

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
им. А. М. ГОРЬКОГО

МЕТОДИЧЕСКОЕ РУКОВОДСТВО
по техническому обслуживанию и эксплуатации
спектрофлуориметра Флюорат-02-Панорама

Екатеринбург
2008

Методическое руководство подготовлено
кафедрой аналитической химии

Составитель: доцент, к.х.н
Осинцева Е.В.

© Осинцева Е.В., 2008

Настоящее методическое руководство предназначено для преподавателей, аспирантов, студентов химического факультета, использующих в научно-исследовательских и других работах спектрофлуориметр Флюорат-02-Панорама. Методическое руководство содержит описание спектрофлуориметра «Флюорат-02-Панорама», криоспектральной системы «КРИО - 1», лабораторного монохроматора «ЛМ - 3», программы для персонального компьютера Panorama Pro Версия 2.0.0.

СОДЕРЖАНИЕ

1	АНАЛИЗАТОР ЖИДКОСТИ ТИПА «ФЛЮОРАТ-02»	
	Модификация «ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА»	6
1.1	Описание и работа	6
1.1.1	Назначение	6
1.1.2	Технические характеристики	6
1.1.3	Состав изделия	7
1.1.4	Устройство и работа анализатора	8
1.1.5	Маркировка и пломбирование	13
1.1.6	Упаковка	13
1.2	Использование анализатора	14
1.2.1	Эксплуатационные ограничения	14
1.2.2	Подготовка анализатора к использованию	14
1.2.3	Использование изделия	21
1.2.4	Проверка работоспособности прибора	29
1.3	Характерные неисправности и методы их устранения	32
1.3.1	Сообщения об ошибках	32
1.4	Правила хранения анализатора	35
1.5	Транспортирование	35
2	КРИОСПЕКТРАЛЬНАЯ СИСТЕМА-ПРИСТАВКА К АНАЛИЗАТОРУ ТИПА «ФЛЮОРАТ-02» Модификация «КРИО - 1»	36
2.1	Техническое описание	36
2.1.1	Назначение аппаратуры	36
2.1.2	Состав криоспектральной системы	36
2.1.3	Технические характеристики	36
2.1.4	Устройство криоспектральной системы	37
2.2	Эксплуатация криоспектральной системы	41
2.2.1	Распаковка	41
2.2.2	Меры безопасности	41
2.2.3	Порядок установки кс-системы	42
2.2.4	Подготовительные операции	42
2.2.5	Порядок проведения измерений	45
2.2.6	Характерные неисправности и способы их устранения	45
2.2.7	Хранение и транспортировка кс-системы	46
2.2.8	Гарантийные обязательства	46
3	ЛАБОРАТОРНЫЙ МОНОХРОМАТОР «ЛМ - 3»	47
3.1	Общие сведения	47
3.1.1	Назначение	47
3.1.2	Технические характеристики	47
3.1.3	Устройство и работа монохроматора	48
3.2	Эксплуатация монохроматора	52
3.2.1	Порядок установки монохроматора	52
3.2.2	Подготовка монохроматора к работе	52
3.2.3	Работа на монохроматоре	53
3.2.4	Техническое обслуживание	53
3.2.5	Правила хранения и транспортирования	54
3.2.6	Характерные неисправности и методы их устранения	54
4	ПРОГРАММА ДЛЯ ПЕРСОНАЛЬНОГО КОМПЬЮТЕРА Panorama Pro Версия 2.0.0	56
4.1	Назначение	56
4.2	Установка программного обеспечения	56

4.3	Описание меню программы.....	58
4.4	Общие принципы работы с программой.....	63
4.5	Проведение измерений.....	72
4.6	Сообщения об ошибках.....	85
4.7	Поддержка и сопровождение.....	88

ПРИЛОЖЕНИЕ

Инструкция по проведению юстировки оптического разъема в кюветном отделении анализатора «ФЛЮОРАТ-02».....	89
---	----

1 АНАЛИЗАТОР ЖИДКОСТИ ТИПА «ФЛЮОРАТ-02» Модификация «ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА»

1.1 ОПИСАНИЕ И РАБОТА

1.1.1 НАЗНАЧЕНИЕ

1.1.1.1 Анализатор жидкости «Флюорат-02-Панорама» предназначен для исследования спектров возбуждения и регистрации люминесценции, и изучения фотометрических характеристик и характеристик фосфоресценции анализируемых объектов.

1.1.1.2 Прибор может быть использован в качестве автоматического детектора при измерении массовой концентрации неорганических и органических примесей в воде, а также в воздухе, почве, технических материалах, продуктах питания после переведения примесей в раствор или непосредственно без пробоподготовки в соответствии с методикой выполнения измерений

1.1.1.3 Область применения анализатора - научные исследования, аналитический контроль объектов окружающей среды, санитарный контроль, контроль технологических процессов.

Примечание. При комплектовании прибора приставками, снабженными волоконно-оптической линией связи, имеется возможность проводить исследования люминесценции и рассеяния света от твердых, сыпучих и замороженных образцов вне кюветного отделения анализатора.

1.1.2 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Основные технические характеристики

1.1.2.1 Спектральный диапазон оптического излучения, используемого для анализа:

в канале возбуждения и при фотометрических измерениях, нм..... 210-730 (840)*)

в канале люминесценции, нм 210-690 (840)*»

*) по специальному заказу спектральный диапазон может быть расширен до 840 нм

1.1.2.2 Выделяемый спектральный интервал, нм, не более 15

1.1.2.3 Предел погрешности установки длины волны, нм, не более ± 3

1.1.2.4 Источник питания сеть переменного тока 220 В, 50

Гц

1.1.2.5 Потребляемая мощность, Вт, не более 40

1.1.2.6 Габаритные размеры, мм, не более 400x350x160

1.1.2.7 Масса, кг, не более 13

1.1.2.8 Диапазоны измерения коэффициента пропускания образца фотометрическим методом, %
..... от 10 до 90

1.1.2.9 Время однократного измерения, с, не более 10

1.1.2.10 Время установления рабочего режима, мин, не более..... 30

1.1.2.11 Пределы допускаемого значения основной погрешности коэффициента пропускания образцов, %..... ± 2

1.1.2.12 Дрейф показаний анализатора за 4 часа работы: не более половины предела допускаемого значения его основной погрешности

1.1.2.13 Пределы дополнительной погрешности, вызванной изменением напряжения питания от 187 В до 220 В и от 220 В до 242 В: не более половины предела допускаемого значения его основной погрешности

1.1.2.14 Анализатор должен работать при следующих условиях эксплуатации:

- температура окружающей среды, °C 10 - 35
- относительная влажность воздуха при 25°C (и при более низких температурах без конденсации влаги), % 30 - 80
- атмосферное давление, кПа от 84 до 106.7

1.1.2.15 Показатель надежности анализатора:

- средняя наработка на отказ, ч, не менее 1000
- среднее время восстановления, ч, не более 8
- средний срок службы, лет, не менее 5

1.1.2.16 Содержание драгоценных металлов Не содержит

Дополнительные технические характеристики

1.1.2.17 Дифракционные решетки:

- число штрихов на миллиметр 900
- радиус кривизны, мм 100
- область максимальной концентрации энергии, нм 250 - 500

1.1.2.18. Разрядность применяемого аналого-цифрового преобразователя (АЦП) 16

1.1.2.19 Отношение сигнал/шум для комбинационного рассеяния света молекулами воды (КР воды) на длине волны возбуждения 350 нм (регистрация 400 нм) при постоянной времени 2 сек, не менее:
при выделяемом интервале монохроматоров 15 нм 200
при выделяемом интервале монохроматоров 6÷8 нм 100

1.1.3 СОСТАВ ИЗДЕЛИЯ

В комплект поставки анализатора входят:

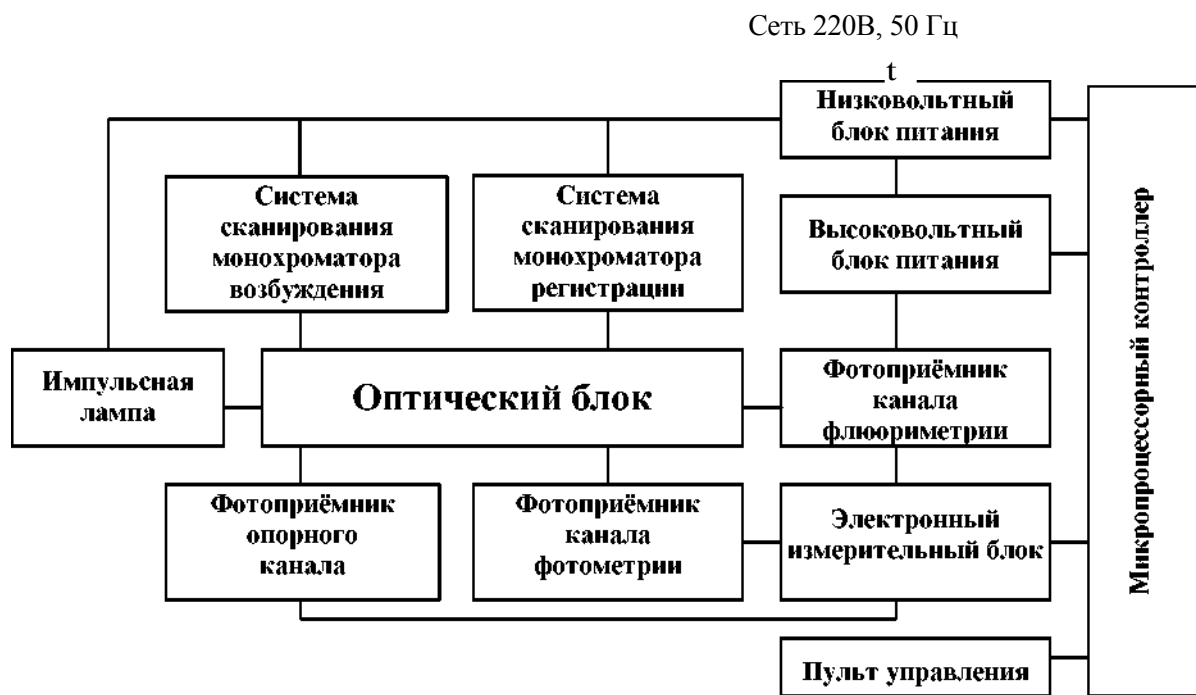
- Анализатор «Флюорат-02-Панорама»,
- Программное обеспечение (ПО) на инсталляционных дискетах или на компакт-диске,
- Кабель связи прибора с компьютером RS-232,
- Шнур питания,
- Кварцевые кюветы К-10 (3 шт.),
- Настоящее Руководство по эксплуатации,
- Описание Программного обеспечения,
- Паспорт на анализатор,
- Методика поверки

Примечание. Всё остальное оборудование и аксессуары, упоминаемые в тексте данного Руководства, поставляется по специальному заказу.

1.1.4 УСТРОЙСТВО И РАБОТА АНАЛИЗАТОРА

1.1.4.1 Принцип действия анализатора основан на измерении интенсивностей световых потоков от исследуемого объекта, возникающих под воздействием возбуждающего оптического излучения выделенного спектрального диапазона и регистрируемых оптическими приёмниками прибора.

1.1.4.2 Устройство анализатора иллюстрируется структурной схемой, представленной на рис.1.1, где отображены функциональные связи его составных частей.



RS-232

Рис.1.1 Структурная схема анализатора «ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА».

Анализатор состоит из низковольтного источника питания, оптической схемы с источником и приёмниками излучения, высоковольтного источника питания ФЭУ, систем сканирования монохроматоров, электронного измерительного блока, микропроцессорного контроллера и пульта управления с цифровым индикатором и клавиатурой.

1.1.4.2.1 Низковольтный источник питания преобразует переменное напряжение сети в постоянное стабилизированное напряжение (+5В, +15В, -15В), необходимое для питания приёмников излучения, электронных схем и цифрового индикатора.

1.1.4.2.2 Импульсный источник света вырабатывает световые импульсы микросекундной длительности с частотой, определяемой микропроцессорным контроллером (25Гц).

1.1.4.2.3 Приёмники излучения служат для преобразования световых сигналов в электрические в соответствующих измерительных каналах.

1.1.4.2.4 Высоковольтный источник питания повышает до 1 кВ напряжение, получаемое от стабилизированного низковольтного источника питания для питания ФЭУ. Уровень высокого напряжения, а следовательно чувствительности ФЭУ, задаётся контроллером в

соответствии с выбором значения параметра F1 (см. п. 1.2 «ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АНАЛИЗАТОРА»).

1.1.4.2.5 Электронный измерительный блок осуществляет усиление и оцифровку сигналов, поступающих от приёмников.

1.1.4.2.6 Пульт управления служит для выбора режимов работы прибора, ввода значений параметров и вывода результатов измерений на цифровых индикаторах.

1.1.4.2.7 Микропроцессорный контроллер осуществляет взаимодействие с оператором через пульт управления, запуск программ управления измерениями по командам с клавиатуры, хранение в оперативной памяти значений рабочих параметров, контролирует работу всех систем. Он также управляет напряжением высоковольтного источника питания, запуском импульсного источника света, обменом данными по каналу RS-232, выводит данные и сообщения об ошибках на цифровой индикатор. В энергонезависимой памяти контроллера (EEPROM) хранится информация о настройках высоковольтного источника питания и обоих монохроматоров.

1.1.4.2.8 Канал связи RS-232 предназначен для сопряжения анализатора с внешним компьютером, снабженным Программным обеспечением для проведения автоматизированных спектрально-временных измерений на анализаторе.

1.1.4.2.9 Оптическая схема прибора (рис.1.2) обеспечивает прохождение световых потоков от источника света через монохроматоры к кювете с анализируемой пробой и далее на соответствующие фотоприёмники.

Схема может быть условно разбита на четыре канала: осветительный (возбуждения люминесценции) "I", опорный "II", канал пропускания (фотометрический) "III" и флуориметрический (регистрации люминесценции) "IV".

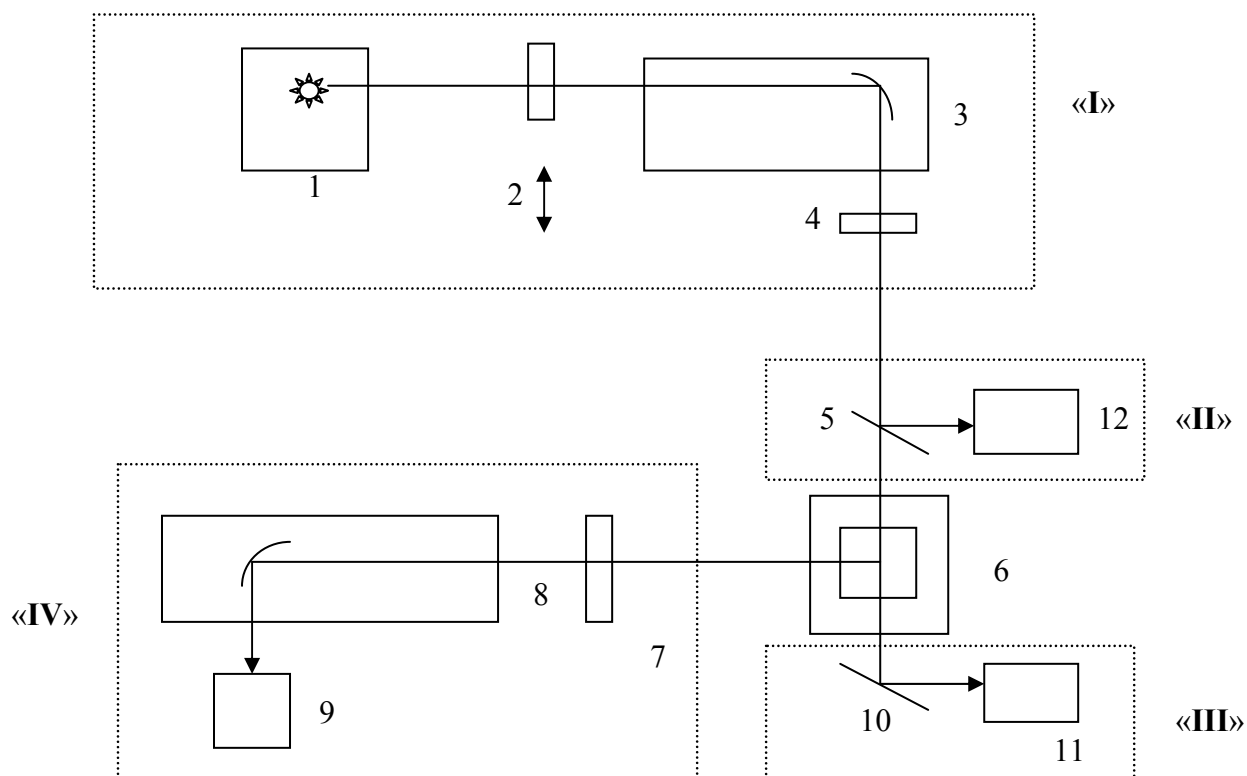


Рис.1.2 Оптическая схема спектрофлуориметрического анализатора «ФЛЮОРАТ-02-ПАНОРАМА».

- 1 - источник излучения
- 2 - устройство отсечки второго порядка дифракции
- 3 - монохроматор осветительного канала (возбуждения)
- 4 и 7 - светофильтры каналов возбуждения и регистрации люминесценции
- 5 и 10 - светоделительные пластины
- 6 - кювета с анализируемой пробой
- 8 - монохроматор флуориметрического канала
- 9 - фотоприёмник флуориметрического канала (ФЭУ)
- 11 - фотоприёмник канала пропускания (фотометрического)
- 12 - фотоприёмник опорного канала

1.1.4.3 РЕЖИМЫ РАБОТЫ

Анализатор имеет два основных режима измерений: флюориметрический и фотометрический.

1.1.4.3.1 Общая часть

Источник света анализатора (поз. 1 на рис. 1.2) - ксеноновая лампа высокого давления, работает в режиме коротких (≈ 1 мкс) импульсов, с частотой повторения 25 Гц. Спектр испускания ксеноновой лампы - от жесткого ультрафиолетового (190 нм) до ближнего инфракрасного (2.5 мкм) излучения. Большинство актуальных загрязнителей имеют узкополосную (до 20 - 40 нм) структуру спектров поглощения в диапазоне от 200 до 600 нм. Этот спектральный диапазон и выбран в качестве рабочего для анализатора «Флюорат-02-Панорама».

Для выделения необходимого спектрального диапазона в анализаторе «Панорама» применяется монохроматор с вогнутой дифракционной решеткой, работающей в первом порядке дифракции. Для того, чтобы не допустить проникновения в кювету с анализируемой пробой излучения второго порядка дифракции (например, при настройке монохроматора на 500 нм в проходящем свете может присутствовать излучение с длиной волны 250 нм), монохроматор снабжен устройством, отсекающим второй порядок дифракции (поз. 2 там же) и включающимся на длинах волн больше 400 нм.

Примечание. При описании работы анализатора в *фотометрическом* режиме этот монохроматор будет называться осветительным, т.к. он выделяет нужный спектральный диапазон для зондирования (просвечивания) кюветы с пробой, помещенной в кюветное отделение. При описании *флюориметрического* режима он будет называться монохроматором возбуждения, т.к. свет выделенного им спектрального диапазона возбуждает люминесценцию пробы в кювете.

1.1.4.3.2 Во *флюориметрическом* режиме работы анализатора после монохроматора возбуждения (поз. 3) свет выделенного спектрального диапазона проходит через светоделительную пластинку (поз. 5) и попадает в кюветное отделение, где располагается кварцевая кювета с пробой (поз. 6).

Излучение люминесцирующих компонентов пробы попадает во флюориметрический канал, где монохроматором регистрации (поз. 8) выделяется нужная спектральная область.

Максимумы полосы люминесценции большинства примесей имеют спектральный сдвиг относительно максимумов полос их возбуждения в сторону больших длин волн (стоксов сдвиг). Поэтому для регистрации сигналов люминесценции в оптимальных условиях настройка монохроматора флюориметрического канала должна быть смещена относительно настройки монохроматора возбуждения. Это тем более необходимо, так как во флюориметрический канал частично попадает рассеянное излучение с длиной волны возбуждения (т.н. блики импульсной лампы). Этот рассеянный фон мешает регистрации слабых сигналов люминесценции.

Отфильтрованный монохроматором регистрации световой поток регистрируется фотоприёмником (9) - фотоэлектронным умножителем (ФЭУ). С ФЭУ на вход электронного измерительного блока поступает электрический импульс, типичная временная диаграмма которого представлена на рис.1.3.

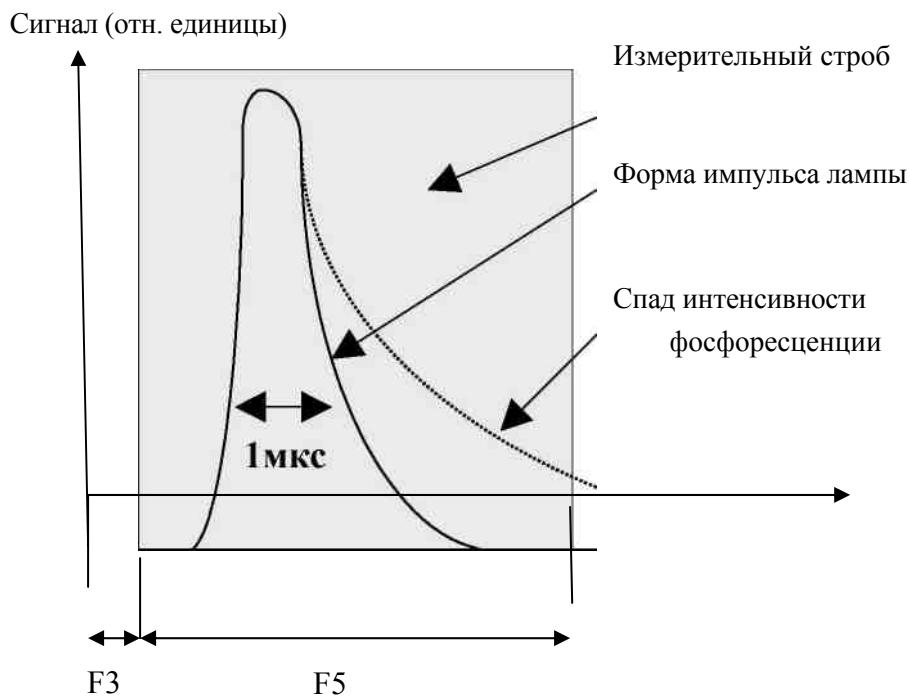


Рис. 1.3 Временная диаграмма измерений люминесценции

Форма этого импульса зависит от свойств люминесцирующих компонент и может либо повторять форму возбуждающего импульса (флюоресценция), либо спадать с некоторой задержкой (фосфоресценция). Для проведения измерений с максимальным отношением сигнал/шум подбирается временной интервал (измерительный строб), и только в течение него происходит накопление информации об интенсивности сигнала с ФЭУ.

Измерительный строб характеризуется временем задержки (параметр F3) относительно переднего фронта синхроимпульса, запускающего работу лампы, и длительностью (параметр F5).

Электрический сигнал, полученный с ФЭУ, зависит от:

1) состава и концентрации определяемых веществ в образце, интенсивности возбуждающего света.

Примечание. Дополнительные светофильтры (4 и 7), поставляемые по специальному заказу, устанавливаются в соответствии с методикой выполнения анализа и при необходимости более жесткого подавления бликов лампы, чем это обеспечивается соответствующими монохроматорами (см. п. 1.2.3.3.7) или при необходимости ослабить световой поток в направлении регистрации люминесценции.

1.1.4.3.3 В фотометрическом режиме работы анализатора излучение, вышедшее из осветительного монохроматора (3), проходит через светоделительную пластину (5), кварцевую кювету с пробой (6) и, отражаясь от светоделительной пластины (10), попадает на приёмник излучения (11) фотометрического канала.

Электрический сигнал этого приёмника зависит от:

- 1) оптической плотности пробы, находящейся в кювете,
- 2) интенсивности зондирующего света.

1.1.4.3.4 В обоих режимах после осветительного монохроматора (3) часть света отражается от светоделительной пластины (5) и попадает на приёмник излучения (12) опорного канала.

Электрический сигнал этого приёмника зависит только от интенсивности падающего света и поэтому может служить для коррекции нестабильности сигналов флюориметрического и фотометрического приёмников, которая обусловлена энергетической нестабильностью работы лампы от импульса к импульсу (см. ниже параметр «F4»).

Примечание. Измерения интенсивности светового потока в опорном канале и канале пропускания происходят всегда в пределах времени работы импульсной лампы - около 3 мкс.

1.1.4.3.5 Для повышения достоверности результатов в анализаторе наряду с коррекцией сигналов по флюориметрическому и фотометрическому каналам на сигнал опорного канала, применяется метод усреднения информации по заданному числу вспышек импульсной лампы (см. параметр «N»).

1.1.5 МАРКИРОВКА И ПЛОМБИРОВАНИЕ

1.1.5.1 На корпусе прибора помещена фирменная табличка с названием, порядковым номером прибора, характеристиками его электропитания и годом выпуска.

1.1.5.2 Сам прибор и его внутренние электронные и оптические блоки не опломбированы.

1.1.6 УПАКОВКА

1.1.6.1 Упаковка анализатора и технической документации, предварительно помещённых в полиэтиленовый пакет, производится в упаковочную коробку из гофрированного картона.

1.1.6.2 Демпфирующим материалом служит поролон.

1.2 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АНАЛИЗАТОРА

1.2.1 ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ОГРАНИЧЕНИЯ

Анализатор должен работать при следующих условиях эксплуатации:

- температура окружающей среды, °C	10 - 35
- относительная влажность воздуха при 25°C (и при более низких температурах без конденсации влаги), %	30 - 80
Параметры сетевого электропитания:	
- напряжение, В	187-242
- частота сетевого напряжения, Гц	49 - 51
- амплитуда внешних вибраций частотой 25 Гц, мм, не более	0.1

1.2.2 ПОДГОТОВКА АНАЛИЗАТОРА К ИСПОЛЬЗОВАНИЮ

1.2.2.1 Указания мер безопасности

1.2.2.1.1 Эксплуатация прибора должна производиться при закрытом кожухе.

1.2.2.1.2 Запрещается устанавливать предохранители, номиналы которых не соответствуют документации. Все виды ремонтных работ производить при отключенном от сети приборе.

