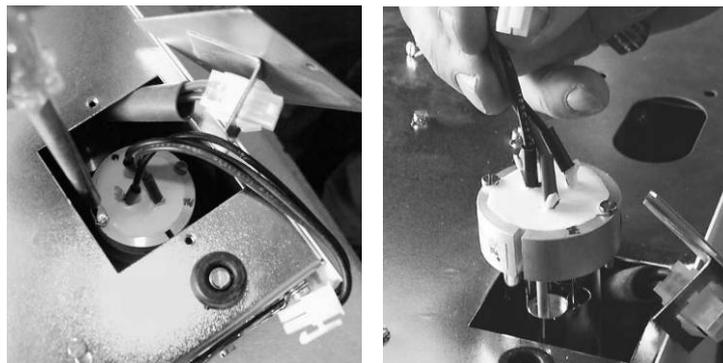


Рис. 3. Извлечение лампы

6 – установите новую лампу, соблюдая положение держателя (рис. 4);

7 – заверните крепежные винты.

После установки лампа не требует юстировки.

При установке лампы не касайтесь колбы руками, так как это может привести к загрязнению. Не путайте положение держателя лампы. Паз держателя должен устанавливаться в направлении, указанном стрелкой.

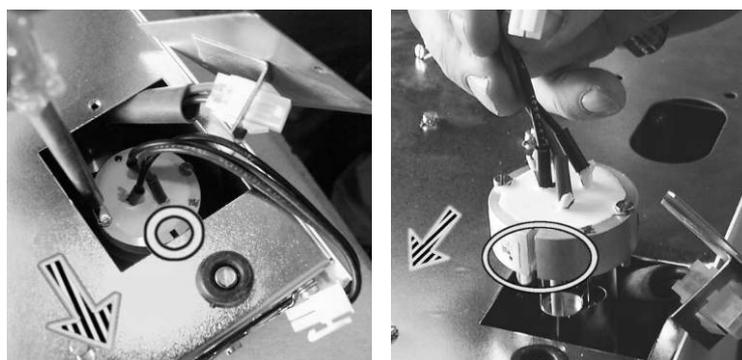


Рис. 4. Установка новой лампы

8 – подключите лампу через разъем, закройте крышку и заверните винты. Включите прибор, зажгите лампу и не менее чем через час работы обнулите счетчик часов работы лампы, а также установите новое значение интенсивности света в канале сравнения с помощью специального программного обеспечения в режиме обслуживания. Обнуление счетчика лампы и установка нового значения интенсивности света не является обязательной процедурой.

После замены лампы без обнуления счетчика следует отметить время замены лампы в паспорте и отсчитывать срок работы новой лампы от него.

## Приложение 4

Таблица 1. Пересчет из мВ в единицы абсорбции.

Коэффициент пересчета	Размерность коэффициента пересчета	Примечание
0,0005	Е.О.П./мВ	Аналоговый выход детектора 2В/ЕОП

## Приложение 5

Коды ошибок позволяют достаточно быстро диагностировать возможные повреждения детектора. При возникновении ошибки на дисплее детектора загорается надпись:



Где - XX код ошибки из табл.1 приложения 5

Таблица 1. Коды ошибок спектрофотометра UVV 104.1M

Код	Тип ошибки	Описание	Возможные причины
01	Ошибка функции AUTOZERO	Слишком высокий уровень сигнала на канале сравнения	1.1. Поврежден фотодиод канала сравнения 1.2. Повреждена оптическая часть детектора
02	Ошибка функции AUTOZERO	Слишком высокий уровень сигнала на измерительном канале	2.1. Поврежден фотодиод канала сравнения 2.2. Повреждена оптическая часть детектора
03	Ошибка функции AUTOZERO	Слишком низкий уровень сигнала на канале сравнения	3.1. Поврежден блок питания лампы 3.2. Лампа не загорается или не дает световой поток достаточной интенсивности 3.3. Поврежден фотодиод канала сравнения 3.4. Повреждена оптическая часть детектора
04	Ошибка функции AUTOZERO	Слишком низкий уровень сигнала на измерительном канале	4.1. Кювета заполнена сильно поглощающим элюатом 4.2. Окна кюветы загрязнены 4.3. Поврежден блок питания лампы 4.4. Лампа не загорается или не дает световой поток достаточной интенсивности 4.5. Поврежден фотодиод канала сравнения 4.6. Повреждена оптическая часть детектора
09	Ошибка при калибровке оптики OPTICAL CALIB	Детектор не нашел опорного сигнала на 486 нм	5.1. Повреждена оптическая часть детектора