1.2.2.1.4 Ремонт прибора осуществляется персоналом, допущенным к работам с электроустановками.

1.2.2.1.5 Безопасность труда при эксплуатации прибора регламентируется:

- а) Правилами техники безопасности при работе с электроустановками.
- б) Руководством по эксплуатации прибора.

1.2.2.2 Подготовительные операции

1.2.2.2.1 Вскройте упаковочный ящик, достаньте прибор и освободите его от упаковочного материала.

1.2.2.2.2 Произведите внешний осмотр прибора и убедитесь в отсутствии внешних повреждений.

1.2.2.2.3 Проверьте комплектность прибора по Паспорту.

1.2.2.3 Порядок установки прибора

1.2.2.3.1 В помещении, где устанавливается прибор, не должно быть механических вибраций, сильных электрических и магнитных полей, пыли, паров кислот и щелочей. Условия эксплуатации должны соответствовать требованиям п. 1.2.2.15 настоящего РЭ.

1.2.2.3.2 Установите прибор на рабочий стол и закройте крышку кюветного отделения.

1.2.2.4 Органы управления анализатором

1.2.2.4.1 Ручное управление прибором осуществляется с лицевой панели, изображенной на рис.1.4.

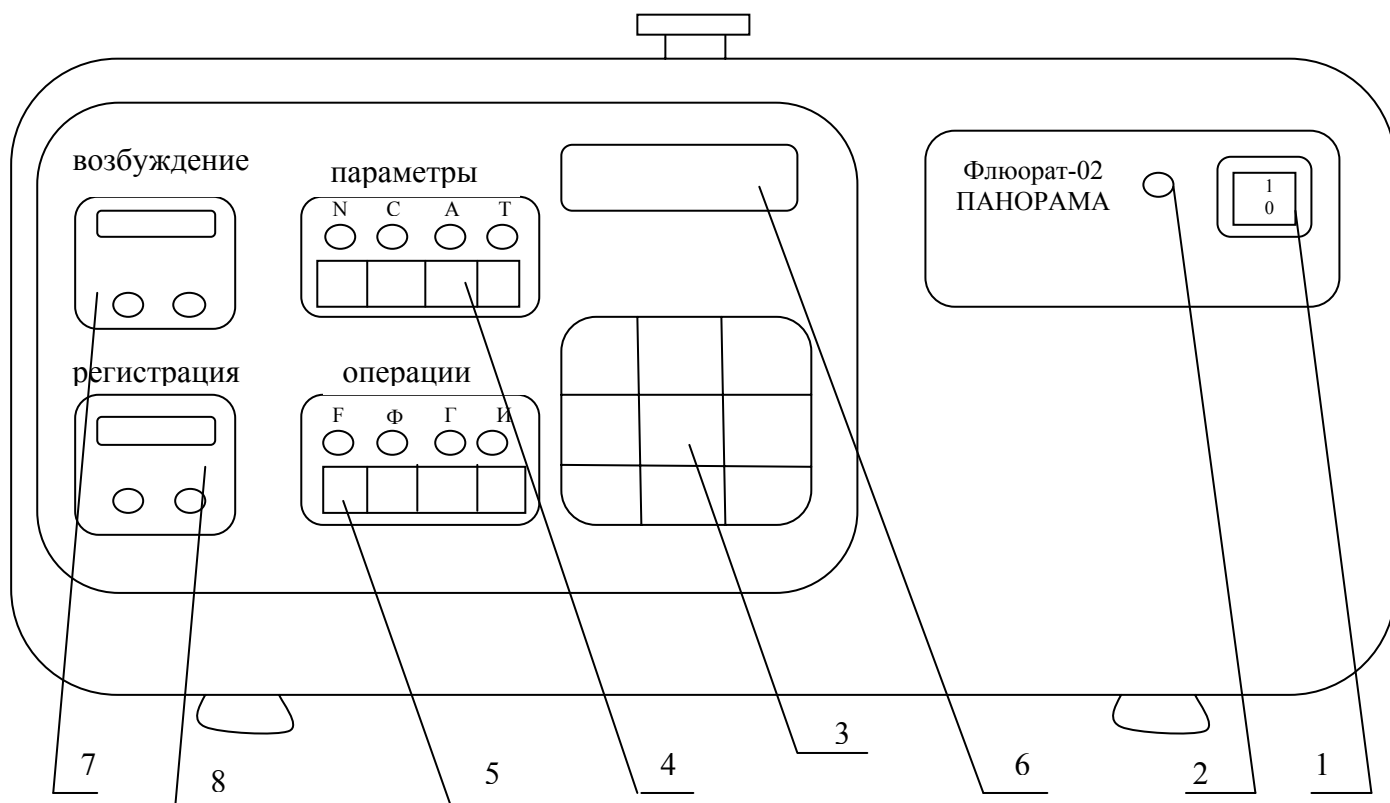


Рис.1.4. Лицевая панель анализатора «Флюорат-02-Панорама»

Включение анализатора осуществляется сетевым выключателем (1), рядом с которым расположен светодиодный индикатор включения (2). На лицевой панели размещены цифровая клавиатура (3), клавиши установки параметров и выполнения операций (4, 5). Над цифровой клавиатурой расположено табло индикации результатов (6). Еще две функциональные зоны относятся к пошаговому управлению и отображению текущих настроек монохроматоров возбуждения (7) и регистрации (8).

1.2.2.4.2 Схема расположения разъемов задней панели, через которые осуществляется связь анализатора с другими устройствами, приведена на рис.1.5.

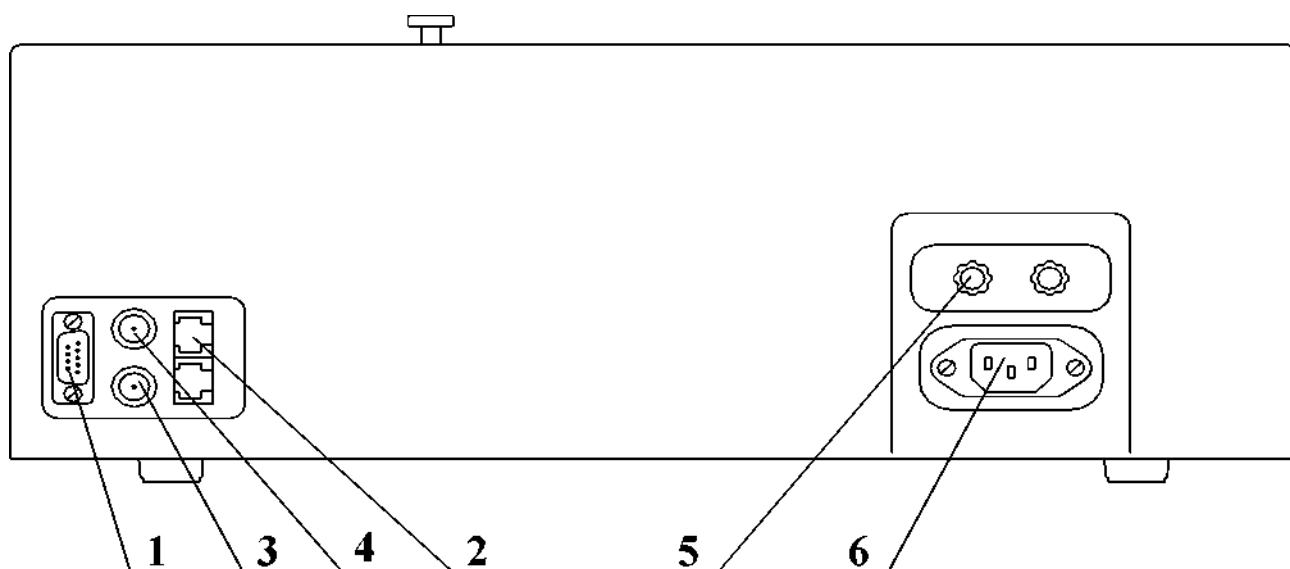


Рис.1.5 Задняя панель анализатора (в максимальной комплектации).

Все анализаторы комплектуются разъёмом связи с персональным компьютером по стандарту RS-232 (1).

При оформлении специального заказа на комплексную поставку анализатора «Панорама» с другим оборудованием НПФ АП "Люмэкс" (автоматическая приставка для выполнения измерений в биомедицинских микропланшетах «Микроскан», монохроматоры ЛМ-3 или МХД-2 и т.п.), сопрягаемым по линии связи Network, на задней панели устанавливаются соответствующие разъёмы (2). Также по специальному заказу анализатор снабжается разъёмами (3) и (4) типа СР-50 для подачи на внешнюю аппаратуру импульса, синхронизированного с процессом запуска измерений и для передачи аналогового сигнала на внешние станции обработки сигналов.

На рис. 1.5 указаны также места расположения держателей сетевых предохранителей (5) и сетевого разъёма (6).

1.2.2.4.3 Кюветы с растворами, проточные хроматографические кюветы, оптические разъёмы и дополнительные светофильтры помещаются в кюветное отделение, изображенное на рис.1.6. Направление распространения света возбуждения и регистрации указано стрелками.

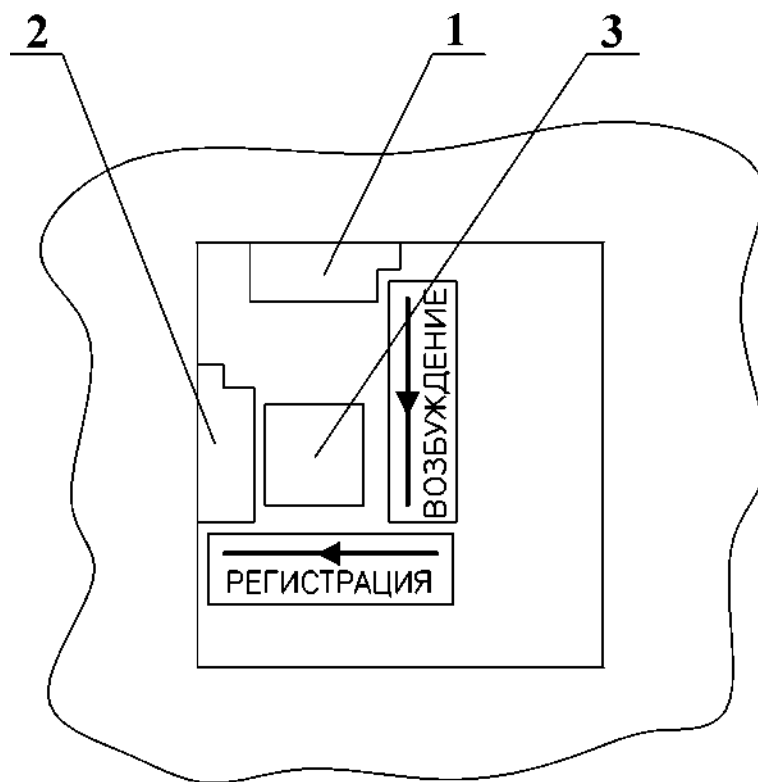


Рис.1.6. Схема кюветного отделения анализатора.

- 1 - гнездо светофильтра канала возбуждения люминесценции;
- 2 - гнездо светофильтра канала регистрации люминесценции;
- 3 - кюветный отсек.

1.2.2.5 Соединение с другими изделиями

1.2.2.5.1 При использовании анализатора с другими изделиями (приставками), поддерживающими обмен по линии NETWORK, соедините их с помощью кабеля, входящего в комплект этих изделий. Разъёмы находятся на задней панели анализатора. При этом следует соблюдать следующий порядок включения приборов: сначала включить сетевое питание приставки, а только затем сетевое питание анализатора.

1.2.2.5.2 При использовании анализатора с внешним аналогово-цифровым преобразователем или самописцем подсоедините эти устройства с помощью радиочастотного кабеля к разъёму CP-50 на задней панели анализатора.

1.2.2.5.3 Оптическое сопряжение анализатора с образцами, расположенными вне кюветного отделения, осуществляется с помощью оптической волоконной системы связи, которая поставляется по отдельной заявке пользователя (крио-спектральный анализ, измерения характеристик поверхностного рассеяния и люминесценции, флюоресцентное детектирование при хроматографическом разделении и капиллярном электрофорезе и т.п.).

1.2.2.6 Включение анализатора

1.2.2.6.1 Соедините анализатор с компьютером с помощью кабеля, входящего в комплект поставки. Для этого вставьте кабельный разъём в соответствующее гнездо (RS-232) на задней панели анализатора, а второй его разъём в гнездо свободного коммуникационного (COM-) порта компьютера.

1.2.2.6.2 Соедините шнур сетевого питания анализатора с сетевой розеткой 220В, 50Гц. При работе анализатора совместно с компьютером следует подключать анализатор и компьютер в один сетевой фильтр.

Внимание! Сетевая розетка должна иметь действующий заземляющий контакт. Несоблюдение этого требования может привести к поражению персонала электрическим током и к выходу из строя входных цепей коммуникационного (COM-) порта компьютера, аналогово-цифрового преобразователя или самописца.

1.2.2.6.3 Включите анализатор тумблером «Сеть» (поз.1 на рис.1.4) на передней панели прибора. При этом должен загореться светодиодный индикатор (2). Контроллер анализатора начнет инициализацию - проверку связи между всеми электронными устройствами прибора и установку исходных режимов и параметров работы. Во время инициализации по индикаторам клавиатуры пробегает «световая дорожка» и прослушивается характерный шум от работы шаговых двигателей монохроматоров. По окончании инициализации (около 10 сек) на табло монохроматоров (7 и 8) установятся значения их стартовых настроек, а на табло результатов (6) - номер алгоритмической версии программы управления прибором и номер конфигурации электронных узлов по классификации предприятия-изготовителя - буква «Н.» и три цифры, например «Н.42.9». После этого прибор готов к использованию.

Примечание. Если после инициализации вместо номера версии программы на табло результатов появится сообщение об ошибке в виде буквы «Е» и двузначного числа, то следует выключить и после 3-х-секундной паузы повторно включить прибор сетевым выключателем. Полный список ошибок приведён в п. 1.3.1.

При работе анализатора совместно с другими изделиями (приставками) следует соблюдать следующий порядок включения приборов: сначала включить сетевое питание приставки, а только затем - сетевое питание анализатора.

1.2.2.7 Назначение кнопок выполнения операций и описание параметров и режимов работы прибора

1.2.2.7.1 Кнопки выполнения операций.

Ф	Режим измерения фоновых сигналов
Г	Режим градуировки
Т	Режим измерения коэффициента пропускания
И	Режим измерения сигналов

1.2.2.7.2 Параметры, определяющие работу прибора.

Все измерения и индикацию результатов анализатор проводит в соответствии с текущими значениями параметров, заданных перед проведением измерений. Список параметров, определяющих работу анализатора «Флюорат-02-Панорама», приведён ниже:

N	Число усредняемых измерений. Пределы от 1 до 250. Анализатор проводит серию из N измерений с частотой 25 Гц и вычисляет среднее значение измеряемой величины
C	Концентрация градуировочного раствора. (см. ниже описание режима «Градуировка анализатора»)
A	Градуировочный коэффициент (см. ниже описание режима «Градуировка анализатора»)
F1	Чувствительность ФЭУ.* ¹⁾ Возможные значения параметра F1, задаваемые с клавиатуры прибора: F1=0 - минимальная чувствительность F1=1 - средняя чувствительность F1=2 - максимальная чувствительность. При увеличении параметра F1 на одну ступень чувствительность возрастает примерно в 10 раз
F2	Выбор режима измерительного тракта (см. ниже п.3.2.7.8). Возможные значения параметра F1: F2=0 - Флюориметрический режим F2=4 - Фотометрический режим F2=5 - Дополнительный фотометрический режим

F3	Время задержки включения измерительного строба.* ²⁾) Пределы изменения параметра F3 от 0.05 мкс до 7000 мкс.
F4	Способ математической обработки результата (см.п.3.2.7.9). Возможные значения параметра F4: F4=0 - Полная коррекция F4=1 - На опорный канал F4=2 - На канал пропускания F4=3 - Коррекция отключена
F5	Длительность измерительного строба.* ²⁾) Пределы изменения параметра F5 от 0.05 мкс до 1000 мкс.
F6	Установка длины волны монохроматора возбуждения.
F7	Установка длины волны монохроматора регистрации.* ³⁾)
F9	Установка длительности паузы между сериями по N усредняемых измерений (Режим циклических измерений). Пределы установки длительности паузы от 1 сек до 100 сек. При вводе длительности паузы более 100 сек анализатор переходит в режим однократных измерений (пауза = ∞)

Примечания.

*¹⁾ При проведении измерений в фотометрическом режиме, во избежание выхода из строя ФЭУ случайными засветками, напряжение с ФЭУ автоматически снимается (выключается). При просмотре параметра F1 на табло индикации результатов появляется значение «F1=...». При управлении анализатором из компьютера можно установить чувствительность ФЭУ еще в 10 раз ниже минимальной («сверхнизкая»). При этом на табло появляется значение «F1=L»

*²⁾ Сумма численных значений параметров измерительного строба F3 + F5 не должна превышать 8 мсек. В фотометрических режимах значения параметров F3/F5 не оказывают на результат измерений никакого влияния.

*³⁾ Настройка монохроматора регистрации (параметр F7) в фотометрических режимах не оказывает на результат измерений никакого влияния.

1.2.2.7.3 При включении прибора в сеть в его памяти автоматически устанавливаются следующие значения параметров:

N=25; C=0.0; A=0.0;

F1=0; F2=0; F4=0; F6=270; F7=300; F9=∞.

Параметры F3 и F5 оптимизируются на предприятии-изготовителе для каждого прибора в отдельности. Их величины около 1 и 4 мкс, соотв.

На индикаторе результатов измерений высвечивается номер версии программы контроллера прибора. На индикаторах монохроматоров возбуждения и регистрации высвечиваются значения текущих настроек их длин волн в нанометрах.

1.2.2.7.4 Чтобы изменить значение параметра/режима работы анализатора, наберите на цифровой клавиатуре требуемое значение задаваемого параметра/режима. Введите набранное значение в память прибора нажатием клавиши «#». В качестве десятичной точки используйте клавишу «*».

1.2.2.7.5 При попытке задать значения параметров, выходящие за пределы их допустимых значений, (F1>2, F3/F5<0,05; N>250 и т. п.) сохраняется ранее введенное значение, либо устанавливается одно из допустимых значений.

1.2.2.7.6 Если значение вводимого параметра/режима работы набрано неверно, нажмите клавишу любого другого параметра, кроме выбранного, и повторите п. 3.2.7.4. Можно также сдвинуть с индикатора введенное значение, набрав нули, и продолжить ввод.

1.2.2.7.7 Для просмотра значения какого-либо параметра/режима работы анализатора нажмите соответствующую клавишу или их комбинацию (список параметров см. ниже).

Номер версии программы прибора можно просмотреть при нажатии клавиш «F» и «O». Номер версии не является параметром прибора и редактированию не подлежит.

1.2.2.7.8 Выбор режимов работы.

Для определения массовой концентрации примесей в пробах анализатор имеет два основных режима измерений: *флюориметрический*, при этом задействованы каналы I, II, III и IV (рис.2); и *фотометрический* - каналы I, II и IV (там же). Выбор режима измерений осуществляется посредством параметра F2:

F2	Выбор режима измерительного тракта
----	------------------------------------

Параметр F2 может принимать следующие значения:

F2=0	<p>Флюориметрический режим</p> <p>Для определения массовой концентрации веществ используется зависимость между интенсивностью люминесценции образца под воздействием возбуждающего излучения и концентрацией люминесцирующей примеси</p> <p><i>Рассчитываемая концентрация пропорциональна измеренной интенсивности люминесценции</i></p>
F2=4	<p>Фотометрический режим</p> <p>Используется зависимость между оптической плотностью образца при зондировании его излучением от встроенного источника света и концентрацией поглощающей примеси</p> <p><i>Рассчитываемая концентрация пропорциональна оптической плотности образца</i></p>

Для удобства пользователей в отдельный режим (F2=5) выделена возможность фотометрических измерений, при которых по ослаблению сигнала, зарегистрированного фотометрическим каналом, вычисляется коэффициент пропускания исследуемой пробы. Использование этого режима также бывает удобно и в некоторых других случаях, например, при юстировке проточной хроматографической кюветы и т.п.:

F2=5	<p>Дополнительный фотометрический режим</p> <p>Измеряется коэффициент пропускания образца (в процентах) относительно пропускания эталонного образца</p>
------	---

1.2.2.7.9 Зарегистрированные сигналы по всем оптическим каналам могут быть представлены в соответствии с правилами математической коррекции. Выбор одного из них осуществляется с помощью параметра F4:

F4	Способ математической обработки результата.
----	---

Возможные значения параметра F4:

F4=0	Сигнал с флюориметрического канала корректируется (делится) корень на квадратный из произведения сигналов по опорному каналу и каналу пропускания = Полная коррекция
F4=1	Измеряемый сигнал корректируется только на сигнал опорного канала
F4=2	Измеряемый сигнал корректируется только на сигнал канала пропускания
F4=3	Коррекция не проводится

При F4=3 величина сигнала в приборных единицах может принимать значения от 0 до 100 (сигнал, превышающий значение 100, приводит к ошибке переполнения E04 – E06). При F4=0; 1; 2 величина сигнала может стать на порядок меньше.

Примечание. При проведении измерений в *фотометрических* режимах (F2=4, F2=5) для повышения точности результаты всегда корректируются на сигналы опорного канала и, таким образом, значение параметра F4 всегда установлено: F4=1.

1.2.2.7.10 Пошаговая перестройка обоих монохроматоров осуществляется однократным нажатием на клавиши « >> » и « << ». Удерживание этих клавиш в нажатом состоянии приводит (после секундной паузы) к непрерывной перестройке монохроматоров до момента отпускания нажатой клавиши.

Перестройка на заранее выбранную длину волны осуществляется в режимах F6/F7. При входе, например, в режим F6 на табло результатов индицируется текущая настройка монохроматора возбуждения, а на его табло (см. рис.1.4, поз.7) между цифрами появляются точки, сигнализируя о том, что просматривается значение настройки монохроматора возбуждения. При редактировании этого значения точки начинают мигать, а при нажатии на клавишу «#» точки пропадают и прибор перестраивается на заданную длину волны. Аналогично, для перестройки длины волны монохроматора регистрации используется режим F7.

1.2.3 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИЗДЕЛИЯ

1.2.3.1 Общие указания

1.2.3.1.1 При работе с кюветами необходимо соблюдать чистоту. Запрещается касаться пальцами граней кювет ниже уровня 2/3 высоты. Наличие загрязнения или капель раствора на внешней поверхности кювет ведет к получению недостоверных значений. При случайном попадании растворов внутрь кюветного отделения необходимо немедленно удалить жидкость и затем насухо протереть залитые места.

1.2.3.1.2 При любых измерениях индикатор над клавишей «И» мигает, и прибор при этом не реагирует на нажатия клавиш, кроме клавиши «0», которая прерывает измерения.

1.2.3.1.3 Результат любого последнего измерения всегда можно просмотреть, нажав комбинацию клавиш «F» + «И».

1.2.3.2 Прогрев прибора

1.2.3.2.1 Включите анализатор сетевым выключателем.

1.2.3.2.2 После инициализации прибора введите в память анализатора ненулевые значения параметров «С» и «А» (например, «С»=100 и «А»=1). Занесение в память значений любых параметров осуществляется нажатием на клавишу «#».

1.2.3.2.3 Проследите за тем, чтобы в кюветном отделении не было кюветы, а монохроматоры были настроены на разные длины волн (желательно отстроить монохроматор регистрации от монохроматора возбуждения не менее, чем на 10 нм).

1.2.3.2.4 Переведите анализатор в режим циклических измерений с паузой 1 сек ($F9=1$), нажимая последовательно клавиши «F», «9», «1», «#», «И».

1.2.3.2.5 Через 10 мин. выключите режим прогрева, нажав на клавишу «0».

1.2.3.3 Измерение величины сигнала фонового раствора

1.2.3.3.1 Заполните чистую кювету до $2/3$ её высоты фоновым раствором или холостой пробой, проведенной через все стадии пробоподготовки и не содержащей определяемого компонента.

1.2.3.3.2 Аккуратно, не допуская разбрызгивания жидкости, установите заполненную кювету в кюветное отделение. Закройте крышку кюветного отделения.

1.2.3.3.3 Выберите режим работы измерительного тракта (значение параметра $F2$).

1.2.3.3.4 При работе во флюориметрическом режиме ($F2=0$) задайте требуемое напряжение на ФЭУ (параметр $F1$), имея в виду, что увеличение чувствительности ФЭУ повышает точность измерения слабых сигналов, но ограничивает верхний предел измерения больших сигналов (при больших концентрациях).

1.2.3.3.5 Некоторые флюориметрические (фосфоресцентные) методики требуют изменения параметров измерительного строга (см. рис.1.3). Осуществите редактирование этих параметров с помощью режимов $F3$ и $F5$.

1.2.3.3.6 Выберите способ математической коррекции сигналов с ФЭУ, установив значение параметра $F4$.

1.2.3.3.7 Установите монохроматоры каналов возбуждения и регистрации на требуемые длины волн. Вставьте дополнительные светофильтры, если в методике выполнения анализа указывается на необходимость их установки.

1.2.3.3.8 Произведите измерение величины фона последовательным нажатием клавиш «Ф» и «И». Свечение индикатора над клавишей «Ф» и мигание индикатора над клавишей «И» свидетельствует о работе прибора в режиме «Измерения фона». Число усредняемых измерений при проведении операций «Измерение фона» и «Градуировка» автоматически задаётся равным $N=250$, поэтому длительность измерения составляет 10 с. По окончании измерения значение фона (в условных приборных единицах) высветится на цифровом индикаторе.

1.2.3.3.9 Для просмотра ранее измеренного значения фона необходимо нажать клавиши «Г» и «Ф».

1.2.3.4 Градуировка прибора

1.2.3.4.1 Градуировка прибора выполняется после измерения величины фона в соответствии с п. 1.3.3.3. Если измерения фона после включения прибора не были проведены, то величина сигнала от фоновой раствора будет принята равной нулю и градуировка будет выполнена неверно.

1.2.3.4.2 Установите кювету, заполненную раствором с известной концентрацией, в кюветное отделение и закройте его крышкой.

1.2.3.4.3 Вход в режим градуировки осуществляется нажатием клавиши «Г». При этом загорается индикатор над «Г» и на табло появляется номер текущей градуировочной точки. (Пример: $N=01$).

Свечение индикатора над клавишей «Г» означает, что прибор находится в режиме градуировки. Мигание индикатора над клавишей «С» означает, что для текущей градуировочной точки не введено значение концентрации соответствующего раствора.

1.2.3.4.4 Нажмите на клавишу «С» и введите с клавиатуры численное значение концентрации данного градуировочного раствора (наберите число и нажмите на «#»).

1.2.3.4.5 Затем снова нажмите на клавишу «Г» и после этого - на клавишу «И». Анализатор начнёт измерение сигналов от градуировочного раствора. Мигание индикатора над клавишей «И» свидетельствует о проведении измерений. По окончании измерения (через 10 сек) на индикаторе появится результат, численно равный котангенсу угла наклона градуировочного графика (зависимости интенсивности сигнала от концентрации раствора). Этот результат автоматически заносится в память анализатора в качестве параметра «А» и в дальнейшем используется для вычисления концентраций анализируемых проб. Для просмотра величины параметра «А» надо нажать на клавишу «А» и прочитать её значение на индикаторном табло.

Примечание. Сигналы от градуировочных растворов должны не менее чем вдвое отличаться от сигнала фоновой раствора. При невыполнении этого правила анализатор выдаёт сообщение об ошибке (см. ниже).

1.2.3.4.6 При включении прибора число градуировочных точек равно (по умолчанию) единице. Для того, чтобы перейти в режим градуировки по нескольким точкам, следует после нажатия «Г» на цифровой клавиатуре ввести желаемое число точек и нажать «#». Таким образом можно увеличивать число градуировочных точек, при этом уже введенные величины «С» и «А» сохраняются под своими прежними номерами.

Примечание. Максимальное число градуировочных точек =10.

1.2.3.4.7 Все вводимые градуировочные точки следует последовательно сделать текущими. Для этого необходимо нажимать на клавишу «Г» до появления на индикаторном табло номера первой добавленной точки (например «Н=02», если ранее проведена градуировка по одной точке), и провести все те же операции, которые описаны выше:

- установить в кюветное отделение кювету с новым градуировочным раствором,
- нажать клавишу «С» и ввести концентрацию этого раствора (все значения С вводятся в одинаковых единицах),
- провести измерение (нажать «И»),
- перейти к следующей градуировочной точке (нажать «Г», «Г»).

Сигналом об исчерпании заявленного Вами списка градуировочных точек служит появление на табло сообщения «Н=01».

Примечание. В этом случае появление «Н=01» означает завершение цикла ввода градуировочных точек. Следует отличать от сообщения о градуировке по одной точке.

1.2.3.4.8 После измерения сигналов от всех заявленных градуировочных растворов следует провести операцию упорядочивания данных. Для этого нажмите клавиши «F» и «Г». Контроллер рассчитает параметры градуировочного графика и выведет на индикаторное табло сообщение типа «ступеньки», характеризующее зависимость сигнала от концентрации анализируемого вещества. Для выхода из режима градуировки нажмите на клавишу «#».

Параметры «А» для соответствующих концентраций «С» численно равны котангенсам углов наклона градуировочного графика на участках между двумя ближайшими точками (см.рис.1.7).

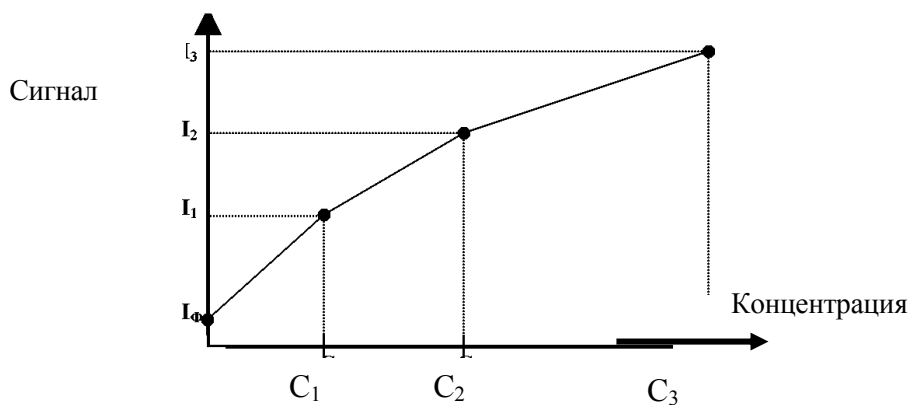


Рис.1.7 Пример градуировочного графика и пояснения к обоснованию численного значения параметров «А».

$$\text{Параметр «А}_1\text{»} = \frac{(\text{«С}_1\text{»} - \text{«Фон»})}{(I_1 - I_{\text{ф}})}, \quad \text{«А}_2\text{»} = \frac{(\text{«С}_2\text{»} - \text{«С}_1\text{»})}{(I_2 - I_1)}, \text{ и т.д.}$$

1.2.3.4.9 Если необходимо удалить какую-нибудь точку из уже сформированного набора градуировочных точек, необходимо сделать её текущей (последовательное нажатие клавиш «Г» + «Г» +...), а затем ввести код «00» на цифровой клавиатуре и нажать «#».

1.2.3.4.10 Для того чтобы вернуться к градуировке по одной точке, причем эта точка есть уже в памяти прибора, необходимо сделать её текущей (последовательное нажатие клавиш «Г»...), а затем ввести код «01» и нажать «#».

1.2.3.4.11 Если возникла необходимость повторно измерить какую-нибудь градуировочную точку, необходимо сделать её текущей (последовательное нажатие клавиш «Г»...). Затем нужно поместить в кюветное отделение кювету с соответствующим раствором и нажать клавишу «И». После измерения обязательно произвести упорядочивание набора градуировочных данных (последовательное нажатие клавиш «F» и «Г»).

1.2.3.4.12 При упорядочивании набора градуировочных данных контроллер прибора анализирует его на монотонность увеличения (или уменьшения) сигнала с ростом введённой концентрации «С». При обнаружении отступлений от этого правила анализатор индицирует ошибки. Полный список ошибок и рекомендации по их устранению приведены в конце настоящего РЭ.

Примечание. Чтобы проконтролировать правильность проведения операции градуировки сразу после ее завершения, не вынимая из кюветного отделения кювету с градуировочным раствором, нажмите клавишу «И». Анализатор измерит концентрацию этого раствора. Результат выведенный на цифровой индикатор не должен отличаться от введённой концентрации («С») на величину, большую погрешности анализатора (см. п. 1.1.2.14).

1.2.3.4.13 Заранее известное значение коэффициента «А» для концентрации раствора «С» (при часто выполняемых измерениях в одинаковых режимах работы прибора) можно задать с клавиатуры анализатора перед началом измерений. В этом случае рекомендуется периодически, не реже 1 раза в неделю, проверять постоянство параметра «А», производя повторную градуировку по используемым растворам.

Внимание! Измерение фона, градуировка и аналитические измерения должны производиться при одном и том же напряжении на ФЭУ (F1), настройках монохроматоров (F6/F7), одних и тех же значениях параметров измерительного строга (F3/F5) и способе математической коррекции (F4). Если при градуировке или в процессе измерений возникает необходимость их изменения, необходимо заново измерить фоновый сигнал и затем произвести градуировку или ввести новое значение градуировочного коэффициента (параметр «А»).

1.2.3.5 Измерения массовой концентрации

1.2.3.5.1 К измерениям массовой концентрации вещества можно приступать только после прогрева анализатора (п.1.2.3.2), измерения фона (п.1.2.3.3) и проведения градуировки анализатора (п.1.2.3.4).

1.2.3.5.2 Поместите в кюветное отделение анализатора кювету с раствором пробы, закройте кюветное отделение крышкой.

1.2.3.5.3 Произведите измерение концентрации определяемого вещества в растворе нажатием клавиши «И». Мигание индикатора над клавишей «И» свидетельствует о работе анализатора в режиме измерения. По окончании измерения на индикаторе появится величина измеренной концентрации. Она выражается в тех же единицах, в которых были заданы концентрации градуировочных растворов.

Примечание. Если регистрируемый сигнал от анализируемого раствора велик, возможна индикация ошибок на индикаторном табло. В этом случае следует сбросить состояние ошибки нажатием на клавишу «0», разбавить пробу в соответствии с указаниями в методике выполнения измерений и провести повторное измерение концентрации.

1.2.3.5.4 Если при работе во флуориметрическом режиме ($F2=0$) необходимо получить информацию о коэффициенте пропускания пробы, то после измерения массовой концентрации следует нажать клавишу «Т». На цифровом индикаторе высветится значение коэффициента пропускания в процентах относительно пропускания фоновго раствора.

1.2.3.6 Определение оптической плотности образцов

При фотометрических измерениях ($F2=4$) имеется возможность провести измерение оптической плотности пробы. Для этого после измерения фоновго сигнала необходимо ввести параметр «А», равный «А»=1 (для стандартной 10-мм кварцевой кюветы) и провести измерения, нажимая на клавишу «И». По окончании измерения на индикаторе появится значение оптической плотности исследуемой пробы.

1.2.3.7 Измерение коэффициента пропускания в %

Для того, чтобы измерить коэффициент пропускания исследуемой пробы (режим $F2=5$), необходимо сначала поместить в кюветное отделение кювету с фоновым раствором, установить осветительный монохроматор на требуемую длину волны и выполнить измерения, нажав клавиши «Ф» и «И».

Градуировку в этом режиме проводить не требуется, а численные значения параметров «С» и «А» не оказывают влияния на результат измерений.

После завершения измерения фоновго сигнала поместите в кюветное отделение кювету с исследуемой пробой и нажмите клавишу «И». По окончании измерения на индикаторе появится значение коэффициента пропускания пробы в процентах к пропусканию фоновго раствора.

1.2.3.8 Режим циклических измерений

1.2.3.8.1 Для входа в режим циклических измерений необходимо нажать последовательно клавиши «F» и «9». Длительность паузы задается с цифровой клавиатуры и вводится в память нажатием на клавишу «#».

Для выполнения измерения нажмите на клавишу «И». Анализатор будет периодически производить измерения сигнала (концентрации) в режиме «Измерение». Число вспышек лампы в одном цикле измерения и, следовательно, его длительность определяется параметром «N».

1.2.3.8.2 Для выхода из режима циклических измерений нажмите клавишу «0» цифровой клавиатуры в любой момент измерений.

1.2.3.8.3 Чтобы перейти к режиму однократных измерений, следует задать длительность паузы больше 100 секунд и нажать «#». При этом на индикаторном табло появится сообщение «...с».

1.2.3.9 Использование аналогового выхода

(Анализаторы снабжаются аналоговыми выходами по предварительному заказу.)

В случае, когда возникает необходимость воспользоваться аналоговым выходом, следует (при выключенном сетевом питании) подсоединить кабель к разъему 4 на задней панели прибора (см. рис. 5). Установить требуемый режим измерения (параметр F2), чувствительность ФЭУ (параметр F1) и режим коррекции (параметр F4) в соответствии с описаниями в пп. 3.2.7.7 – 3.2.7.10. Задать время задержки и длительность строба (параметры F3 и F5). Установить длину волны монохроматора возбуждения и монохроматора регистрации. Задать требуемое число усреднений (параметр N).

Затем следует обязательно задать масштабный градуировочный коэффициент А и включить режим циклических измерений F9 с требуемой паузой (от 0 до 100 сек.).

Примечание. При однократных измерениях ($F9 > 100$ сек.) на аналоговый выход сигнал не подается.

Максимальный размах аналогового сигнала от 0 до 5 В разбит на 1024 промежутка и соответствует изменению показателя индикатора анализатора от 0 до 100. В случае, если значения сигналов, вычисленные с помощью масштабного градуировочного коэффициента «А», больше 100, уровень аналогового сигнала ограничивается 5В. В случае, если введенный коэффициент «А» мал (интересующие Вас измерения имеют значения близкие к 1), то не будет использоваться весь динамический диапазон цифро-аналогового преобразователя, и измерения теряют точность.

1.2.3.10 Перезагрузка прибора (RESET)

В некоторых случаях, (например, при переходе к анализу другого вещества или при смене режима измерения с фотометрического на флюориметрический) бывает полезно обновить всю введенную в прибор информацию.

Для того чтобы осуществить перезагрузку не выключая анализатор из сети, необходимо нажать клавишу «F» и, не отпуская ее, последовательно нажать «0» (при этом на индикаторе появятся мигающие символы «ESC_»), отпустить «0», нажать и отпустить «#» и только после этого отпустить клавишу «F». Пробегание «световой дорожки» по индикаторам над клавишами панели управления и появление сообщения на табло прибора из сочетания «Н» и трех цифр, означающих номер версии программы прибора, покажет Вам, что перезагрузка произошла.

Любое отличие от указанной последовательности нажатий и отпускания клавиш не приводит к случайному сбросу информации из оперативной памяти прибора.

Все параметры прибора при перезагрузке (RESET) установятся такими же, как при включении прибора сетевым выключателем.

1.2.3.11 Работа анализатора при управлении от внешнего компьютера

Для проведения автоматизированных спектрально-временных измерений прибор снабжен портом обмена с внешним компьютером по стандарту RS-232.

1.2.3.11.1 При отсоединенном от анализатора сетевом шнуре подсоедините кабель связи RS-232 к разъему на задней стенке прибора. Второй разъем кабеля подсоедините к свободному COM-порту на компьютере. Присоедините сетевой шнур к прибору и включите питание.

При работе анализатора совместно с другими изделиями (приставками) следует соблюдать следующий порядок включения приборов: сначала включить сетевое питание приставки, а только затем - сетевое питание анализатора.

1.2.3.11.2 Установите Программное обеспечение для управления анализатором на Ваш компьютер. Вставьте инсталляционные дискеты или компакт-диск и запустите файл *Setup.exe* на исполнение. Далее будет произведена стандартная для Windows процедура инсталляции, в которой нужно по шагам отвечать на задаваемые вопросы.

После копирования программы на Ваш компьютер в меню программ (*Start/Programs*) появится папка с ярлыком *SPF.exe*.

1.2.3.11.3 Проведите измерения на анализаторе в соответствии с прилагаемым описанием Программного обеспечения.

1.2.3.11.4 После завершения измерений выйдите из программы и выключите сетевое питание прибора.

1.2.3.12 Работа анализатора с объектами вне кюветного отделения

Для проведения спектрально-временных измерений оптических характеристик объектов, расположенных вне кюветного отделения, ООО «Люмэкс» выпускает ряд приставок, соединяемых с анализатором с помощью волоконно-оптических линий связи (ВОЛС) (поставляются по специальному заказу).

Волоконно-оптическая линия состоит из жгута оптических волокон, вклеенных с одного конца в объединительную втулку, а с другого – во втулки. В качестве адаптера между прибором и ВОЛС используется оптический разъем. ВОЛС служит как для передачи возбуждающего света на поверхность объекта, так и для передачи рассеянного света (или излучения люминесценции) от объекта в канал регистрации анализатора. Установка входного и выходного концов ВОЛС произведена однозначным образом. Втулка (1) развернута таким образом, чтобы вклеенное в нее волокно, образующее входную щель, располагалось вертикально, а втулка (2) развернута таким образом, чтобы выходная щель располагалась горизонтально. Оптический разъем (рис. 1.8) с подсоединенным через втулки (1) и (2) жгутом помещается в кюветное отделение прибора таким образом, чтобы зеркала 1в и 2в были ориентированы в направлении возбуждающего и регистрирующего каналов соответственно.

Примечание. В некоторых модификациях ВОЛС волокно на торцах втулок (1) и (2) образуют не щель, а некую другую фигуру. В этом случае не важно, как они развернуты относительно друг друга.

Каждая волоконно-оптическая линия связи отъюстирована для конкретного прибора на предприятии-изготовителе, поэтому не следует без крайней необходимости менять положение втулок в оптическом разъёме. Только случайное или вызванное неаккуратным обращением с ВОЛС выпадение втулок из оптического разъёма может вызвать необходимость их переустировки в оптическом разъёме.

При необходимости изменить положение втулок (1 или 2) отпустите стопорные винты 1б и/или 2б и установите втулки на такую глубину, при которой изображения торцов втулок 1 и 2 находятся примерно в центре зеркал 1в и 2в. После этого закрепите втулки стопорными винтами 1б и 2б.

В случае замены волоконно-оптической линии связи или при работе с данной ВОЛС на другом анализаторе может возникнуть необходимость юстировки оптического разъёма в кюветном отделении анализатора.

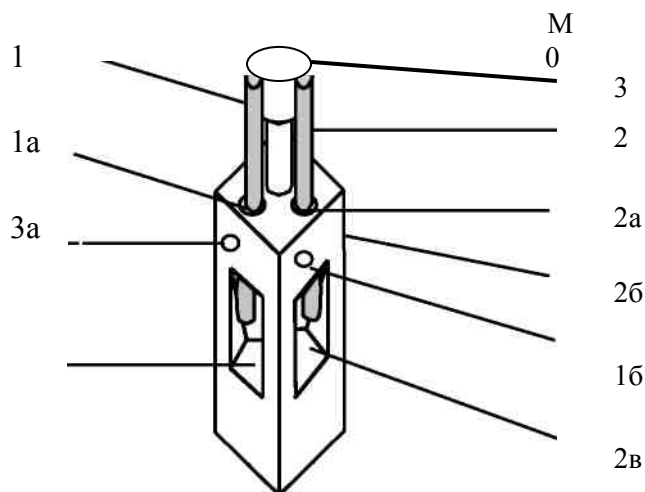


Рис. 1.8 Оптический разъём.

Для этого отпустите стопорный винт 3а, фиксирующий ручку, и вывинтите ручку 3 так, чтобы ее нижний конец находился внутри корпуса оптического разъёма. Установите разъём в кюветное отделение до упора вниз. Включите на анализаторе непрерывные измерения ($F9=0$, $F1=0$, $F4=1$, $N=15$, $A=1$, $F6=360$, $F7=430$, нажмите кнопку «И» на лицевой панели анализатора). Направьте объединительную втулку ВОЛС на люминесцирующий объект (например, люминесцирующая бумага для ксерокопий), оставив зазор между концом втулки и объектом около 2 мм. Не меняя зазора, медленно заворачивайте ручку 3 в корпус оптического разъёма и следите за изменением показаний на табло индикации результатов. Сигнал на табло будет расти. После прекращения роста сигнала зафиксируйте положение ручки 3 стопорным винтом 3а. Для остановки режима непрерывных измерений нажмите кнопку «О». На этом юстировка оптического разъёма оканчивается.

Примечание: Если в процессе юстировки прибор выдаст сообщение об ошибке (чаще всего слишком большого сигнала по каналу регистрации люминесценции), перестройте монохроматор возбуждения в сторону меньших длин волн (например, 330 нм).

1.2.4 ПРОВЕРКА РАБОТОСПОСОБНОСТИ ПРИБОРА

При покупке прибора (и при последующей его эксплуатации) Вы должны быть уверены, что основные технические параметры прибора находятся в допустимых пределах, определенных в Паспорте. Полная методика проверки анализатора дается в отдельном документе с одноименным названием, входящем в комплект поставки. Однако мы рекомендуем дополнительно проводить

простой тест на правильность спектральных настроек прибора и величину регистрируемых сигналов.

Спектральные настройки могут быть сбиты при неаккуратной перевозке прибора (при его падениях) или в результате износа трущихся частей механизма сканирования монохроматоров при длительной эксплуатации. Также с течением времени уменьшается светоотдача источника света - ксеноновой лампы, особенно в области жесткого ультрафиолетового излучения, что приводит к уменьшению регистрируемых сигналов. Долговременные изменения, как правило, могут быть выявлены на протяжении нескольких лет эксплуатации, а сбои из-за падений прибора - немедленно.

Поэтому мы рекомендуем при вводе прибора в эксплуатацию, а затем один раз в год проводить описанный ниже тест, представляющий собой запись аппаратной функции фотометрического и опорного каналов анализатора при сканировании монохроматора возбуждения.

Соедините прибор с компьютером и запустите программное обеспечение, как описано в п.1.2.3.11.

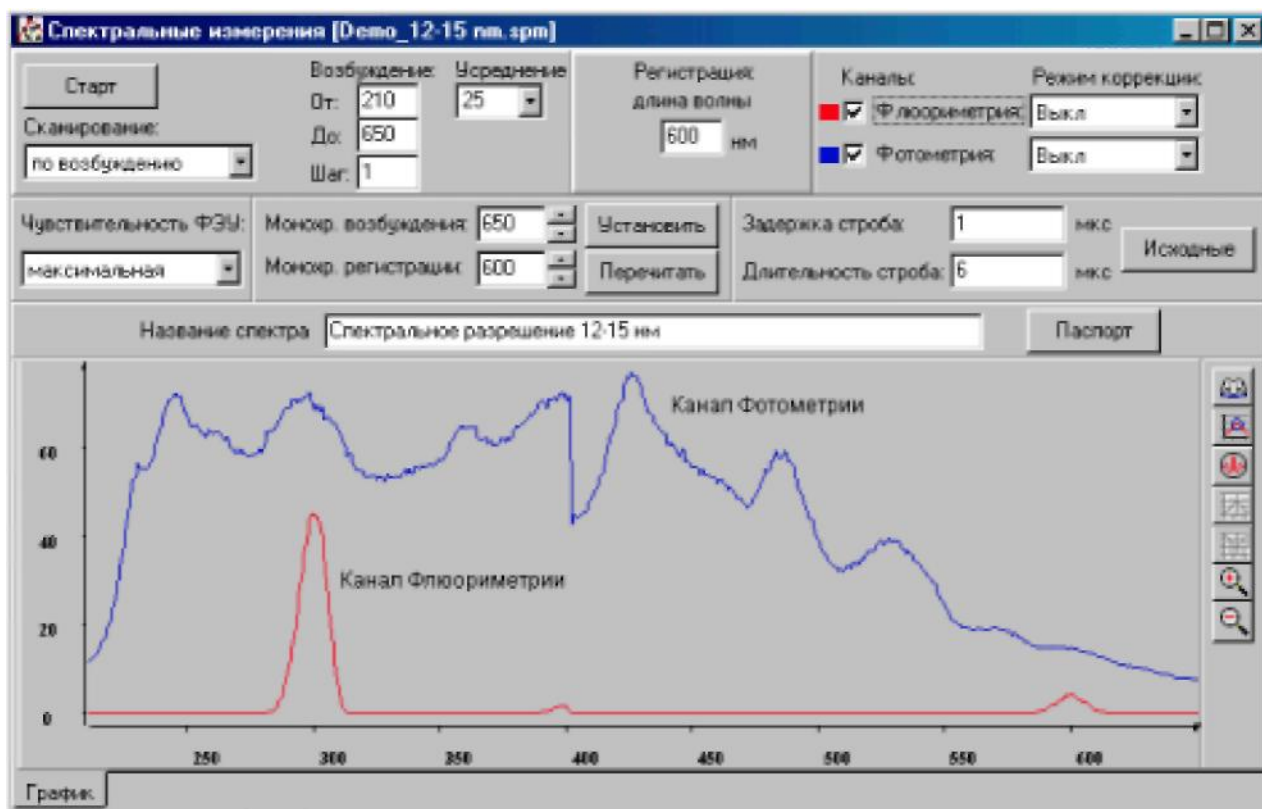
Кюветное отделение прибора должно быть пустым, а чувствительность ФЭУ максимальной. Выберите *Спектральные измерения*, установите тип сканирования *по возбуждению*. Задайте диапазон сканирования от 210 нм до 650 нм с шагом 1 нм. Настройка монохроматора регистрации должна быть на 600 нм. *Усреднение* поставьте по 25 вспышкам (1 точка на графике будет появляться раз в секунду). Параметры измерительного stroba - по умолчанию.

Проведите измерения. При отключенных коррекциях по фотометрическому и люминесцентному каналам картина должна быть примерно такая, как показано на следующей странице.

Для приборов со спектральным разрешением 6-8 нм:



Для приборов с разрешением 12-15 нм:



Примечание: На этих коллажах сигналы люминесценции увеличены в 10-15 раз. Фотометрические спектры – реальные.

На графиках фотометрических каналов на фоне непрерывного спектра видны более или менее ярко выраженные линии. Это атомарные линии ксенона, заполняющего лампу ДКсШ-150 под высоким давлением. По их положениям можно судить о точности настройки монохроматора возбуждения в разных участках спектрального диапазона. Из-за меньшего спектрального разрешения приборов, ориентированных на хроматографические исследования, в спектре аппаратной функции тракта возбуждения видно меньше линий ксенона, чем для спектроскопических приборов. Эти линии перечислены в таблице:

Линия ксенона, нм	Спектральное разрешение	
	6-8 нм	12-15 нм
231	√	нет
247	√	√
261.5	√	нет
362	√	√
425	√	√
485	√	√
529	√	√

На спектре флуориметрического канала видно 2 отчетливых пика: на 300 нм и на 600 нм, и один слабовыраженный пик в области 400 нм. Это результат регистрации флуориметрическим каналом рассеянного света от монохроматора возбуждения при совпадении настроек обоих монохроматоров.

Природа появления именно этих трех пиков дана ниже.

Т.к. в этой схеме измерений не предприняты дополнительные меры по устранению проникновения излучения высоких порядков, то при настройке монохроматора возбуждения на 300 нм рассеянный в кюветном отделении свет этой длины волны попадает в канал регистрации люминесценции и во 2-ом порядке дифракции монохроматора регистрации попадает на ФЭУ. При настройке монохроматора возбуждения на 400 нм свет от лампы с длиной волны 200 нм (во втором порядке дифракции) также попадает в кюветное отделение и, рассеянный на элементах кюветного отделения, попадает в канал регистрации, где уже в 3-ем порядке дифракции проникает на ФЭУ (поэтому этот пик самый слабый). При настройке монохроматора возбуждения на 600 нм рассеянное в кюветном отделении излучение попадает на ФЭУ уже в первом порядке дифракции монохроматора регистрации.

По рассеянному излучению в 1-ом, 2-ом и 3-ем порядках дифракции можно судить о правильности настройки монохроматора регистрации.

Максимальные величины сигналов по фотометрическому каналу без коррекции для вводимых в эксплуатацию приборов составляют типично от 60 до 80 единиц по оси Y без коррекции.

Рекомендуем Вам создать на рабочем компьютере каталог с файлами первоначального и периодических тестов по описанной выше тестовой программе. И время от времени следить за динамикой характеристик прибора.

1.3 ХАРАКТЕРНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Внешние проявления неисправности	Вероятная причина	Метод устранения
При нажатии кнопки «сеть» не загорается сигнальный светодиод	Неисправен предохранитель	Проверить и в случае неисправности заменить предохранитель
	Обрыв в сетевом проводе	Устранить неисправность сетевого провода

1.3.1 СООБЩЕНИЯ ОБ ОШИБКАХ

Прибор осуществляет самодиагностику и при возникновении ошибки выдает сообщения на табло индикации результатов в виде «E_NN» («E» - Error, NN - номер ошибки). При этом измерения и дальнейшее управление прибором блокируется.

Чтобы выйти из состояния «Ошибка» необходимо устранить причину её появления и нажать на клавишу «#».

Причины ошибок и способы их устранения приведены ниже (табл.1). Там же приведён список предупреждений в виде «A_NN» (от «A» - Attention, NN - номер предупреждения) о настройках монохроматоров на предельные длины волн. Сброс индикации предупреждения происходит при нажатии на любую клавишу прибора.

Таблица 1. Ошибки прибора

Номер	Причина ошибки	Действия оператора
Е_01	Перегрузка ФЭУ	Уменьшить чувствительность ФЭУ, либо разбавить раствор, либо установить ослабляющий светофильтр в канал регистрации
Е_02	Перегрузка ФЭУ	То же
Е_03	Перегрузка ФЭУ	То же
Е_04	Перегрузка интегратора люминесцентного канала	То же
Е_05	Перегрузка интегратора канала пропускания	Отстроить монохроматор возбуждения от нулевого порядка или установить ослабляющий светофильтр в канал возбуждения
Е_06	Перегрузка интегратора опорного канала	То же
Е_10	Величина фонового сигнала в канале люминесценции вышла за границы допустимого диапазона	Устранить причину засветки кюветного отделения
Е_11	Величина фонового сигнала в канале пропускания вышла за границы допустимого диапазона	То же
Е_12	Величина фонового сигнала в опорном канале вышла за границы допустимого диапазона	То же
Е_20	Попытка проведения градуировки без предварительного задания концентрации "С"	Ввести значение концентрации "С" градуировочного раствора
Е_21	Величина сигнала от фонового раствора находится между величинами сигналов от градуировочных растворов	Проверить фоновый и градуировочные растворы, и при необходимости заново провести градуировку
Е_22	Разность сигналов от градуировочного и фонового растворов меньше, чем в 30 раз превосходит величину шума сигнала от фонового раствора	Взять более концентрированный градуировочный раствор и провести градуировку заново

E_27	Нарушение монотонности возрастания концентраций при градуировке	Проверить фоновый и градуировочные растворы, и при необходимости заново провести градуировку
E_28	Нарушение монотонности убывания концентраций при градуировке	То же
E_30	Нет подтверждения о световом импульсе лампы	*)
E_31	Нет подтверждения о выводе светофильтра отсечки второго порядка дифракции при длине волны возбуждения менее 401 нм	*)
E_32	Нет подтверждения о вводе светофильтра отсечки второго порядка дифракции при длине волны возбуждения более 401 нм	*)
A_35	Предупреждение: Установлена минимально возможная длина волны монохроматора возбуждения	Перестроить монохроматор возбуждения на большую длину волны
A_36	Предупреждение: Установлена максимально возможная длина волны монохроматора возбуждения	Перестроить монохроматор возбуждения на меньшую длину волны
A_37	Предупреждение: Установлена минимально возможная длина волны монохроматора регистрации	Перестроить монохроматор регистрации на большую длину волны
A_38	Предупреждение: Установлена максимально возможная длина волны монохроматора регистрации	Перестроить монохроматор регистрации на меньшую длину волны
E_40, E_50	Нет подтверждения о начале выполнения инициализации монохроматора возбуждения	Выключить и включить прибор. При частом появлении ошибки сдать прибор в ремонт
E_41, E_51	Нет подтверждения о начале выполнения инициализации монохроматора регистрации	То же
E_42, E_43	Сбой установки длины волны монохроматора возбуждения	То же
E_44, E_45	Сбой установки длины волны монохроматора регистрации	То же
E_46, E_47	Фатальная ошибка работы монохроматора возбуждения	Сдать прибор в ремонт

E_48, E_49	Фатальная ошибка работы монохроматора регистрации	Сдать прибор в ремонт
E_52	Нет подтверждения о завершении инициализации монохроматора возбуждения	Выключить и включить прибор. При частом появлении ошибки сдать прибор в ремонт
E_53	Нет подтверждения о завершении инициализации монохроматора регистрации	То же
E_60 - E_69	Сбой внутреннего информационного обмена	*)
E_70, E_75	Сбой временной синхронизации	*)
E_80, E_81	Ошибка обращения к энергонезависимой памяти	*)
E_90, E_91	Сбой информационного обмена при обращении к энергонезависимой памяти	*)
E_92, E_93	Содержимое энергонезависимой памяти испорчено	Обратиться к специалистам фирмы-изготовителя

*) Возникновение этих ошибок связано либо со случайными сбоями в работе электронных компонентов прибора, либо с воздействием внешних помех. При частом возникновении таких ошибок Вам следует обратиться к специалистам предприятия-изготовителя.

Примечание. Сброс ошибок E_20 – E_28 не приводит к выходу из режима многоточечной градуировки. Для того чтобы выйти из этого режима, после сброса ошибки необходимо нажать последовательно клавиши «Ф» и «Г».

1.4 ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ АНАЛИЗАТОРА

1.4.1 Анализатор должен храниться в сухом, отапливаемом и вентилируемом помещении с температурой воздуха от 10 °С до 40°С и влажностью не более 80% при температуре 25°С и более низкой без конденсации влаги.

1.4.2 Анализатор консервации не подлежит

1.5 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

1.5.1 Перевозка прибора допускается в упаковочных ящиках всеми видами закрытого транспорта.

1.5.2 При погрузке и перевозке необходимо охранять ящики от ударов, не ставить ящики крышкой вверх, не бросать и не кантовать.

2 КРИОСПЕКТРАЛЬНАЯ СИСТЕМА-ПРИСТАВКА К АНАЛИЗАТОРУ ТИПА «ФЛЮОРАТ-02» Модификации «КРИО-1»

2.1 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ

Настоящее Руководство по эксплуатации предназначено для ознакомления с принципами действия, устройством и характеристиками криоспектральной системы - приставки для анализатора типа «Флюорат-02» (далее - КС-система).

2.1.1 НАЗНАЧЕНИЕ АППАРАТУРЫ

КС-система предназначена для совместного использования с анализаторами типа «Флюорат-02» (кроме модификации «Флюорат-02-3М») при измерениях содержания органических и неорганических веществ в растворах, замороженных до температуры жидкого азота - 77 К.

2.1.2 СОСТАВ КРИОСПЕКТРАЛЬНОЙ СИСТЕМЫ

Комплект поставки КС-системы модификации Крио-1 приведен в таблице.

		Количество, шт
1	Криоблок с двенадцатью кюветами	1
2	Блок спектрального анализа (монокроматор)	1
3	Комплект ВОЛС-М-Стандарт с установленным оптическим разъемом (двойная ВОЛС)	1
4	Сетевой шнур (для монокроматора ЛМ-3)	1
5	Руководство по эксплуатации КС-системы	1
6	Руководство по эксплуатации монокроматора ЛМ-3	1
7	Паспорт	1
8	Комплект ЗИП (пинцет, отвертка, гаечный ключ, центрирующее приспособление наконечника ВОЛС)	1
9	Вставка плавкая 1 А	2

2.1.3 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

2.1.3.1 Криоблок

Температура термостатирования, К	77
Объем хладагента (жидкий азот), л	0,7 - 1,2
Число проб для анализа при одном цикле замораживания	12
Объем измеряемой пробы, см ³	0,8
Масса криоблока не более, кг	4
Габаритные размеры криоблока, мм	200x180x320

2.1.3.2 Волоконно-оптическая линия связи (ВОЛС)

	Длина, м	Кол-во жил
для КРИО-1 (ВОЛС-М-Стандарт)	1,0; 0,6	35; 20

Диаметр световедущей жилы, мкм 200

Материал оптического волокна кварц-кварц

2.1.3.3 Монохроматор ЛМ-2 (3) (для КРИО-1)

Рабочий спектральный диапазон, нм 250 - 550

Относительное отверстие 1:3,3

Обратная линейная дисперсия, нм/мм 6,7

Разрешающая способность при указанной ВОЛС, нм:

в рабочем диапазоне (250-550 нм) 1,3

в других диапазонах

нулевой порядок 15

550-700 нм 1,3 - 4

700-750 нм 4

Масса блока спектрального анализа, кг, не более 2,5

Габаритные размеры, мм 205x150x125

Дополнительно для монохроматора ЛМ-3

Источник питания сеть переменного тока 220 В, 50 Гц

2.1.3.4 Условия эксплуатации

Температура окружающей среды, °С 10 - 35

Температура рабочей зоны ВОЛС, °С -200 - +40

Относительная влажность при 25°C, %, не более 80

2.1.3.5 Установленный полный срок службы не менее, лет 5

2.1.4 УСТРОЙСТВО КРИОСПЕКТРАЛЬНОЙ СИСТЕМЫ

2.1.4.1 Структурная схема

Принцип совместной работы КС-системы и анализатора «Флюорат-02» основан на измерении методом спектрально-люминесцентного анализа интенсивности аналитической линии (или полосы) люминесценции определяемого вещества, находящегося вне кюветного отделения анализатора, и определения его массовой концентрации.

Для реализации этого принципа в КС-системе принята следующая структурная схема:

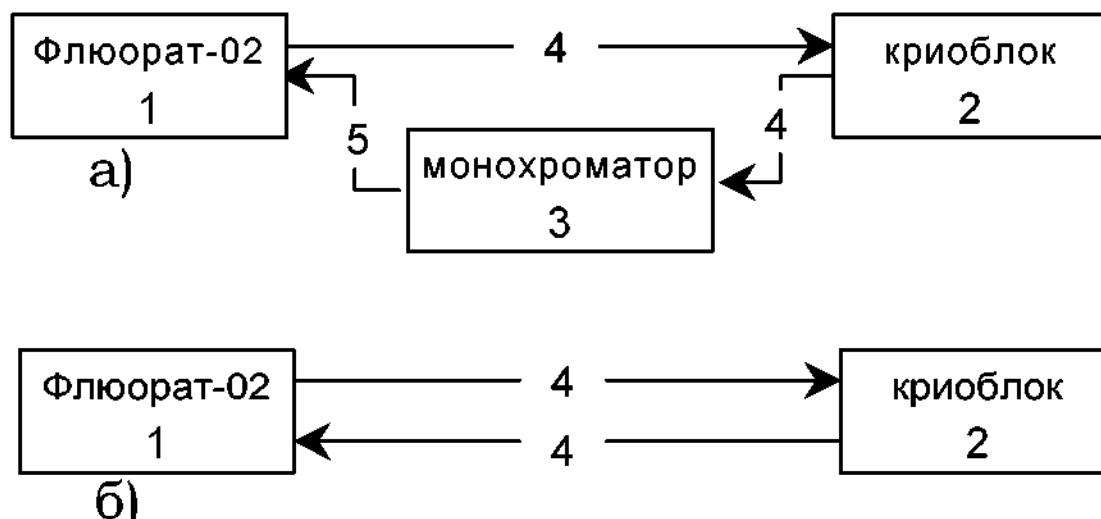


Рис.2.1 Структурная схема совместной работы анализатора «Флюорат-02» и криоспектральной системы а) КРИО – 1, б) КРИО - 2

- 1 - оптический разъем в анализаторе «Флюорат-02»;
- 2 - образец в криоблоке;
- 3 - блок спектрального анализа (для КРИО-1); 4, 5 - волоконно-оптическая линия связи (ВОЛС).

Возбуждающий свет выделенного спектрального диапазона из анализатора «Флюорат-02» через оптический разъем (1), установленный в кюветное отделение, попадает на торец ВОЛС (4) и передается на поверхность образца, находящегося в криоблоке (2) при температуре 77 К. Люминесценция, возбуждаемая в образце, собирается жгутом кварцевых волокон, находящимся в том же наконечнике ВОЛС (4). Укладка волокон в наконечнике осуществлена таким образом, что волокна, возбуждающие люминесценцию и собирающие ее равномерно чередуются.

В КС-системе КРИО-1 по ВОЛС люминесценция от образца попадает на блок спектральной селекции (3), где происходит выделение узкого (около 1 нм) спектрального диапазона, необходимого для идентификации измеряемого вещества. Далее свет направляется в анализатор по второму жгуту ВОЛС (5) для измерения интенсивности выделенного света.

Криоблок (Рис.2.2) состоит из криостойки с устройством винтовой подачи, сосуда Дьюара в кожухе и устройства револьверной подачи образцов (турели), смонтированного вместе с крышкой сосуда Дьюара.

Волоконно-оптическая линия связи (ВОЛС) состоит из жгутов кварцевых световодов и оптического разъема для соединения с анализатором «Флюорат-02».

Для КС-системы КРИО-1 поставляется два жгута. Один оптически соединяет анализатор «Флюорат-02» с криоблоком и входным гнездом блока спектрального анализа (Рис.2.1а) поз.4; а

также Рис.2.4а) и 2.5а) поз.Па)), второй - выходное гнездо блока спектрального анализа с анализатором «Флюорат-02» (Рис.2.1а) поз.5, а также Рис.2.4а) и 2.5а) поз.Пб)).

Блок спектрального анализа состоит из монохроматора ЛМ-2 или ЛМ-3 с дифракционной решеткой, имеющего шкалу длин волн и ручной (ЛМ-2) или электронно-управляемый (ЛМ-3) механизм сканирования.

Примечание: Заводской номер монохроматора и номер на двойной ВОЛС должны совпадать. Не разделяйте этот комплект, двойные ВОЛС для монохроматоров индивидуальны!

2.1.4.2 Устройство и работа криоблока.

Криоблок изображен на Рис.2.2

Образцы (анализируемые растворы) заливаются с помощью пипетки в цилиндрические кюветы. Турель для образцов (8) позволяет одновременно установить 12 кювет.

Подпружиненный шток и игольчатые ограничители - фиксаторы турели позволяют проводить смену образцов в хладагенте. На головке штока (7) нанесены цифры, соответствующие номерам позиций кювет в турели.

Для поворота турели следует нажать на головку штока, опустив ее вниз до упора, повернуть ее по часовой стрелке до совмещения нужной цифры на штоке с риской и плавно отпустить.

Сосуд Дьюара цилиндрической формы с защитным кожухом (9) крепится на стойке криоблока. Опускание турели с образцами в хладагент осуществляется вращением винта подачи блока турели при помощи ручки (5), закрепленной на крышке криоблока (6). При этом сосуд Дьюара входит в углубление крышки и закрывает доступ комнатного света к зоне проведения оптических измерений. Через отверстие в крышке проходит ВОЛС (4), наконечник (1) которого закрепляется на неподвижной части турели. Наконечник снабжен выступающей цилиндрической втулкой (2), фиксирующей расстояние от торца ВОЛС до поверхности образца.

Внимание! Чтобы не повредить сосуд Дьюара, не пытайтесь вытащить его из кожуха.

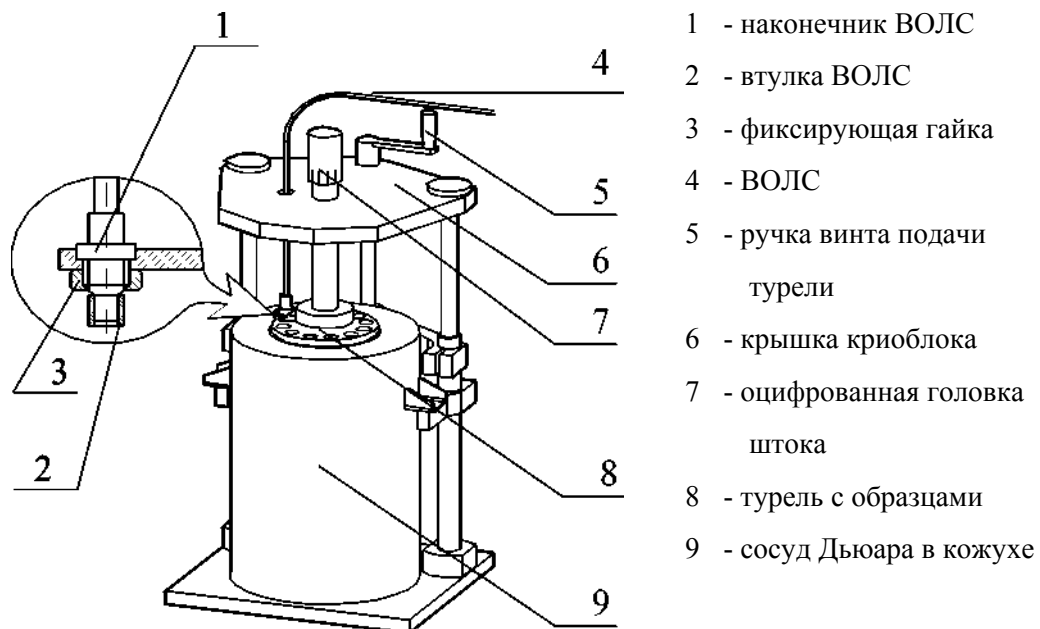


Рис.2.2 Криоблок

На заднем мосту криоблока (Рис.2.3) закреплены приспособления, используемые при работе: пинцет, гаечный ключ и приспособление для центрирования наконечника ВОЛС.

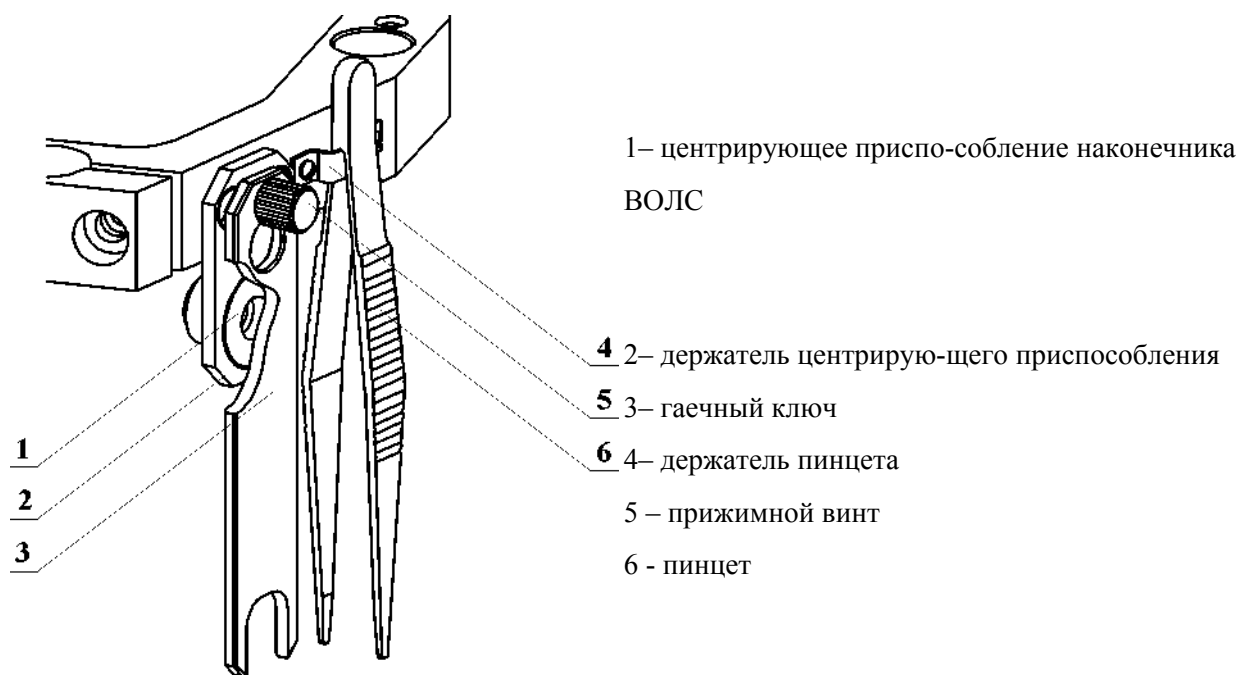


Рис.2.3 Крепление ЗИПа (криоблок, вид сзади)

2.1.4.3 ВОЛС

Для обеспечения связи между блоками КС-системы используется волоконно-оптическая линия связи (ВОЛС) с оптическим разъемом. Цилиндрические втулки ВОЛС закрепляются в оптическом разъеме, который устанавливают в кюветное отделение анализатора так, чтобы боковые поверхности разъема с приклеенными в пазах плоскими зеркальцами были обращены к фильтрам возбуждения и регистрации люминесценции.

Внимание! При хранении ВОЛС не допускайте натяжения и сильного изгиба жгутов. Оптические кварцевые волокна, из которых они сделаны, обладают повышенной хрупкостью и требуют осторожного обращения. Радиус скручивания жгутов ВОЛС должен быть не менее 10 см. Не скручивайте жгуты «восьмеркой». Не скручивайте холодные ВОЛС.

2.1.4.4 Блок спектральной селекции (для КРИО-1)

В плоских наконечниках ВОЛС, помещаемых в гнездах моно-хроматора, волокна уложены в ряд и формируют, таким образом, входную и выходную щели.

В монохроматоре ЛМ-2 маховик ручной подачи осуществляет поворот дифракционной решетки с помощью винтового механизма. Отсчет длины волны осуществляется по оцифрованному 4-х-разрядному барабану в нанометрах с точностью до 0,1 нм.

В монохроматоре ЛМ-3 реализовано электронное управление винтовым механизмом от шагового двигателя. Длина волны индицируется на 4-х-разрядном индикаторе в нанометрах с точностью до 0,1 нм.

2.2 ЭКСПЛУАТАЦИЯ КРИОСПЕКТРАЛЬНОЙ СИСТЕМЫ

2.2.1 РАСПАКОВКА

Вскройте упаковочные коробки, достаньте части КС-системы -стойку с турелью для образцов и кюветами, сосуд Дьюара с кожухом, монохроматор с волоконно-оптической линией связи (ВОЛС).

Произведите внешний осмотр КС-системы и убедитесь в отсутствии внешних повреждений.

2.2.2 МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

Безопасность труда при эксплуатации регламентируется правилами техники безопасности при работе со сжиженными газами.

2.2.3 ПОРЯДОК УСТАНОВКИ КС-СИСТЕМЫ

В помещении, где устанавливается КС-система, не должно быть механических вибраций, сильных электрических и магнитных полей, пыли, паров кислот и щелочей.

2.2.4 ПОДГОТОВИТЕЛЬНЫЕ ОПЕРАЦИИ

Взаимное расположение и соединение элементов КС-системы иллюстрируется Рис. 2.4, где
I - криоблок;

II (IIa и IIб) - ВОЛС;

III - монохроматор.

При монтаже КС-системы блоки располагают таким образом, чтобы жгуты ВОЛС свободно провисали.

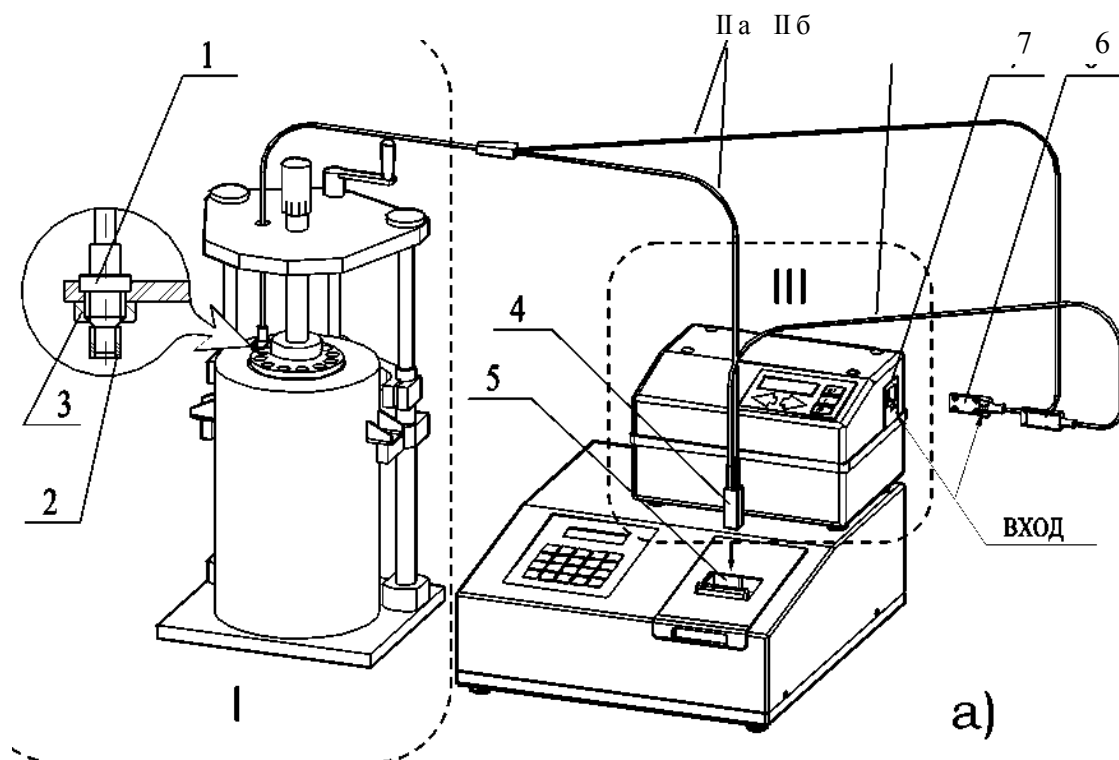


Рис.2.4. Соединение блоков криоспектральных систем с анализатором модификации «Флюорат-02-2М», а) КРИО-1 (монохроматор ЛМ-3)

2.2.4.1 Установка ВОЛС

Центрирование волоконного жгута

Внимание! Наконечник ВОЛС имеет небольшой люфт в отверстии неподвижной части турели, поэтому закрепление ВОЛС в турели рекомендуется производить при помощи специального центрирующего приспособления в соответствии с Рис. 2.5.

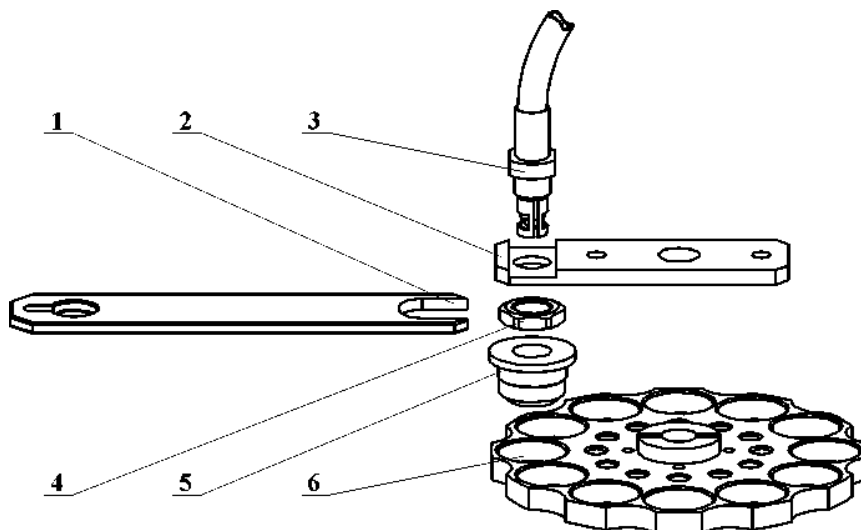


Рис. 2.5 Закрепление волоконного жгута в турели

Установку волоконного жгута в криоблок и центрирование наконечника втулки ВОЛС проводите в следующей последовательности:

1. Ослабив прижимной винт на мосту криоблока, снимите гаечный ключ и выньте центрирующее приспособление.
2. Нажатием головки штока опустите турель и поверните ее так, чтобы игольчатые ограничители уперлись в турель *между* отверстиями.
3. Выньте из турели криоблока (6) кювету и установите вместо нее центрирующее приспособление (5).
4. Снимите гайку (4) с наконечника ВОЛС (3).
5. Пропустите наконечник (3) через отверстие в крышке криоблока и отверстие в планке (2).
6. Накиньте гайку (4) на резьбу наконечника (3) и завинтите ее, не затягивая до упора (наконечник должен свободно двигаться в отверстии планки (2) в горизонтальном направлении).
7. Поворотом головки штока установите наконечник (3) в отверстие центрирующего приспособления (5) и отпустите шток.
8. Придерживая рукой жгут, затяните гайку (4) ключом (1) до упора.

Внимание! Перед поворотом турели обязательно нажимайте на головку штока, опуская ее вниз до упора. Попытка повернуть шток, не опуская головку, может привести к поломке штока.

Установка волоконного жгута в кюветное отделение анализатора (Рис 2.4)

Оптический разъем (4) с подсоединенными жгутами волоконных световодов установите в кюветном отделении (5) прибора таким образом, чтобы поворотные зеркальца были ориентированы в стороны фильтров возбуждения и регистрации одновременно.

Внимание! В анализаторе «Флюорат-02-2М» крышка кюветного отделения имеет специальное отверстие, через которое пропускается ВОЛС. Открывая и закрывая крышку при установленном оптическом разъеме, обязательно сдвигайте (открывайте) заслонку в крышке во избежание излишнего перегиба ВОЛС.

2.2.4.2 Установка монохроматора

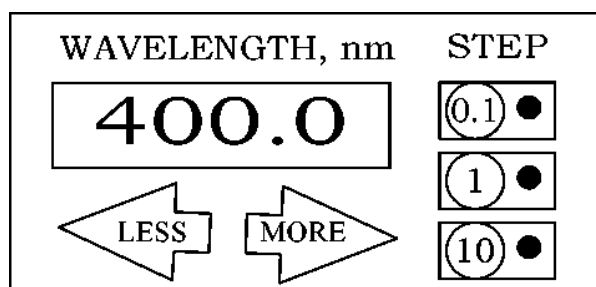
Монтаж ВОЛС в КС-системе **КРИО-1** включает в себя дополнительную установку специализированных наконечников (6) в приемные гнезда (7) на монохроматоре. Наконечник, который маркирован надписью «ВХОД» и идет из криоблока, вставьте в гнездо монохроматора с той же надписью, а тот, который идет к каналу регистрации, вставьте в гнездо без надписи. Специализированные наконечники для связи с монохроматором имеют однозначную установку и поэтому, в случае их неправильной начальной ориентации, не будут входить в гнезда. Не применяйте при этом значительных усилий. Если наконечники ориентированы правильно, то дошлите их до упора в гнезда монохроматора.

Если в состав КРИО-1 входит **монохроматор ЛМ-3**, подсоедините сетевой шнур к разъему на задней панели монохроматора и включите его в сеть (сетевая кнопка также расположена на задней панели). Монохроматор начнет проводить инициализацию (по индикатору будет пробегать «световая дорожка»), а затем установится длина волны 400 нм.

Расположите монохроматор рядом с анализатором «Флюорат-02» или сверху него.

Установка необходимой длины волны на монохроматоре ЛМ-3 производится при помощи клавиш со стрелками, расположенных на панели управления на верхней крышке монохроматора.

Нажатие стрелки «→» приводит к перестройке в сторону увеличения длины волны, а нажатие стрелки «←» к перестройке в сторону уменьшения длины волны. Однократное нажатие на стрелку приводит к перестройке на один активизированный шаг. Можно установить шаг («Step») величиной 0,1 нм, 1 нм или 10 нм



нажатием на кнопку с соответствующим числом. Удержание кнопок со стрелками приводит сначала к однократной установке длины волны, а после небольшой паузы - к непрерывной быстрой перестройке монохроматора. Для остановки перестройки отпустите кнопку со стрелкой.

2.2.4.3 Замораживание образцов

В *сосуд Дьюара* аккуратно залейте жидкий азот на 3/4 объема. В турель для смены образцов поместите требуемое число чистых кювет, учитывая, что среди них обязательно должна быть кювета с растворителем и стандартным образцом. Обратите внимание на фиксацию пустых кювет в гнездах турели.

Заполните кюветы растворами, тщательно следя за тем, чтобы раствор не выплескивался, и за соответствием маркировки на головке штока (от 1 до 12) и кюветы в турели.

Долейте в сосуд Дьюара жидкий азот и укрепите его на фиксирующих штырях стоек. Вращайте рукоятку винтовой подачи до тех пор, пока турель с образцами не коснется жидкого азота, что проявится его интенсивным кипением.

Внимание! После начала погружения турели в жидкий азот скорость вращения рукоятки должна быть уменьшена во избежание разбрызгивания образцов.

Рекомендуется выбрать скорость вращения, при которой интенсивность кипения была бы минимальной. После погружения в жидкий азот образцов и наконечника, интенсивность кипения падает. Подача заканчивается после того, как крышка плотно накроет сосуд.

Проведите подготовительные операции на анализаторе «Флюорат-02» согласно его Руководству по эксплуатации.

2.2.5 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Вставьте в канал возбуждения и регистрации светофильтры согласно Методике выполнения измерений (МВИ).

Порядок проведения измерений на КС-системе с анализатором «Флюорат-02» соответствует порядку измерения, описанному в методике определения анализируемого компонента. После

окончания измерений с установленной серией образцов необходимо поднять, пользуясь винтовой подачей, блок турели. Кюветы выньте из турели и после оттаивания вымойте. Турель и крышку сосуда Дьюара нагрейте до комнатной температуры и обсушите (можно с помощью вентилятора или фена). После этого система готова к следующему циклу «замораживание - измерение - размораживание».

Внимание! *Отсоединять жгут ВОЛС от криоблока и скручивать его для хранения можно только после полного размораживания КС-системы.*

2.2.6 ХАРАКТЕРНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Неисправность	Причина	Устранение
При замораживании образцов наблюдается значительное уменьшение их объема и неровная поверхность	Быстрое опускание турели с образцами, расплескивание образца при попадании хладагента в кювету с незатвердевшим образцом	Уменьшить скорость опускания турели в сосуд Дьюара при замораживании.
Затруднен поворот турели с образцами при длительном цикле «замораживания - размораживания»	Недостаточно высушен узел при размораживании	Повторить просушку.
Невозможен поворот турели при проведении измерений в хладагенте	Незафиксированная кювета препятствует повороту. Измерение других образцов возможно при повороте турели в противоположную сторону	Проводить смену анализируемых кювет плавно, без рывков опуская и поднимая турель с образцами.

2.2.7 ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВКА КС-СИСТЕМЫ

КС-система должна храниться в сухом, отапливаемом и вентилируемом помещении с температурой воздуха от 10°C до 40°C и влажностью не более 80% при температуре 25°C или при более низкой температуре без конденсации влаги.

При хранении ВОЛС не допускайте натяжения и сильного изгиба жгутов. Оптические кварцевые волокна, из которых они сделаны, обладают повышенной хрупкостью и требуют осторожного обращения. Радиус скручивания жгутов ВОЛС должен быть не менее 10 см. Не скручивайте жгуты «восьмеркой». Не скручивайте холодные жгуты, дождитесь, пока они нагреются до комнатной температуры.

При транспортировке криоблока с кюветами вставьте кюветы в гнезда турели и обмотайте турель бумагой или пленкой. До упора опустите крышку криоблока.

Если сосуд Дьюара был поврежден, не пытайтесь самостоятельно заменить его, так как уплотнители в кожухе изготавливаются индивидуально под каждый сосуд Дьюара. Новый сосуд можно купить на фирме изготовителе вместе с кожухом и установленными в него уплотнителями. Старый кожух и уплотнители необходимо при этом вернуть на фирму - изготовитель.

Перевозка КС-системы допускается в упаковочных коробках всеми видами закрытого транспорта.

При погрузке и перевозке необходимо охранять коробки от ударов, не бросать и не кантовать.

2.2.8 ГАРАНТИЙНЫЕ ОБЯЗАТЕЛЬСТВА

Изготовитель гарантирует работоспособность криоспектральной системы в течение 18 месяцев со дня продажи. Гарантия не распространяется на сосуд Дьюара, а также на изделия со следами механических повреждений, в том числе на ВОЛС со следами изломов.

Претензии к юстировке монохроматора принимаются только при предъявлении соответствующей ему двойной ВОЛС.

3 ЛАБОРАТОРНЫЙ МОНОХРОМАТОР «ЛМ - 3» версия Крио

Лабораторный монохроматор ЛМ-3 с электронным управлением и приводом от шагового двигателя входит в состав криоспектральной системы КРИО-1. Надежность работы и срок службы монохроматора ЛМ-3 во многом зависят от правильной его эксплуатации. Поэтому перед монтажом и пуском прибора следует внимательно ознакомиться с настоящим Руководством по эксплуатации.

3.1 ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

3.1.1 НАЗНАЧЕНИЕ

Монохроматор ЛМ-3 предназначен для выделения монохроматического излучения в широком спектральном диапазоне.

Монохроматор может использоваться в различных научно-исследовательских, учебных и промышленных лабораториях, установках технологического и экологического контроля в качестве самостоятельного прибора или в сочетании с другими спектральными установками.

3.1.2 ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Рабочий спектральный диапазон, нм	250 - 550
Дифракционная решетка:	
число штрихов на миллиметр	1200
радиус кривизны, мм	125
область максимальной концентрации энергии, нм	400
размер заштрихованной поверхности, не менее	32x35 мм
рабочий порядок спектра	первый
Относительное отверстие	1:3,3
Обратная линейная дисперсия, нм/мм	6,7
Волоконно-оптическая линия связи:	
длина, м	1,0; 0,6
ширина щели, мм, не более	0,2
высота щели, мм, не более	5
Разрешающая способность при указанной ВОЛС, нм	
в рабочем диапазоне (250-550 нм)	1,3
в других диапазонах	
нулевой порядок	7
550-700 нм	1,3-4
Точность установки длины волны	
в рабочем диапазоне (250-550 нм), нм не хуже	$\pm 0,2$
в диапазоне 550-700 нм, нм не хуже	$\pm 1,5$
Масса, кг, не более	2,5
Габаритные размеры, мм	205x150x125
Источник питания	сеть переменного тока 220 В, 50 Гц

Потребляемая мощность, Вт, не более	12
Условия эксплуатации:	
температура окружающей среды, °С	10 – 35
относительная влажность воздуха при + 25°С (и при более низких температурах без конденсации влаги), %	30 – 80
Установленный полный срок службы не менее, лет	5

3.1.3 УСТРОЙСТВО И РАБОТА МОНОХРОМАТОРА

3.1.3.1 Конструкция

Внешний вид монохроматора ЛМ-3 приведен на Рис. 3.1. Все элементы оптической и кинематической схем закреплены на центральной плите (1). К ней же через стойки крепятся верхний (2) и нижний (3) кожухи монохроматора. В верхнем отсеке монохроматора размещены и отъюстированы приемные гнезда (4) для размещения входного и выходного наконечников волоконных жгутов. Заводская юстировка обеспечивает воспроизводимое легкоразъемное подсоединение наконечников волоконных жгутов к гнездам монохроматора.

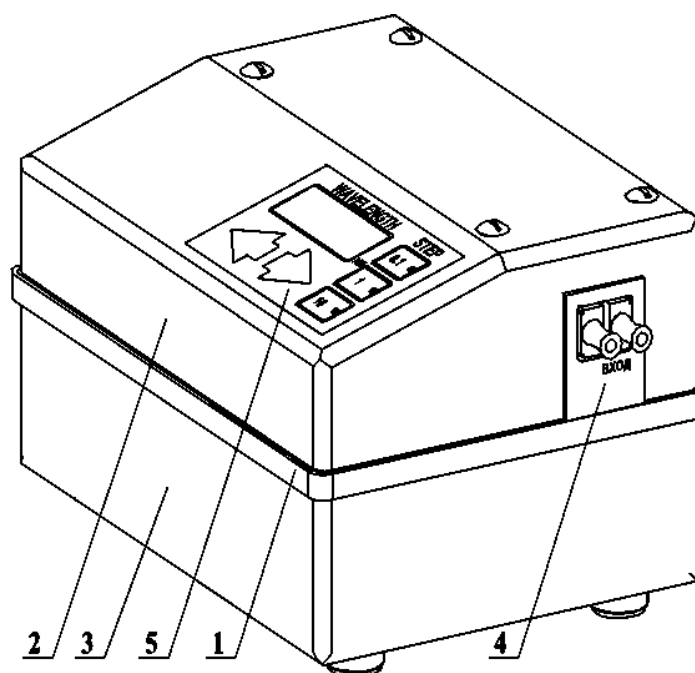


Рис. 3.1 Внешний вид монохроматора ЛМ-3

1 Центральная плита; 2 Верхний кожух; 3 Нижний кожух; 4 Приемные гнезда входного и выходного наконечников ВОЛС; 5 Клавиатура.

В верхнем же отсеке прибора расположен кронштейн с размещенными на нем контроллером и клавиатурой управления прибором (5).

В нижнем отсеке прибора размещена кинематическая схема (см. Рис. 3.3), плата сетевого питания и задняя панель с разъемом для подсоединения сетевого шнура (12), кнопкой включения сетевого питания (13) и гнездами с предохранителями (14).

3.1.3.2 Оптическая схема

Монохроматор ЛМ-3 построен на основе неклассической вогнутой дифракционной решетки с простым поворотом (Рис. 3.2).

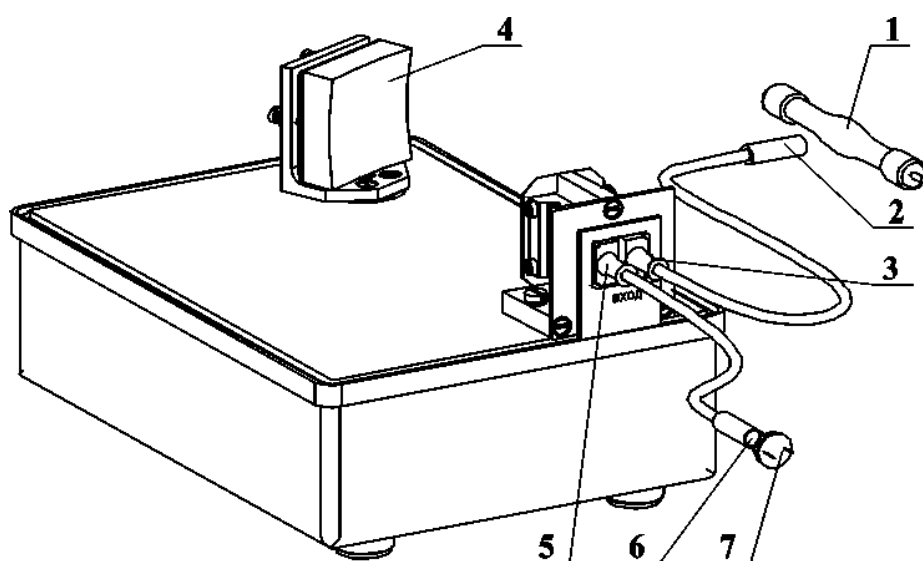


Рис. 3.2 Оптическая схема

1 - Источник света, 2 - Входная цилиндрическая втулка, 3 - Наконечник ВХОД, 4 - Дифракционная решетка, 5 - Выходной наконечник, 6 - Выходная цилиндрическая втулка, 7 - Детектор

Штрихи решетки нарезаны с расчетом минимизации дефокусировки в пределах спектрального диапазона 220 - 550 нм. За пределами указанного спектрального диапазона дефокусировка приводит к уширению контура аппаратной функции монохроматора.

Источник света, находящийся в анализаторе «Флюорат-02» (1) освещает торец цилиндрической втулки (2), в которую вклеены волоконные световоды входного жгута (втулка (2) вставлена в оптический разъем, который устанавливается в кюветное отделение анализатора «Флюорат-02»). На противоположном конце жгута световоды уложены в виде щели в наконечнике (3). Свет от входной

щели направляется на дифракционную решетку (4). Дифракционная решетка осуществляет разложение падающего излучения в спектр и одновременно фокусирует диспергированный свет в плоскости расположения выходной щели. Роль выходной щели играют уложенные в ряд волоконные световоды выходного жгута, вклеенные в наконечник (5), идентичный по своей конструкции входному наконечнику (3). Прошедший по выходному жгуту свет направляется для дальнейшего анализа через цилиндрическую втулку (6) на детектор (7).

3.1.3.3 Кинематическая схема

Кинематическая схема монохроматора (Рис. 3.3) осуществляет разворот дифракционной решетки (2), чем обеспечивает выведение на выходную щель монохроматического излучения во всем рабочем диапазоне длин волн. Эта функция кинематической схемы реализована с помощью синусного механизма, позволяющего линейно изменять настройку монохроматора по длинам волн при линейном перемещении ходовой гайки (4) по винту (3).

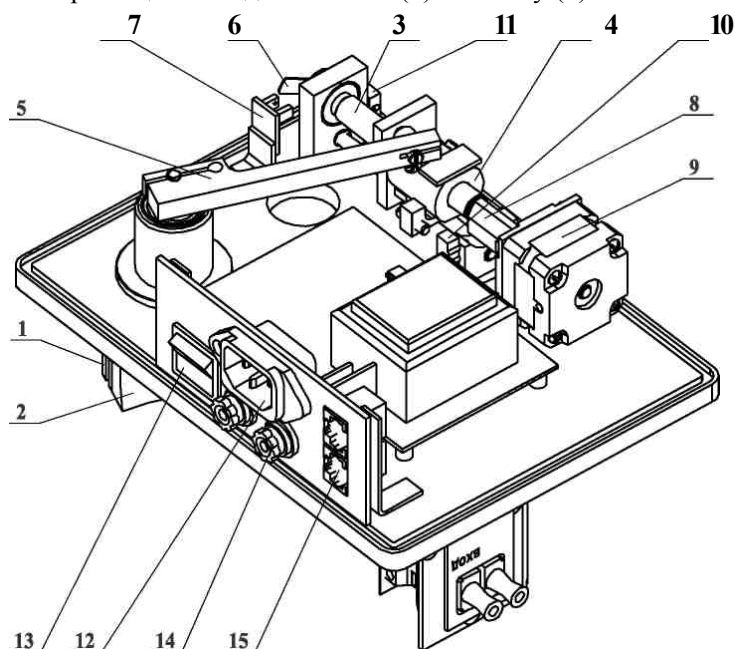


Рис. 3.3 Кинематическая схема и вид на панель разъемов

1 - Поворотный столик, 2 - Дифракционная решетка, 3 – Винт, 4 - Ходовая гайка, 5 – Рычаг, 6 – Флажок, 7 – Оптопара, 8 – Втулка, 9 - Шаговый двигатель, 10 - «Красный» концевой выключатель, 11 - «Синий» концевой выключатель, 12 - Разъем для подсоединения сетевого шнура, 13 - Кнопка включения сетевого питания, 14 - Гнезда с предохранителями, 15 - Разъем для подсоединения шины Network (в моно-хроматоре составе КРИО-1 установлена заглушка).

Поворот дифракционной решетки (2), съюстированной в кронштейне поворотного столика (1), осуществляется следующим образом. В синусном механизме для перемещения ходовой гайки (4) с закрепленным на ней толкателем, служит винт (3). При вращении винта (3) поступательное движение гайки (4) приводит к вращению столика (1) посредством рычага (5).

На одном из концов винта закреплен флажок (6), перекрывающий оптический канал оптопары (7) при каждом обороте винта в одной и той же фазе. Периодическое срабатывание оптопары (перекрывание ее оптического канала флажком) служит для контроля правильности индикации текущей длины волны четырехразрядным светодиодным индикатором клавиатуры. На противоположном конце винта (3) закреплена втулка (8), осуществляющая механическое сцепление с шаговым двигателем (9), являющимся приводом монохроматора.

На фланцах синусного механизма закреплены концевые выключатели (10) и (11). Они служат для ограничения перемещения гайки по винту в пределах его нарезной части. Дополнительной функцией концевого выключателя, установленного на фланце около флажка, является выработка сигнала настройки монохроматора по длинам волн - автоградуировки.

Внимание! *Все без исключения элементы кинематической схемы служат цели правильной индикации длины волны текущей реальной настройки монохроматора. Изменение взаимного положения любых его частей неизбежно приведет к сбою градуировки прибора и необходимости его повторной заводской градуировки.*

3.2 ЭКСПЛУАТАЦИЯ МОНОХРОМАТОРА

3.2.1 ПОРЯДОК УСТАНОВКИ МОНОХРОМАТОРА

В помещении, в котором устанавливается монохроматор, не должно быть механических вибраций, сильных электрических и магнитных полей, паров кислот и щелочей.

Не рекомендуется устанавливать монохроматор в вытяжной шкаф.

3.2.2 ПОДГОТОВКА МОНОХРОМАТОРА К РАБОТЕ

Установите монохроматор на ровную горизонтальную поверхность. Подсоедините наконечник волоконного жгута с маркировкой «ВХОД» к входному гнезду монохроматора, а второй к выходному гнезду. Наконечники имеют однозначную установку и поэтому, в случае их неправильной начальной ориентации, не будут входить в гнезда. Не применяйте при этом значительных усилий. Если наконечники ориентированы правильно, то вставьте их до упора в гнезда монохроматора. Закрепите цилиндрическую втулку входного волоконного световода так, чтобы она была ориентирована на источник света, а втулка выходного волоконного жгута на детектор. При комплектовании прибора

оптическим разъемом закрепите в нем обе цилиндрические втулки, а сам разъем поместите в кюветное отделение анализатора в соответствии с направлением распространения света в используемом приборе.

Подсоедините сетевой шнур к разъему на задней панели и включите его в сеть. Прибор начнет проводить инициализацию -внутреннее тестирование и привязку счетчика шагов шагового двигателя к шкале длин волн. Во время инициализации по индикатору пробегает «световая дорожка» (против часовой стрелки). По окончании процесса инициализации монохроматор проведет установку на длину волны 400 нм.

Время прогрева прибора для установления всех указанных спектральных характеристик монохроматора не более 30 минут.

3.2.3 РАБОТА НА МОНОХРОМАТОРЕ

Управление настройкой длины волны монохроматора осуществляется с помощью клавиш со стрелками. Стрелка «вправо» приводит к перестройке монохроматора в сторону увеличения длин волн, стрелка «влево» - наоборот. Однократное нажатие на стрелку приводит к перестройке на активизированный шаг. В приборе можно установить шаг («Step») 0.1 нм, 1 нм или 10 нм нажатием на кнопку с соответствующим числом. Удерживание кнопок со стрелками приводит к однократной установке длины волны и после небольшой паузы к непрерывной быстрой перестройке монохроматора. Отпускание кнопки со стрелкой приводит к немедленной остановке перестройки.

Примечание: Для обеспечения воспроизводимости спектрометрических результатов, получаемых с помощью монохроматора, рекомендуется подходить к выбранной длине волны всегда со стороны меньших ее значений.

3.2.4 ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБСЛУЖИВАНИЕ

3.2.4.1 Эксплуатация монохроматора должна производиться при закрытом кожухе.

3.2.4.2 Запрещается устанавливать предохранители, номиналы которых не соответствуют документации.

3.2.4.3 Все виды ремонтных работ производить при отключенном от сети приборе.

3.2.4.4 Во избежание загрязнения рабочей поверхности дифракционной решетки монохроматора не оставляйте открытой оптическую часть прибора.

3.2.4.5 Чистка дифракционной решетки не допускается.

3.2.4.6 Поверхность винта синусного механизма 1 раз в год рекомендуется смазывать чистой технической смазкой типа ЦИАТИМ после предварительного удаления старой смазки ватным

тампоном, смоченным в органическом растворителе.

3.2.4.7 Избегайте попадания жидкостей внутрь монохроматора.

3.2.4.8 Не сбивайте взаимное расположение элементов оптического разъема, который уже съюстирован. Это обязательно приведет к потере светового сигнала, регистрируемого анализатором.

3.2.4.9 При случайном попадании капель раствора или других загрязнений на поверхность волокон следует протереть ее ватным тампоном или мягкой тканью, смоченной эфиром или спирт-эфирной смесью. Не допускается применение ацетона и других агрессивных растворителей.

3.2.5 ПРАВИЛА ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ

3.2.5.1 Монохроматор должен храниться в сухих, отапливаемых и вентилируемых помещениях при температуре воздуха от 1 до 40°C и влажности не более 85% при температуре 25°C и более низкой температуре без конденсации влаги.

3.2.5.2 Во избежание поломки волоконных световодов обращайтесь с ними осторожно и храните в распрямленном или свернутом виде с радиусом кольца не менее 10 см.

3.2.5.3 При перевозке необходимо предохранять ящики от падения и ударов, не бросать и не кантовать.

3.2.6 ХАРАКТЕРНЫЕ НЕИСПРАВНОСТИ И МЕТОДЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

<i>Внешние проявления неисправности</i>	<i>Вероятная причина</i>	<i>Метод устранения</i>
При нажатии кнопки «сеть» не загорается дисплей	Неисправен предохранитель	Проверить и в случае неисправности заменить предохранитель
	Обрыв в сетевом проводе	Устранить неисправность сетевого провода

3.2.6.1 Сообщения об ошибках

Прибор осуществляет самодиагностику и при возникновении ошибки выдает сообщения на табло индикации результатов в виде «E_NN» («E» - Error, NN - номер ошибки). При этом измерения и дальнейшее управление прибором блокируется. Причины ошибок и способы их устранения приведены ниже

<i>Номер</i>	<i>Причина ошибки</i>	<i>Действия оператора</i>
E_01 —E_04	Нет срабатывания контролирующей оптопары (7), (Рис. 3.3)	Смазать ходовой винт (3), Рис. 3.3
E_05, E_06	Не удается провести инициализацию прибора	Включить и выключить монохроматор, при частом появлении ошибки сдать прибор в ремонт
E_07	Неисправен концевой выключатель	Сдать прибор в ремонт
E_08	Неисправность оптопары или шагового двигателя	Сдать прибор в ремонт
E_09	Неисправен шаговый двигатель или заклинило винт (3), (Рис. 3.3)	Сдать прибор в ремонт
E_50	Неисправность энергонезависимой памяти	Сдать прибор в ремонт

4 ПРОГРАММА ДЛЯ ПЕРСОНАЛЬНОГО КОМПЬЮТЕРА Panorama Pro Версия 2.0.0

4.1 НАЗНАЧЕНИЕ

Программное обеспечение (ПО) предназначено для управления спектрофлуориметром «Флюорат-02-ПАНОРАМА» при проведении хроматографических, спектрофото-и спектрофлуориметрических, хеми-и биолюминесцентных измерений, а также при определении спектральных характеристик внешних источников света.

ПО также может быть использовано для настройки и тестирования прибора.

Имеется три версии программного обеспечения:

- Полная (Panorama Pro) позволяет проводить все перечисленные типы измерений, а также их обработку.
- Упрощенная (Panorama Lite) позволяет проводить только спектральные и хроматографические измерения без возможности обработки.
- Демонстрационная (Panorama Demo) предназначена для ознакомления с возможностями полной версии и не может быть использована для проведения измерений.

Настоящий документ содержит описание работы с ПО Panorama Pro. Разделы, отмеченные значком **PRO**, содержат описание функций, отсутствующих в Panorama Lite.

4.2 УСТАНОВКА ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ

4.2.1 ТРЕБОВАНИЯ К КОМПЬЮТЕРУ

Процессор: Pentium II или старше.

Оперативная память: не менее 64Мб.

Операционная система: Windows 95/98/ME/2000/XP.

Свободный СОМ-порт для подключения прибора.

4.2.2 КОМПЛЕКТ ПОСТАВКИ

Программное обеспечение (ПО) на компакт-диске или на инсталляционных дискетах.

Настоящее описание ПО.

4.2.3 УСТАНОВКА ПРОГРАММЫ

Вставьте компакт-диск или инсталляционную дискету в дисковод и запустите программу *PanoramaProSetup.exe*.

После установки программы на Ваш компьютер в меню Пуск/Программы (*Start/Programs*) появится папка с названием *SPF Panorama*. В ней помещен ярлык для запуска программы Panorama Pro.

Для удаления программы используйте стандартную процедуру удаления программ через панель управления Windows.

4.2.4 ЗАПУСК ПРОГРАММЫ

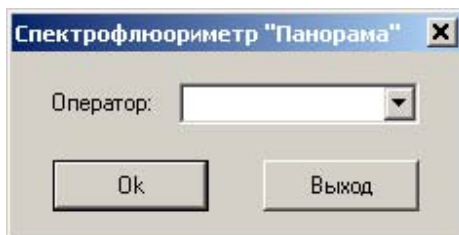
Для правильного функционирования аппаратно-программного комплекса «Панорама» необходимо при отсоединенном от прибора сетевом кабеле соединить компьютер и прибор информационным кабелем RS-232, который поставляется вместе со спектрофлюориметром. Со стороны компьютера кабель подсоединяется к СОМ-порту (последовательному коммуникационному порту). После этого следует подсоединить сетевой кабель к прибору и включить питание спектрофлюориметра.

Помните, что подсоединение кабеля RS-232 к прибору и компьютеру должно проводиться только при выключенном из сети сетевом проводе прибора! Несоблюдение этого требования может привести к выходу из строя СОМ-порта компьютера или прибора.

Запустите программу любым привычным Вам способом. Например, из меню Пуск → Программы → SPF Panorama → Panorama Pro или двойным щелчком левой кнопки мыши по иконке файла результатов измерений.

4.2.4.1 Регистрация оператора

После запуска программы появится окно регистрации оператора.

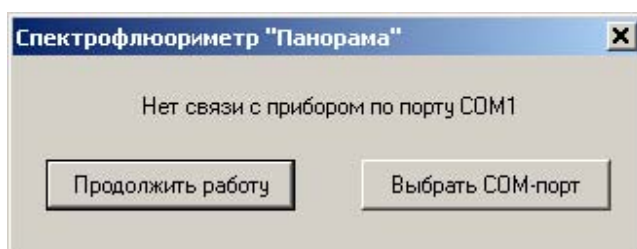


Необходимо ввести фамилию оператора и нажать кнопку *ОК*. Эта информация в дальнейшем записывается в заголовке сохраняемых Вами файлов с результатами измерения.

Если Вы запустили программу случайно или по какой-то другой причине не хотите работать с программой, нажмите кнопку *Выход*

4.2.4.2 Выбор СОМ-порта

Первый раз после установки на компьютер программа пытается связаться с прибором через порт СОМ1. Если связь установить не удастся, программа сообщает об этом и предлагает выбрать другой СОМ-порт или продолжить работу в режиме просмотра и обработки ранее полученных результатов.

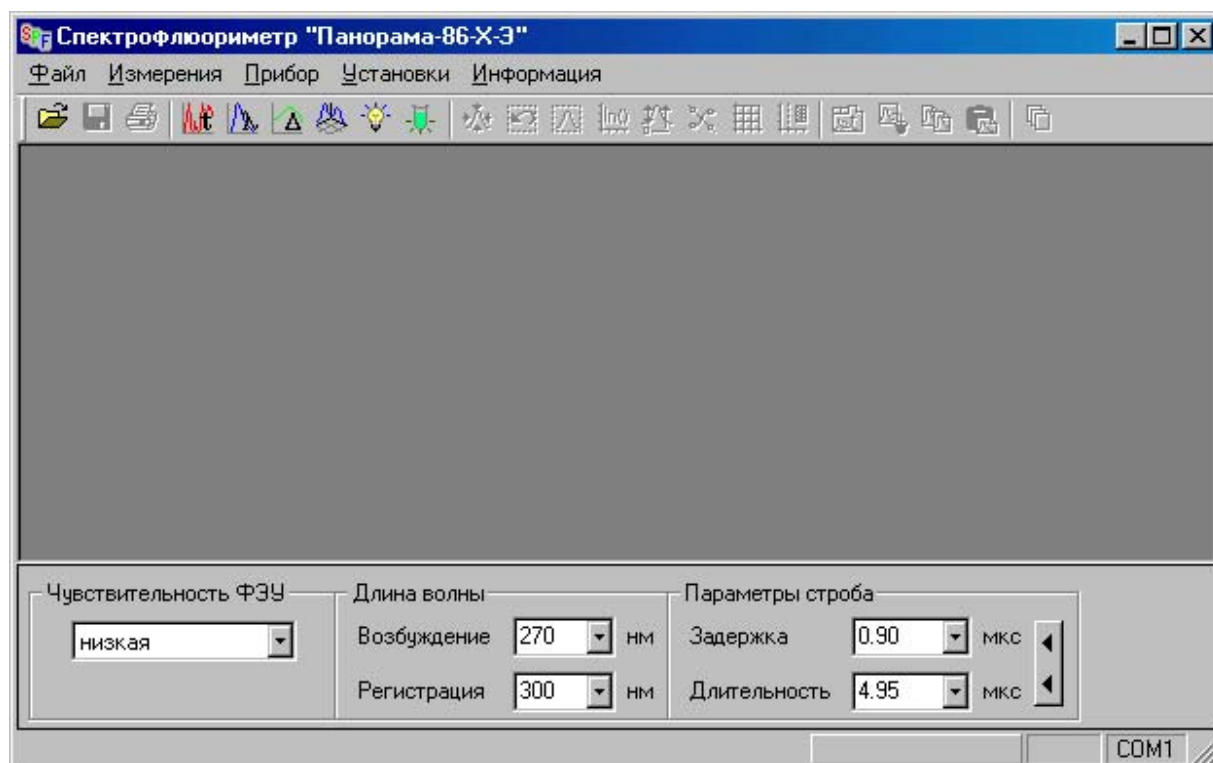


При повторном запуске программы порт компьютера, выбранный в предыдущем сеансе работы, всегда будет опрашиваться первым. Если этот порт занят другим приложением, то процедура выбора порта повторяется. Эта же процедура может быть выполнена с помощью пункта *Выбор COM-порта* в пункте *Установки* главного меню.

4.3 ОПИСАНИЕ МЕНЮ ПРОГРАММЫ

4.3.1 ГЛАВНОЕ МЕНЮ

После регистрации оператора и выбора номера COM-порта на экране монитора появляется следующее окно (при наличии связи с прибором):



В верхней части окна расположены заголовок, главное меню и линейка инструментов.

Заголовок программы содержит информацию о заводском номере и типе (хроматографический или спектральный) используемого прибора. Если после типа прибора стоит буква Э, то это означает, что прибор был собран по индивидуальным требованиям заказчика

(эксклюзивный).

Главное меню содержит пункты: *Файл, Измерения, Прибор, Установки, Информация*. В следующих главах будет приведено подробное их описание.

Линейка инструментов позволяет осуществлять быстрый доступ к наиболее часто используемым функциям программы.

В нижней части окна расположены панель управления параметрами прибора и линейка состояния.

Панель управления отображает текущие значения параметров прибора (чувствительность ФЭУ, длины волн возбуждения и регистрации, задержка и длительность измерительного строба) и позволяет их изменять. Для того, чтобы изменить параметр, необходимо в соответствующем поле ввести новое значение и нажать Enter. Установить значения параметров измерительного строба, которые были оптимизированы для конкретного прибора и записаны в энергонезависимую память (заводские настройки), можно с помощью

кнопки



Линейка состояния состоит из четырех полей. В первом (левом) отображается контекстно-зависимая подсказка, описывающая действие выбранного пункта меню, во втором – положение курсора мыши на графике (оцифровка координат X и Y), в третьем – время измерения, в четвертом – номер COM-порта, используемого для связи с прибором.

4.3.2 ПОДМЕНЮ «ФАЙЛ»



Открыть – открытие ранее сохраненных файлов с результатами измерений. Для открытия файлов, сохраненных в ПО «Панорама» версии 1.x в поле *Тип файла* диалога открытия файла следует выбрать строку *Старые данные*.

После открытия файла или создания окна измерений в подменю появляются дополнительные пункты.



Сохранить как... – сохранение в файле результатов из активного окна измерений. Перед сохранением появляется диалог для выбора каталога и имени записываемого файла. Для всех типов измерений файлы сохраняются в едином формате и имеют расширение *.mdf (measured data file). При этом для каждого типа измерений (спектральных, хроматографических и т.д.) автоматически предлагается сохранять результаты в своем каталоге. Оператор может согласиться с подобным способом архивирования результатов или выбрать иную систему хранения данных.



Печать – распечатка графиков из активного окна.

Просмотр страницы – предварительный просмотр предполагаемых результатов печати на экране;

Параметры страницы – выбор и настройка параметров печати;

*

Данная возможность отсутствует в демонстрационной версии программы.

Экспортировать в – вызов меню, позволяющего сохранить результаты измерения или обработки в виде, пригодном для обработки внешними программами. Поддерживаются следующие форматы: текстовый (ASCII), текстовый для Мультихром^{**} (только для хроматографических данных) и экспорт непосредственно в электронную таблицу Excel.

Импортировать – вызов меню, позволяющего прочитать файлы, сохраненные в форматах ASCII или Мультихром. Данная операция возможна только в режиме обработки результатов измерений.

Выход – выход из программы. При выборе данного пункта меню программа предложит сохранить все несохраненные результаты измерений.

4.3.3 ПОДМЕНЮ «ИЗМЕРЕНИЯ»



Хроматографические – открытие нового окна для проведения измерений зависимости интенсивности сигналов от времени для флуориметрического или фотометрического канала. Типичным примером является снятие хроматограмм.



Спектральные – открытие нового окна для проведения спектральных измерений (флуоресценция, фотометрия).



Кинетика люминесценции – открытие нового окна для проведения измерений кинетики люминесценции (фосфоресценции);



Двумерное сканирование – открытие нового окна для проведения сканирования с использованием программы последовательной перестройки обоих монохроматоров (только флуориметрия).



Спектры внешних источников – открытие нового окна для проведения измерений спектральных характеристик испускания внешних источников света;



Хемилюминесцентные – открытие нового окна для проведения измерений зависимости интенсивности света внешнего источника от времени (хеми-и биолюминесценция);

**

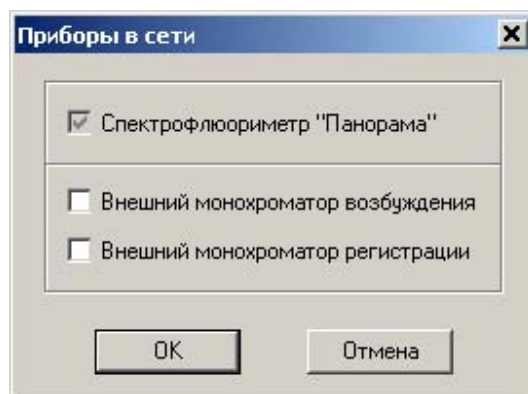
Программное обеспечение «МУЛЬТИХРОМ» для обработки результатов хроматографических измерений поставляется по специальному заказу за отдельную плату.

Программное обеспечение позволяет работать при одновременном открытии большого числа различных окон измерений. Однако измерения могут проводиться только в одном окне. Это означает, что нельзя проводить, например, хроматографические и спектральные измерения одновременно. Фактическим пределом количества открытых окон является объем свободной оперативной памяти компьютера.

4.3.4 ПОДМЕНЮ «ПРИБОР»

Приборная сеть – позволяет указать, какие внешние приставки подключены к прибору (пункт активен только при работе с прибором, обеспечивающим возможность подключения приставок). В настоящее время поддерживается управление внешними монохроматорами производства НПФ АП «Люмэкс»: ЛМ-3 со спектральным разрешением

1.3 нм и двойным монохроматором МХД-2 с разрешением 0.35 нм. При выборе этого пункта меню появляется диалоговое окно:



в котором следует указать, установлен ли внешний монохроматор (с помощью оптоволоконных световодов) в канале возбуждения или регистрации. После этого перестройка внешнего монохроматора будет производиться синхронно с перестройкой соответствующего встроенного монохроматора.

Для отключения внешнего монохроматора также следует воспользоваться данным пунктом меню.

Диагностика – группа пунктов меню, предназначенных для контроля параметров прибора и состояния связи с компьютером. Данными пунктами пользуется сервисная служба "Люмэкс".

Калибровка – открытие нового окна для проведения измерений, необходимых для определения рабочих параметров конкретного прибора и записи их в энергонезависимую память прибора. В список параметров, которые могут быть настроены с использованием процедуры *Калибровка*, входят: настройка монохроматоров возбуждения и регистрации по длинам волн, установка чувствительности ФЭУ по тестовым растворам и калиброванным ослабителям, определение величины сигналов, соответствующих собственным шумам измерительного устройства прибора.

Калибровка, как правило, должна производиться персоналом фирмы-производителя. При возникновении проблем обращайтесь к нам по контактным телефонам или по электронной почте (см. в конце документа).

Контрольные измерения – открытие нового окна для проведения набора стандартных измерений, позволяющих проверить правильность функционирования прибора. При выполнении контрольных измерений можно:

- проанализировать правильность градуировок монохроматоров прибора по длинам волн;
- измерить кинетику свечения лампы и проанализировать правильность выбора параметров задержки и длительности строба;

- измерить уровень стабильности сигналов по трем измерительным каналам (опорному, фотометрическому и люминесцентному);
- определить эффективность введения математической коррекции на опорный канал при проведении флуориметрических и фотометрических измерений;
- проанализировать зависимость шумов и чувствительности ФЭУ от напряжения на его диодной структуре;
- определить параметр отношения сигнал-шум для комбинационного рассеяния воды в стандартных условиях (возбуждение 350 нм, регистрация 400 нм, постоянная времени 2 сек);
- проверить долговременную стабильность прибора за 6 часов работы.

В процессе работы прибор автоматически (каждые пять минут) производит запись значений счетчиков ресурса (количество вспышек лампы и «пробег» обоих монохроматоров) в энергонезависимую память -EEPROM. Эта процедура проходит незаметно для пользователя и отличается высокой надежностью. Существует, хотя и очень маленькая, вероятность сбоя, который может привести к потере записанных в EEPROM настроек прибора, поэтому рекомендуется сохранить настройки при начале эксплуатации прибора. Это можно сделать нажатием на кнопку



линейки инструментов, появляющейся при открытии либо окна *Калибровки*, либо окна *Контрольных измерений*.

В случае обнаружения ошибки в содержимом EEPROM прибор выдает сообщение об ошибке (см. Часть 6). Восстановить исходное содержимое можно путем записи в EEPROM образа из ранее сохраненного файла. При нажатии на кнопку



появляется окно, позволяющее просмотреть содержимое выбранного файла и произвести запись настроек в прибор.

4.3.5 ПОДМЕНЮ «УСТАНОВКИ»

Выбор COM-порта – выбор коммуникационного порта для связи компьютера с прибором (описано выше, см.п.4.2.4.2).

Внутриприборное сканирование – в обычном режиме обмена между прибором и компьютером (флажок с этой строки снят) при проведении спектральных или кинетических измерений используются команды пошагового управления монохроматорами или параметрами измерительного stroba прибора. А при выборе пункта *Внутриприборное сканирование* (флажок установлен) из компьютера в прибор посылаются не отдельные команды, а сразу всё задание на проведение цикла измерений. Выбор данного пункта позволяет уменьшить время сканирования, однако его применение наиболее эффективно при малых временах усреднения, например по 1 или 5 вспышкам лампы.

Панель управления – показывать или нет панель управления параметрами прибора в нижней части главного окна программы.

Язык – выбор языка пользовательского интерфейса программы. В текущей версии возможен выбор между английским и русским языками. Возможность использования английского языка

активируется только тогда, когда установлен соответствующий модуль программы.

4.3.6 ПОДМЕНЮ «ОКНО»

Появляется после открытия хотя бы одного окна измерения.



Каскад – упорядочивание всех открытых окон "каскадом";

Мозаика – упорядочивание всех открытых окон "горизонтальной мозаикой".

Упорядочить иконки – упорядочивание изображений свернутых окон.

Окно измерения – активизация окна, в котором в данный момент выполняется измерение.

Остальные пункты данного подменю отображают заголовки открытых окон. Выбор одного из этих пунктов приводит к активизации соответствующего окна.

4.3.7 ПОДМЕНЮ «ПОМОЩЬ»

Справка – вызов справочной информации. В настоящее время справочная информация находится на стадии разработки.

О программе – информация о фирме-производителе и версии данной программы.

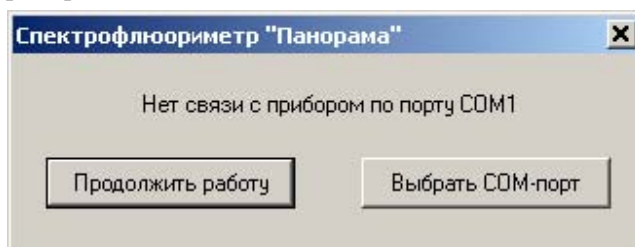
4.4 ОБЩИЕ ПРИНЦИПЫ РАБОТЫ С ПРОГРАММОЙ

4.4.1 ПРОВЕРКА СВЯЗИ СО СПЕКТРОФЛЮОРИМЕТРОМ

Обмен данными между прибором и компьютером осуществляется через один из стандартных последовательных портов.

Помните, что подсоединение кабеля RS-232 к прибору и компьютеру должно проводиться только при выключенном из сети сетевом проводе прибора! Несоблюдение этого требования может привести к выходу из строя СОМ-порта компьютера или прибора.

При отсутствии связи с прибором пользователю выдается сообщение



При нажатии на клавишу *Продолжить работу* программа переходит в автономный режим работы (просмотр и обработка ранее сохраненных результатов измерений). Информация об отсутствии связи появляется в строке состояния. При восстановлении связи сообщение исчезает.

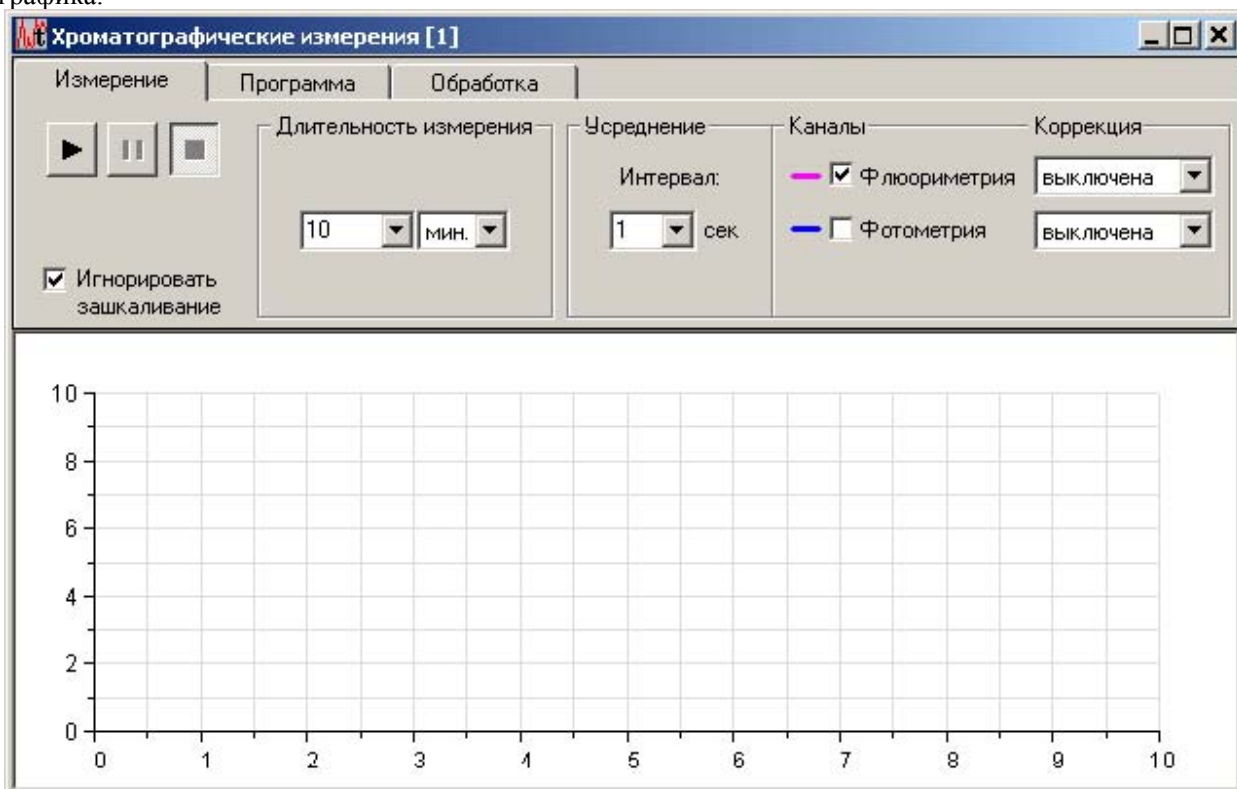
Если связь отсутствует, проверьте:

- подсоединен ли кабель RS-232 к прибору и компьютеру;
- включён ли спектрофлуориметр в сеть;

- правильно ли выбран номер COM-порта.




4.4.2 РАБОТА С ОКНОМ ИЗМЕРЕНИЙ

Управление всеми типами измерений (кроме двумерного сканирования) осуществляется единым образом. Окно измерений состоит из двух логических частей – рабочей панели и области графика.



Рабочая панель содержит три закладки – *Измерение*, *Программа* и *Обработка*. Закладка *Измерение* служит для управления параметрами простых (одноэтапных) измерений, а также позволяет управлять отображением результатов на графике и режимом коррекции измерительных каналов прибора. Закладка *Программа* служит для управления сложными многоэтапными измерениями с перестройкой параметров прибора в процессе выполнения измерения. Закладка *Обработка* предоставляет широкие возможности для выполнения математической обработки измеренных данных.

4.4.3 ЗАКЛАДКА «ИЗМЕРЕНИЕ»

Для всех типов измерений закладка содержит кнопки *Старт* ,  и *Стоп* также элементы управления отображением результатов и коррекцией измерительных каналов прибора. , **используемые для управления ходом измерения, а**

Нажатие кнопки *Старт* начинает измерение с параметрами, указанными на закладке и

текущими параметрами прибора, отображаемыми на панели управления прибором. Пользователь имеет возможность менять некоторые параметры прибора в процессе измерения, используя панель управления в нижней части окна. При этом момент изменения параметра отмечается на графике красной вертикальной пунктирной линией, а в таблице на закладке Программа происходит автоматическое добавление нового этапа. Полученная таблица содержит программу-протокол, по которой в дальнейшем можно будет провести повторные измерения с тем же набором параметров.

Кнопка *Пауза* позволяет приостановить выполнение измерения. Это может быть полезно, например, при необходимости одновременного изменения нескольких параметров прибора с помощью панели управления. Для возобновления измерения следует повторно нажать кнопку *Старт*. Кнопка *Стоп* позволяет остановить измерение, не дожидаясь его окончания. Для управления измерением с клавиатуры компьютера можно воспользоваться служебными клавишами: F5 - *Старт*, F6 - *Пауза*, F7 - *Стоп*.

Область управления измерительными каналами служит для указания того, должны ли выводиться на график результаты измерений по флюориметрическому и фотометрическому каналам. Режим коррекции результатов для каждого канала устанавливается выбором необходимой строки в выпадающем списке. Переключение каналов и выбор коррекции можно производить в любое время работы с данными.

Режимы коррекции: производится на интенсивность света в центре кюветы с исследуемым раствором.

Выкл.	Коррекция не проводится. Величина сигнала выводится на график в процентах от полного размаха шкалы измерительного тракта. Числу 100 (100%) соответствует ситуация «зашкаливание». Мы рекомендуем следить за тем, чтобы при отключенной коррекции величины сигналов по каналу регистрации люминесценции были в пределах от 1 до 90. Сигналы меньше 1%, как правило, сопровождаются повышенными шумами, а для сигналов больше 90% велик риск возникновения зашкаливания и прерывания измерений по ошибке E_04.
По опорному	Измеряемый сигнал корректируется (делится) только на сигнал опорного канала, фактически – на интенсивность падающего на кювету света.
По пропусканию	Измеряемый сигнал корректируется (делится) только на сигнал канала пропускания, фактически – на интенсивность прошедшего через кювету возбуждающего излучения.

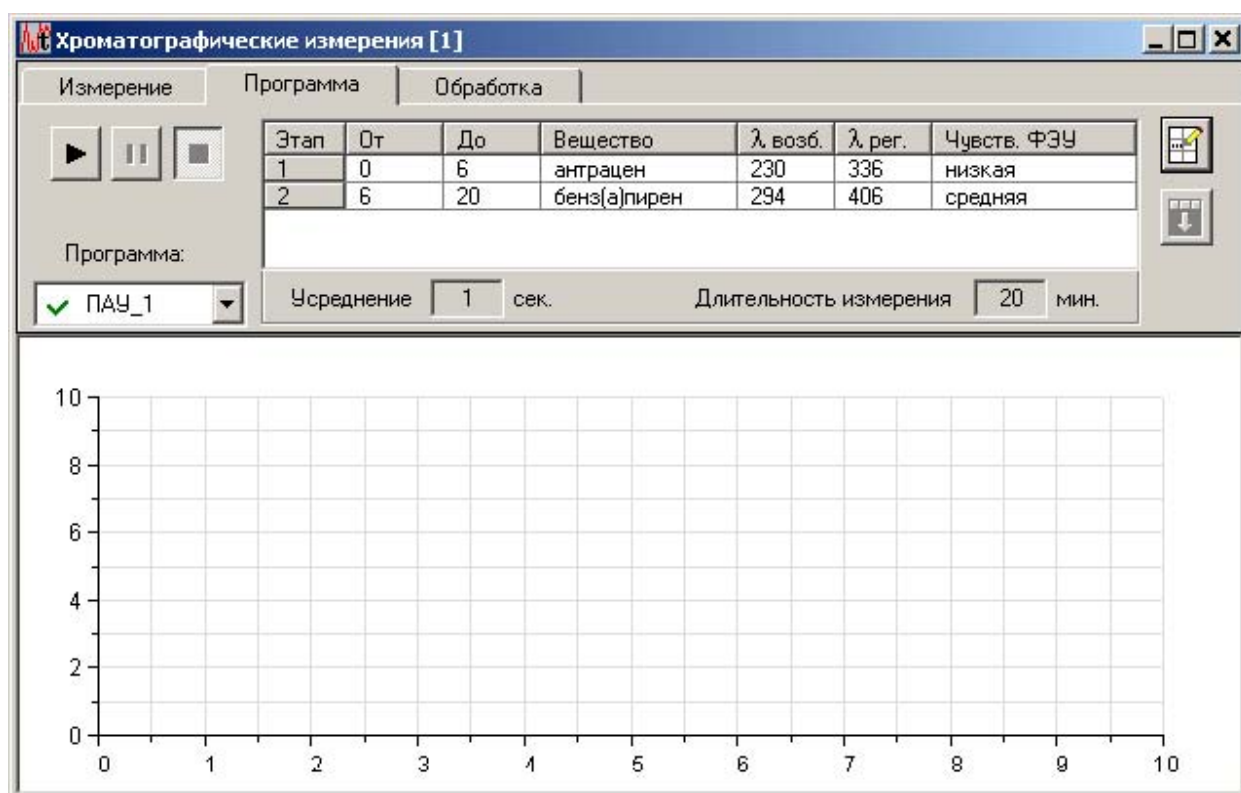
Полная	Сигнал с флюориметрического канала корректируется (делится) на корень квадратный из произведения сигналов по опорному каналу и каналу пропускания. Фактически коррекция
--------	---

PRO


4.4.4 ЗАКЛАДКА «ПРОГРАММА»

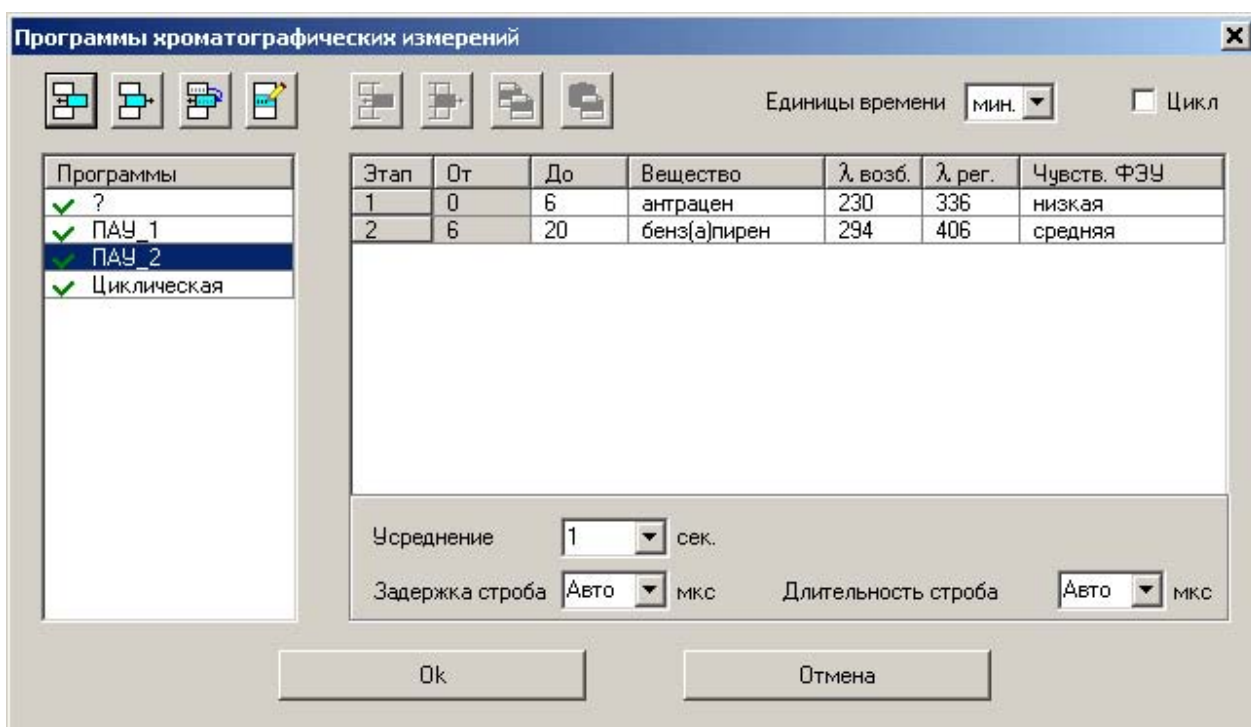
Программы предназначены для автоматического (без вмешательства пользователя) изменения параметров прибора в процессе измерения. Под программой понимается набор из одного или нескольких этапов, каждый из которых содержит полную информацию о параметрах измерения и прибора.

Закладка содержит: кнопки *Старт*, *Пауза* и *Стоп*, аналогичные кнопкам закладки *Измерение*; выпадающий список с названиями программ для заданного типа измерений; таблицу с параметрами выбранной программы. При нажатии кнопки *Старт* начинается измерение по выбранной программе, действие кнопок *Пауза* и *Стоп* описано выше.



Для создания, изменения или удаления программ необходимо

нажатием кнопки  или двойным щелчком левой кнопки мыши по таблице вызвать диалог редактирования программ. Появится следующее окно:



Оно содержит список программ и группу кнопок для работы с ним, редактируемую таблицу параметров программы и соответствующую группу кнопок, а также элементы управления, специфичные для конкретного типа измерений.

Кнопки первой группы дублируются пунктами контекстного меню, вызываемого по нажатию на правую кнопку мыши в поле списка программ, и выполняют следующие функции:



(Добавить программу) позволяет создать новую программу.



(Удалить программу) удаляет выбранную программу.



(Скопировать программу) создает копию выбранной программы.



(Переименовать программу или двойной щелчок по имени) позволяет переименовать программу.

Таблица программы позволяет изменять параметры измерения, соответствующие каждому этапу. Для получения информации о том, какой параметр соответствует каждому столбцу таблицы можно воспользоваться всплывающей подсказкой, поместив указатель мыши на заголовок столбца. Начать редактирование параметра можно, щелкнув левой кнопкой мыши по элементу таблицы. Редактирование осуществляется стандартным образом и завершается нажатием клавиши Enter на клавиатуре компьютера. При этом автоматически начинается редактирование следующего элемента таблицы. При завершении редактирования последнего элемента последней строки при нажатии на Enter автоматически добавляется новая строка. Отменить это действие можно нажатием клавиши Esc. Кроме этого возможны следующие операции над таблицей, осуществляемые либо нажатием

соответствующей кнопки, либо из контекстного меню таблицы:



(*Добавить этап*) – добавление нового этапа перед выделенным этапом.



(*Удалить этап*) – удаление выделенного этапа.



(*Скопировать в буфер*) – запомнить содержимое этапа в специальном буфере.



(*Вставить из буфера*) – добавить новый этап, заполнив элементы таблицы ранее запомненными значениями. Последние две операции могут быть использованы для переноса параметров из одной программы в другую.

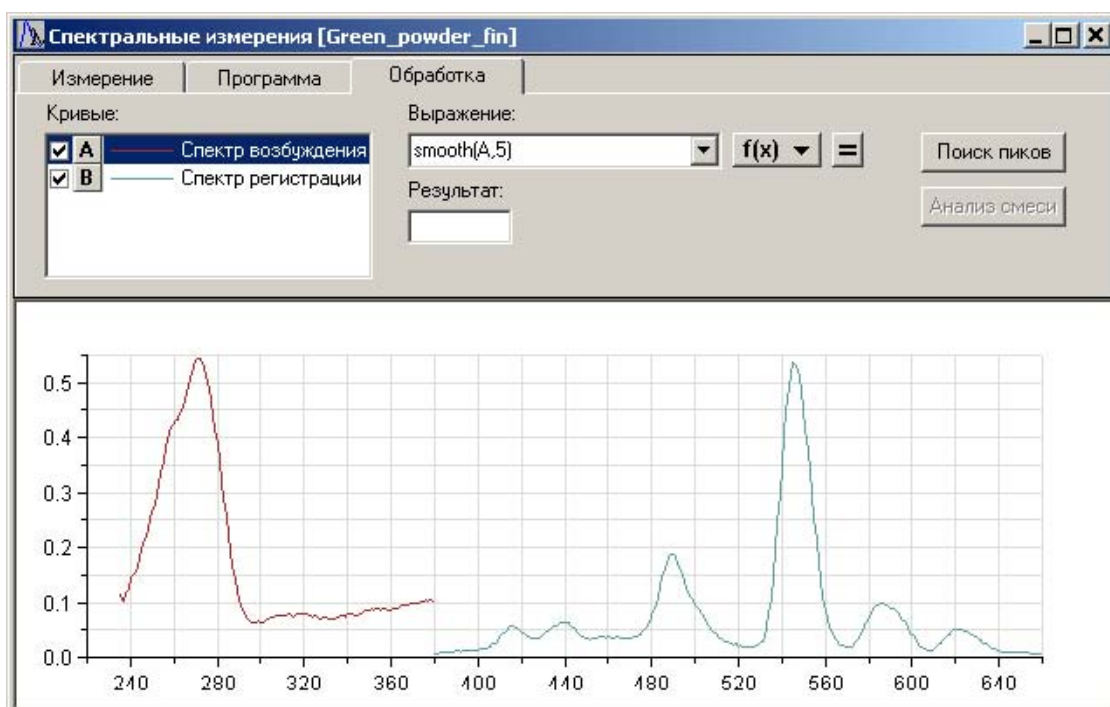
При старте обычного измерения (выполняемого из закладки *Измерение*) на закладке *Программа* автоматически появляется программа-протокол, которой присваивается специальное имя «?», и в которой запоминаются все параметры измерения и прибора. Программа-протокол сохраняется вместе с результатами измерения, что дает возможность в дальнейшем повторить измерение с тем же самым набором параметров.

Примеры работы с программами выполнения измерений можно найти ниже при описании окна Хроматографических измерений.

PRO

4.4.5 ЗАКЛАДКА «ОБРАБОТКА»

Закладка содержит: список кривых (список обработки); поле ввода математического выражения; поле вывода результата; вспомогательные кнопки и кнопки операций, специфичных для конкретного типа измерений. На рисунке приведен пример окна обработки с помещенными в него реальными спектрами объекта (порошок зеленого люминофора).



Каждая кривая в списке имеет:

- флажок, позволяющий не отображать ее на графике;
- буквенное обозначение, используемое при работе с выражениями;
- заголовок;
- графическое представление кривой. Для изменения заголовка, а также цвета, толщины и стиля кривой следует дважды щелкнуть левой клавишей мыши по элементу списка или непосредственно по кривой на графике.

Существует два способа добавления кривых в список обработки. Первый -кнопкой



на линейке инструментов главного окна и второй -через пункт *Обработка->Добавить* контекстного меню графика. Второй способ позволяет переносить данные из одного окна измерения в другое и состоит в последовательном применении операций:



(*Обработка->Копировать*) в одном окне и



(*Обработка->Вставить*) в другом окне. Для выполнения этих операций системный буфер обмена Windows не используется. Это значит, что описанной процедурой можно переносить графики только в рамках данного программного обеспечения.

Удаление кривой производится кнопкой



(*Обработка->Удалить*).

Операция удаления является необратимой, т.е. отсутствует возможность восстановить ошибочно удаленную кривую. Поэтому при удалении кривых следует быть особо внимательным. Рекомендуется регулярно сохранять обрабатываемые данные в файле, что существенно понижает вероятность потери данных.

4.4.5.1 Работа с калькулятором

Математическая обработка результатов измерений осуществляется с помощью встроенного калькулятора, позволяющего работать со стандартными арифметическими выражениями, операндами которых могут быть как числа, так и кривые. Например, для усреднения результатов трех измерений можно использовать выражение $(A+B+C)/3$, где A, B и C -буквенные обозначения трех кривых. Для выполнения вычисления необходимо либо нажать

клавишу Enter в поле выражения, либо нажать кнопку



. Результат вычисления будет добавлен в конец списка обработки и в дальнейшем сам может служить операндом выражения, а в поле *Результат* появится буква, присвоенная вычисленной кривой. В случае необходимости, в выражении можно явным образом указать букву результата, например, $F=(A+B+C)/3$.

Кроме стандартных арифметических действий калькулятор позволяет работать и с функциями. Меню со списком поддерживаемых функций можно получить, нажав кнопку



. При перемещении по меню в строке состояний появляется краткое описание функции. При выборе пункта меню соответствующая функция подставляется в выражение, при этом в качестве аргумента подставляется либо выделенная часть выражения, либо буква выбранной в списке кривой, например, $D=\log(B)$. Поддерживаются следующие функции:

- . • $\text{abs}(x)$ -вычисление абсолютного значения;
- . • $\text{exp}(x)$ – вычисление экспоненты;
- . • $\ln(x)$ – вычисление натурального логарифма;
- . • $\log(x)$ – вычисление десятичного логарифма;
- . • $x(f)$ – получение x-координат точек кривой. Может использоваться для построения графиков функций, заданных аналитически, например, вычисление выражения $\text{exp}(-(x(A)-273)^2)$ позволяет получить гауссову кривую;
- . • $\text{shift}(f, a)$ – сдвиг кривой на заданное число единиц по оси X;
- . • $\text{scale}(f, a)$ – масштабирование (растяжение или сжатие) кривой по оси X с заданным коэффициентом;
- . • $\text{fit}(f, n)$ – аппроксимация кривой полиномом степени n;
- . • $\text{deriv}(f, n)$ – вычисление производной порядка n;
- . • $\text{average}(f, n)$ – усреднение по n точкам. Может использоваться для изменения параметра усреднения результатов хроматографических измерений на этапе обработки;
- . • $\text{smooth1}(f, n)$ – линейное сглаживание кривой по n точкам ($n \geq 3$);
- . • $\text{smooth3}(f, n)$ – кубическое сглаживание кривой по n точкам ($n \geq 5$);
- . • $\text{smooth5}(f, n)$ – сглаживание полиномом пятой степени по n точкам ($n \geq 7$);
- . • $\text{smooth}(f, n)$ – двойное кубическое сглаживание кривой по n точкам (эквивалентно $\text{smooth3}(\text{smooth3}(f, n), n)$);
- . • $\text{smooth}(f)$ – двойное кубическое сглаживание кривой. Число точек определяется типом измерения, в настоящий момент всегда равно 5;
- . • $\text{integral}(f)$ – вычисление интеграла от кривой;
- . • $\text{integral}(f, a, b)$ – вычисление интеграла от кривой на заданном промежутке;
- . • $\text{mean}(f)$ – вычисление среднего значения кривой;
- . • $\text{mean}(f, a, b)$ – вычисление среднего значения кривой на заданном промежутке;
- . • $\text{part}(f, a, b)$ – получение отрезка кривой на заданном промежутке; • $\text{density}(f, s)$ – вычисление оптической плотности раствора, где s – кривая для спектра растворителя. Результатом вычисления функций integral и mean является число, которое появляется в поле *Результат*.

В приведенном списке функций использованы следующие обозначения для типа аргумента:


- x – аргумент может быть как числом, так и буквой кривой;
- f – аргумент должен быть буквой кривой;
- a, b – аргумент должен быть вещественным числом;
- n – аргумент должен быть положительным целым числом.

Для хранения чисел можно воспользоваться переменными, имена которых должны содержать не менее двух символов и начинаться с буквы. Например: $ma=mean(A)$; $mb=mean(B)$; ma/mb . Коэффициенты полиномов, получаемых при подгонке с помощью функции $fit(f, n)$ запоминаются в переменных с именами $c0, c1, c2, \dots, c_n$ и могут быть использованы для дальнейших вычислений

4.4.5.2 Групповая обработка

При необходимости произвести однотипные вычисления над группой кривых можно воспользоваться следующим приемом:

- Выделить в списке группу кривых, пользуясь стандартными приемами, например щелчком левой кнопки мыши при нажатых клавишах Ctrl или Shift;
- Записать необходимое выражение, подставляя вместо буквы кривой специальный символ «\$»;

- Вычислить выражение, нажав клавишу Enter или кнопку .

При этом для каждой кривой из выделенной группы имя подставляется в выражении вместо символа «\$» и производится вычисление.

4.4.6 РАБОТА С ГРАФИКОМ

Увеличение области графика осуществляется путем выделения интересующей области с помощью мыши (нажать левую кнопку, переместить указатель, отпустить кнопку). При этом появляются линейки прокрутки, позволяющие просматривать в увеличенном виде весь график. Направление прокрутки с помощью колеса мыши зависит от положения указателя: если он находится между горизонтальными осями, то прокрутка осуществляется вдоль оси X , в противном случае – вдоль оси Y .

Остальные операции с графиком выполняются через контекстное меню графика (вызывается нажатием правой кнопки мыши) или соответствующими кнопками на линейке инструментов главного окна.

Копировать->Таблицу – скопировать данные в буфер обмена Windows в текстовом формате. Скопированные данные могут быть вставлены в электронные таблицы MS Excel или текстовые документы.

Копировать->График – скопировать данные в буфер обмена Windows в графическом формате. Скопированные данные могут быть вставлены в документы текстовых процессоров типа MS Word или использованы в программах обработки изображений.



Восстановить – вернуться из режима показа выделенной области графика к показу всего графика.



Предыдущая область – отменить последнее выделение области.



Выделять область – разрешить или запретить возможность выделения прямоугольной области для детального просмотра. Запрет выделения может быть удобен при активной работе с маркером (см. ниже).



Лог. Масштаб по Y – включить или выключить режим использования логарифмического масштаба по оси Y.



Показывать Y=0 – переключить режим автомасштабирования по оси

Y. Возможны два варианта: в первом нижняя граница по оси Y

определяется минимальным значением измеренной величины, во втором – всегда равна нулю. Верхняя граница показываемого графика всегда определяется максимальным значением измеренной величины.



☐ *Показывать точки* – включает/выключает режим отображения на графике измеренных точек.



☐ *Показывать сетку* – включает/выключает режим отображения координатной сетки.



☐ *Показывать маркер* – включает/выключает режим отображения маркера. При включении маркера на графике появляется синяя вертикальная черта и возникает окно, в котором отображаются координаты точек пересечения маркера со всеми кривыми графика. Пользователь может с помощью мыши перемещать маркер, при этом при отпускании кнопки мыши маркер устанавливается на ближайшую измеренную точку. Также, с помощью мыши, можно перемещать по графику окно с координатами (легенду).

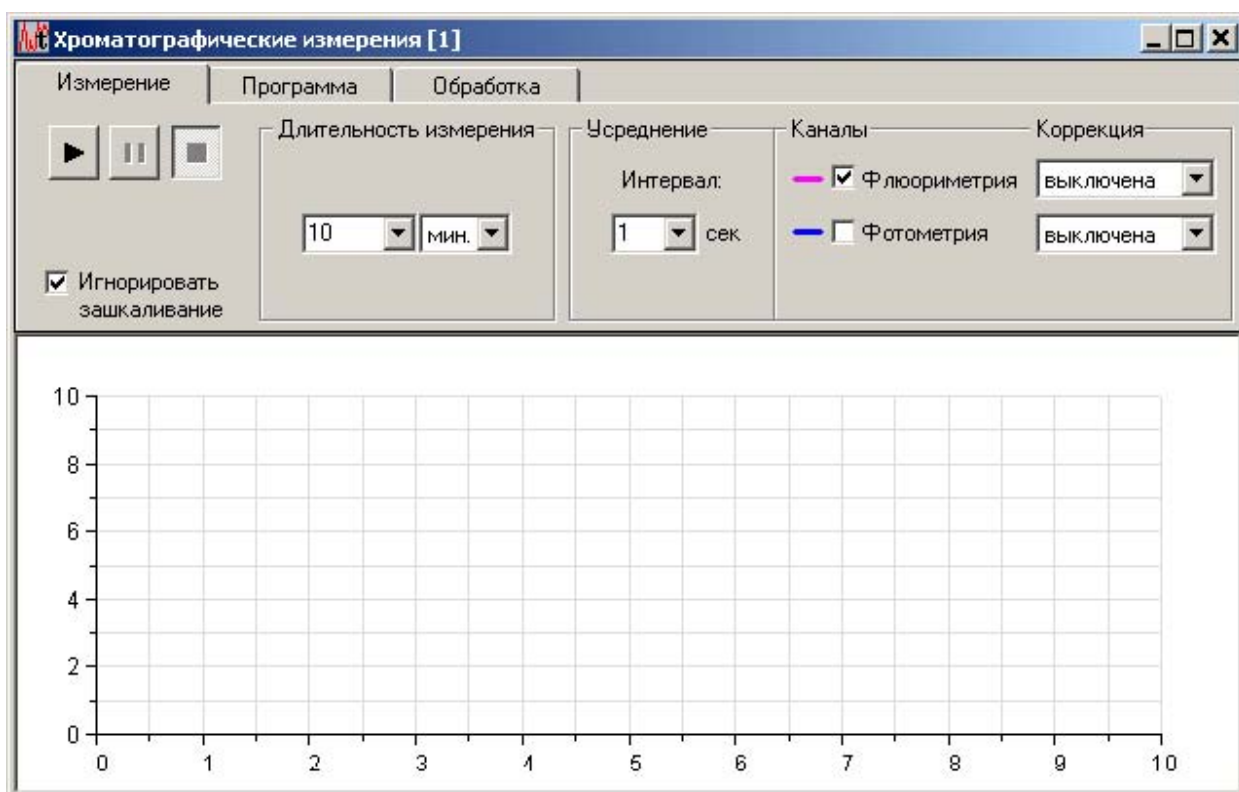
Обработка – вызывает меню для работы со списком обработки, описанное в п. 4.5.

4.5 ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

4.5.1 ПРОВЕДЕНИЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Для проведения измерений зависимости интенсивности сигнала от времени (например,

хроматографических) необходимо выбрать пункт  *Хроматографические* в меню *Измерения* или нажать на кнопку линейки инструментов, что приведет к появлению следующего окна:



4.5.1.1 Простые измерения



На закладке *Измерение* рабочей панели можно выбрать следующие параметры.

- Длительность хроматографических измерений в минутах или секундах задается в поле *Длительность измерения*. Выбранные единицы времени определяют разметку оси X графика и являются общими для всех закладок.
- Параметр усреднения для данного измерения задает интервал времени, в течении которого осуществляется усреднение величины измеряемого сигнала. На график выводится одна точка на каждый интервал. Таким образом, этот параметр определяет шаг между точками по оси X. В некоторых случаях измеряемый сигнал может превышать максимально допустимую величину (обычно на т.н. неразрешенных системных пиках хроматограммы). В стандартном режиме работы это приводит к возникновению ошибки E_04 (зашкаливание в канале люминесценции) и остановке измерения. Если в поле *Игнорировать зашкаливание* установлен флажок, то при возникновении ошибки измерение продолжается с пониженной частотой вспышек лампы (1 раз в секунду вместо 25) до тех пор, пока величина сигнала не уменьшится до допустимой.

Параметры прибора, при которых необходимо проводить измерение (чувствительность ФЭУ, длины волн возбуждения и регистрации, задержка и длительность строба) следует установить с помощью панели управления прибором. Чувствительность ФЭУ и длины волн можно, при необходимости, изменять в процессе измерения.

Запуск измерения производится нажатием кнопки *Старт*. Результат можно либо сохранить в


v/c


файле нажатием кнопки   или выбором пункта меню *Файл Сохранить как*, либо добавить в список обработки нажатием кнопки


PRO

4.5.1.2 Измерения по Программе

При хроматографических измерениях часто возникает необходимость изменять параметры прибора (как правило, это длины волн возбуждения и регистрации, а также чувствительность ФЭУ) для детектирования ожидаемого вещества (пик хроматограммы) в оптимальных спектральных условиях. В этом случае целесообразно воспользоваться возможностью измерений по программе.

Для создания или редактирования программы измерений необходимо дважды щелкнуть левой клавишей мыши на таблице программы или нажать на кнопку . В появившемся окне необходимо:

- Нажатием кнопки  создать новую программу или выбрать из списка программу для редактирования;
- Выбрать единицы времени (минуты или секунды), в выпадающем списке *Единицы времени*;
- заполнить последовательно поля длин волн *Возбуждения* и *Регистрации*, а также *Чувствительность ФЭУ* для всех этапов в соответствующих полях таблицы;
- записать в таблицу моменты времени перестройки монохроматоров в поля столбца *До* в выбранных единицах;
- Установить параметр *Усреднение* (он одинаков для всех этапов программы);
- Также для всех этапов программы можно установить значения задержки и длительности строба. Если в поле параметра строба стоит значение *Авто*, то измерение будет проводиться со стандартным значением, записанным в энергонезависимой памяти прибора.

В программе хроматографических измерений для всех этапов, кроме последнего, можно не указывать время окончания. Если для этапа не указано время в столбце *До*, то переключение на следующий этап осуществляется вручную путем нажатия на рабочей панели кнопки при этом время переключения запоминается в программе. Таким образом, точки переключения этапов можно задавать в процессе измерения. ,

Для начала измерения по программе необходимо, выбрав требуемую программу из выпадающего списка, нажать на кнопку *Старт* на закладке *Программа*.

PRO

4.5.1.3 Циклические измерения по Программе

При исследовании зависимости интенсивности люминесценции от времени для достаточно длительных процессов (например, в биологических объектах), может возникнуть необходимость

производить измерение параллельно на нескольких парах длин волн возбуждения и регистрации. Такие измерения можно проводить по циклической программе в окне хроматографических измерений.

Циклическая программа создается обычным образом, но в поле *Цикл* следует поставить флажок. В этом случае под таблицей программы появляется новое поле *Длительность измерения* и изменяется способ задания усреднения. В отличие от обычной, в циклической программе время окончания последнего этапа задает длительность одного цикла измерений. По окончании последнего этапа начинается повторное измерение по программе, начиная с первого этапа. Число повторений цикла определяется общей длительностью измерения, которую и следует указать в соответствующем поле.

Этап	От	До	Вещество	λ. возб.	λ. рег.	Чувств. ФЭУ
1	0	5	Первое	300	330	низкая
2	5	10	Второе	250	270	низкая
3	10	15				лампа выкл.

В приведенном примере длительность каждого цикла равна 15 секундам и за время измерения (120 сек.) цикл будет повторен 8 раз. Таким образом, обычная программа, эквивалентная приведенной циклической программе, содержала бы 24 этапа.

Для циклических программ, в отличие от обычных, необходимо вводить время окончания всех этапов.

При проведении измерений очень большой длительности (несколько часов) в программе можно использовать этапы-паузы. Для этого в столбце *Чувствительность ФЭУ* следует установить значение *лампа выключена*, а значения длин волн можно не задавать.

Поскольку изменение длин волн и чувствительность ФЭУ в начале каждого этапа требует некоторого времени (как правило, 1-2 секунды), то эффективное время, в течение которого происходит регистрация измеряемого сигнала, оказывается меньше длительности этапа.

При отсутствии флажка в поле *Усреднение* на график выводятся все точки, полученные после изменения параметров прибора (частота – 25 измерений в секунду). Флажок указывает, что на

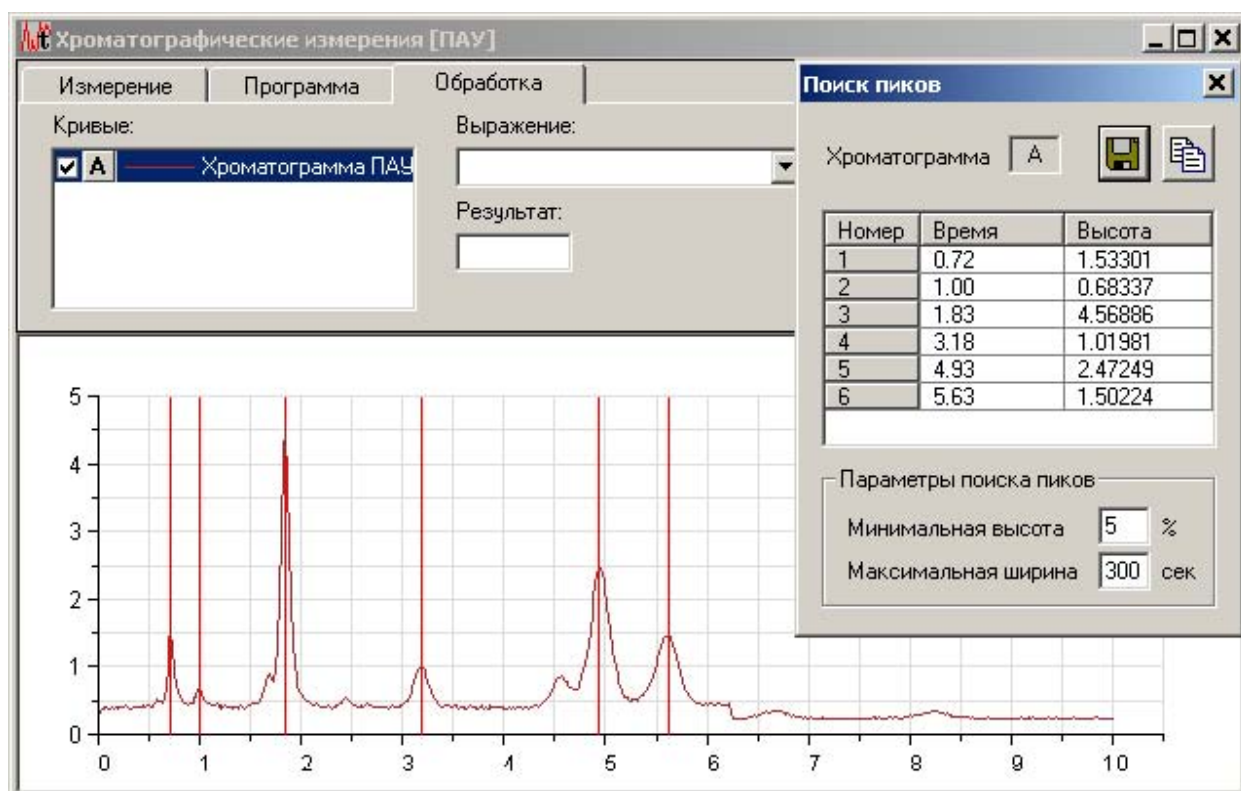
график должна выводиться одна точка на каждый этап, соответствующая среднему значению сигнала.

Для получения зависимости сигнала от времени для каждой пары длин волн, следует добавить результаты измерения в список обработки (см. п.4.4.5), в котором появятся несколько кривых, каждая из которых соответствует своему этапу измерения. Номер этапа помещается в заголовке кривой.


PRO


4.5.1.4 Обработка результатов хроматографических измерений

В дополнение к стандартным возможностям на панели обработки окна хроматографических измерений имеется кнопка *Поиск пиков*, нажатие на которую приводит к появлению следующего окна:



В таблице появляются положение и высота пиков для выбранной кривой списка обработки, при этом сами пики отмечаются на графике вертикальными красными линиями. При выборе в списке обработки другой кривой новый поиск пиков и обновление содержимого таблицы происходят автоматически. Под таблицей находятся поля для ввода параметров поиска – минимальной высоты пика (в процентах от высоты максимального пика) и максимальной ширины (в секундах). При изменении этих параметров результат поиска также обновляется автоматически.

Кнопкой  содержимое таблицы можно сохранить в файле формата RTF, имя которого


запрашивается только один раз (при 

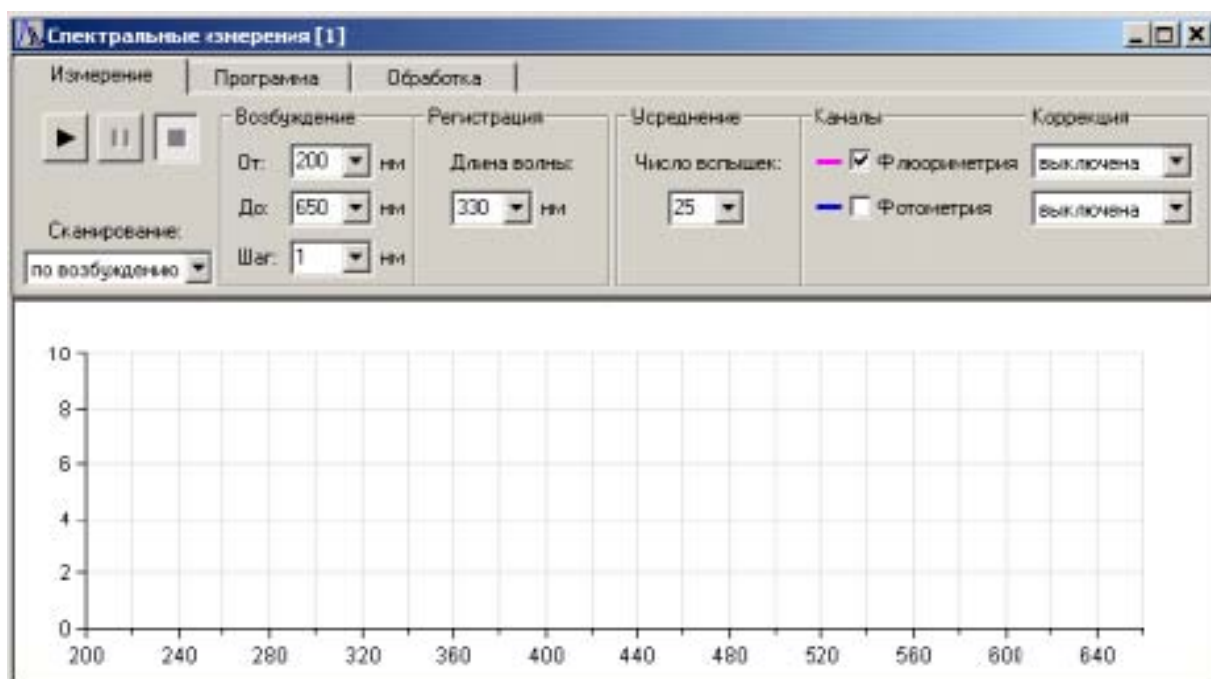
повторении команды запись осуществляется в тот же файл). Кнопка позволяет скопировать таблицу в буфер обмена Windows.

||

Файлы, записанные в формате RTF, могут быть открыты для просмотра и редактирования стандартными текстовыми процессорами, например, MS Word.

4.5.2 Проведение спектральных измерений

Для проведения спектральных измерений необходимо выбрать пункт *Спектральные* в меню *Измерения* или нажать на кнопку линейки инструментов, что приводит к появлению окна спектральных измерений: 



4.5.2.1 Простые измерения

На закладке *Измерение* рабочей панели можно выбрать:

- Тип сканирования;
- Параметры сканирования в соответствии с выбранным типом;
- Параметр усреднения;
- Количество отображаемых графиков;
- Режимы математической коррекции.

Возможны следующие типы сканирования: *по возбуждению*, *по регистрации*, *синхронное* и с

переменным углом.

- . • При сканировании по возбуждению необходимо для монохроматора возбуждения задать спектральный диапазон (поля *От* и *До*) и *Шаг*, а для монохроматора регистрации - постоянную длину волны.
- . • При сканировании по регистрации необходимо для монохроматора возбуждения задать постоянную длину волны, а для монохроматора регистрации - спектральный диапазон (поля *От* и *До*) и *Шаг*.
- . • При синхронном сканировании одновременно изменяется и длина волны возбуждения, и длина волны регистрации. При этом поддерживается постоянное смещение монохроматора регистрации относительно настройки монохроматора возбуждения. Величина этого смещения может задаваться либо в нанометрах, либо в обратных сантиметрах. Параметрами сканирования являются спектральный диапазон (поля *От* и *До*) и *Шаг* для монохроматора возбуждения, а также величина и единицы *Смещения* для монохроматора регистрации.
- . • При сканировании с *Переменным углом* также одновременно изменяется и длина волны возбуждения, и длина волны регистрации. Отличие состоит в том, что шаг перестройки монохроматора регистрации может быть не равным шагу перестройки монохроматора возбуждения. Параметрами являются спектральный диапазон (поля *От* и *До*) и *Шаг* для монохроматора возбуждения и спектральный диапазон (поля *От* и *До*) для монохроматора регистрации. Шаг монохроматора регистрации вычисляется путем деления диапазона сканирования на количество шагов монохроматора возбуждения.

Параметр усреднения задает количество элементарных измерений (вспышек лампы), результат которых будет усредняться для вывода одной точки графика. Полное время сканирования растёт с увеличением параметра усреднения.

PRO

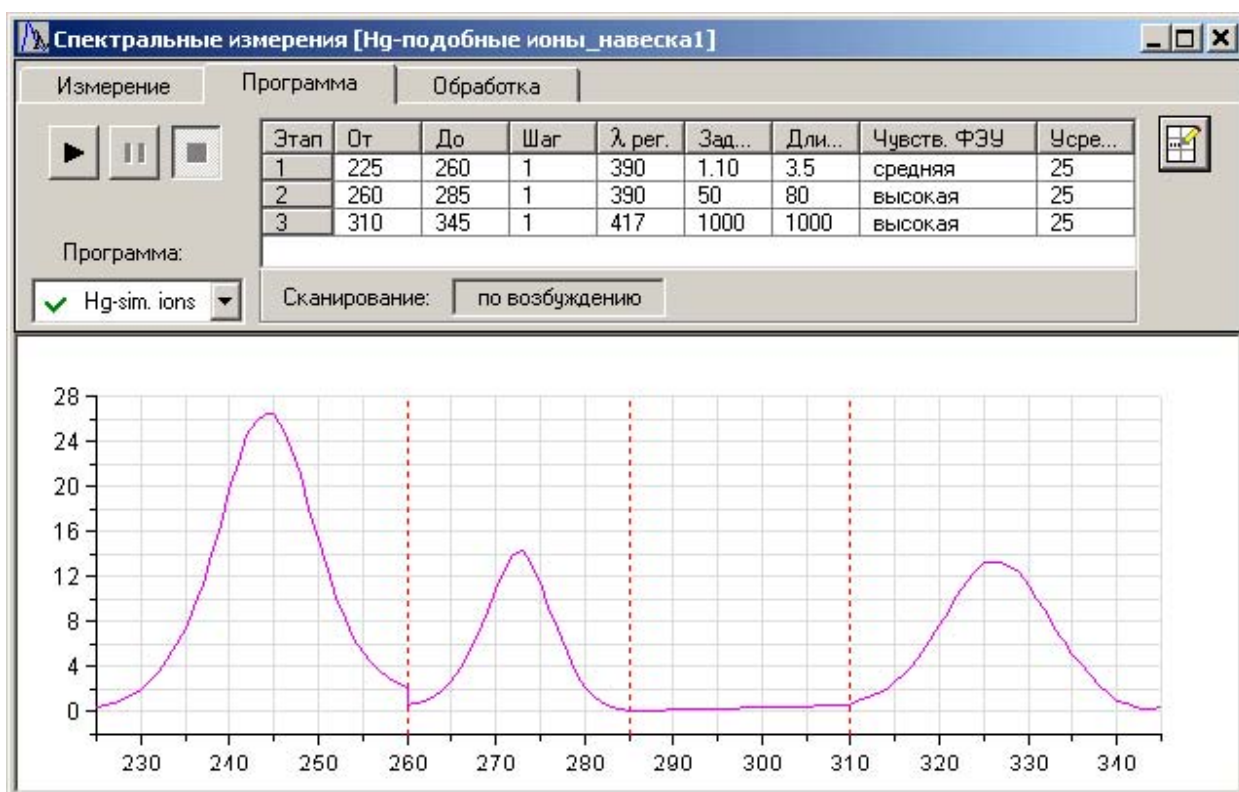
4.5.2.2 Измерения по Программе

Программа спектральных измерений позволяет в процессе сканирования изменять параметры измерения. Кроме того, имеется возможность уменьшить время измерения, указав в этапах программы только информативные участки в спектральном диапазоне.

Создание и редактирование программ спектральных измерений осуществляется на закладке *Программа*.

Во время создания программы необходимо выбрать один из перечисленных выше типов сканирования. Затем, для каждого этапа программы, в соответствии с типом сканирования, задаются параметры изменения длин волн возбуждения и регистрации, а также задержка и длительность строба, чувствительность ФЭУ и число вспышек для усреднения.

На рисунке приведена программа, позволяющая провести измерения люминесценции замороженных до температуры жидкого азота Hg-подобных ионов Tl, Pb и Bi, для каждого из которых подобраны свои параметры строба.



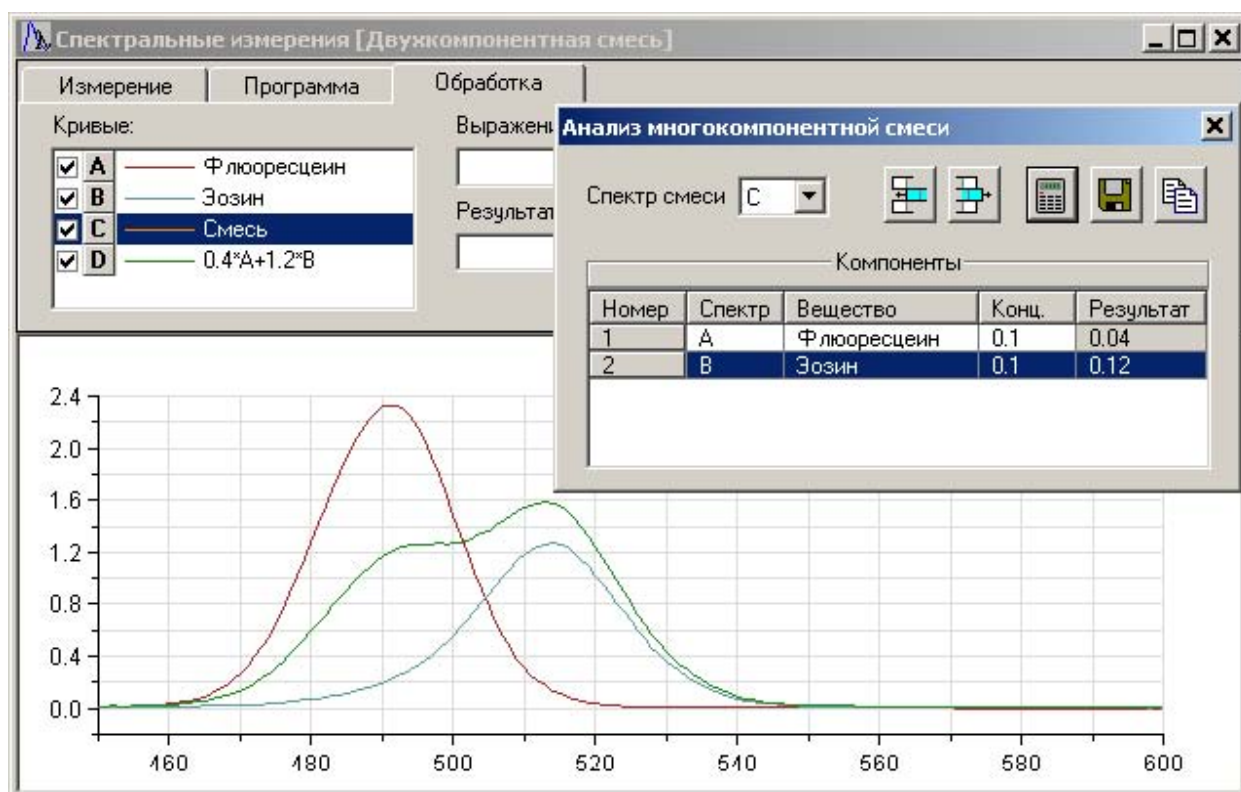
Интервал между 285 и 310 нм не содержит пиков и поэтому исключен из общего диапазона сканирования.

PRO

4.5.2.3 Обработка результатов спектральных измерений

На панели обработки окна спектральных измерений имеется возможность *Поиска пиков* аналогичная той, которая описана для окна хроматографических измерений. Главным отличием является возможность поиска не только максимумов, но и минимумов, что может быть полезно при анализе результатов фотометрических измерений.

Дополнительно имеется кнопка *Анализ смеси* при нажатии на которую возникает следующее окно:



Рассмотрим работу с этим окном на примере анализа состава двухкомпонентной смеси флюоресцеина и эозина. Необходимо, чтобы в списке обработки находились три спектра, снятых в абсолютно одинаковых условиях (например, методом синхронного сканирования по обеим длинам волн с заранее подобранным оптимальным смещением):

- спектр флюоресцеина, снятый для раствора известной концентрации (кривая A);
- спектр эозина, снятый для раствора известной концентрации (кривая B);
- спектр исследуемой смеси этих двух веществ, смешанных в неизвестной пропорции (кривая C).

В поле *Спектр смеси* следует выбрать кривую C, в столбце *Спектр* таблицы – кривые A и B для первого и второго компонентов, в столбце *Конц.* – ввести концентрации. После нажатия на кнопку (*Произвести вычисления*) в столбце *Результат* появятся рассчитанные концентрации компонентов в смеси, а в список обработки будет добавлен рассчитанный исходя из этих концентраций спектр смеси.



Так же как и при поиске пиков, результат можно либо сохранить в файле формата RTF (кнопка) Windows (кнопка)

) , либо скопировать в буфер обмена Windows (кнопка)

Анализ смеси трех и более компонентов производится таким же образом, но необходимо

предварительно

кнопка

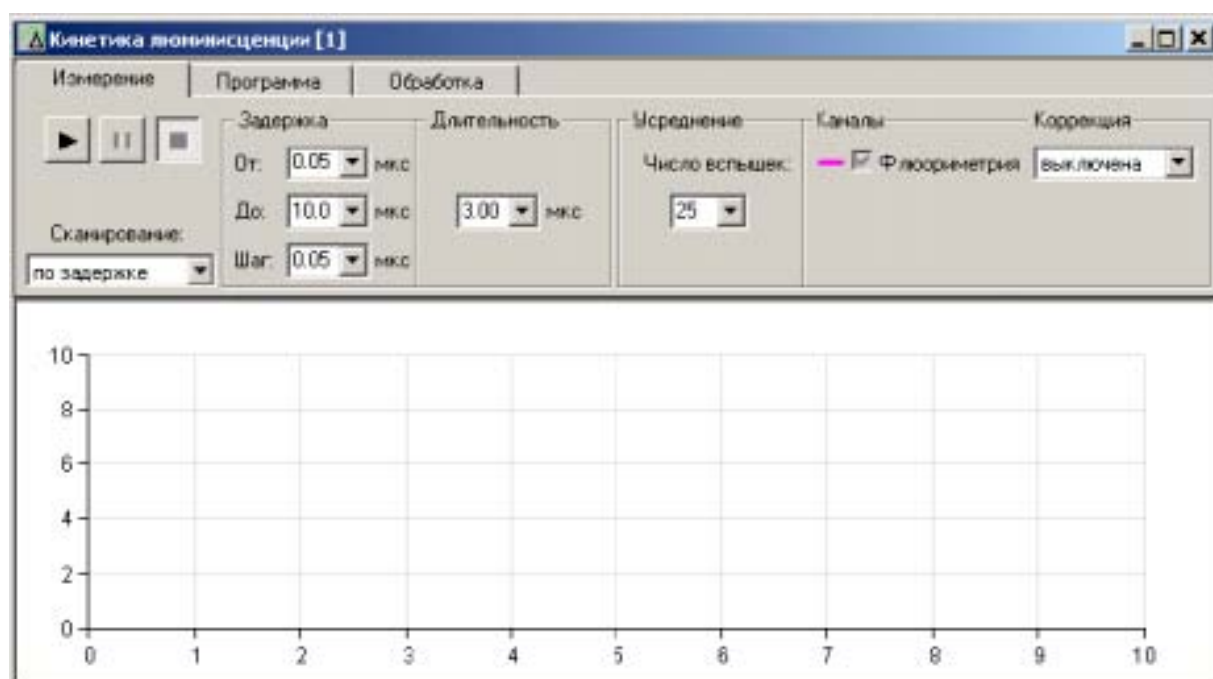
 (Добавить компонент) и  (Удалить компонент) задать требуемое количество компонентов.

PRO

4.5.3 Исследование кинетики люминесценции

На спектрофлуориметре «Панорама» предусмотрена возможность проведения измерений интенсивности сигнала люминесценции от времени в микросекундном диапазоне -кинетики люминесценции. Для этого необходимо выбрать пункт *Кинетика люминесценции* в меню *Измерения* или нажать на кнопку

 линейки инструментов, что приводит к появлению окна кинетических измерений:



4.5.3.1 Простые измерения.

На закладке *Измерение* рабочей панели можно выбрать:

- Тип сканирования;
- Параметры сканирования в соответствии с выбранным типом;
- Параметр усреднения;
- Режим математической коррекции.

Возможно проведение сканирования *по задержке* и *по длительности* измерительного строба. В первом случае измеряется непосредственно зависимость интенсивности от времени, во втором – интеграл от нее.

При сканировании *по задержке* необходимо задать диапазон (поля *От* и *До*) и *Шаг*

изменения задержки, а также постоянную величину длительности.

При сканировании по длительности необходимо задать постоянную величину задержки и диапазон (поля *От* и *До*) и *Шаг* изменения длительности.

Параметр усреднения имеет тот же смысл, что и для спектральных измерений.

4.5.3.2 Измерения по Программе.

Программа кинетических измерений позволяет в процессе сканирования по параметрам строга изменять следующие параметры измерения:

- . • Длину волны возбуждения;
- . • Длину волны регистрации;
- . • Чувствительность ФЭУ;
- . • Параметр усреднения.

Создание и редактирование программы, а также выполнение измерений осуществляются стандартным образом и описаны в разделах 4.4.4 и 4.5.2.2.


4.5.3.3 Обработка результатов кинетических измерений.

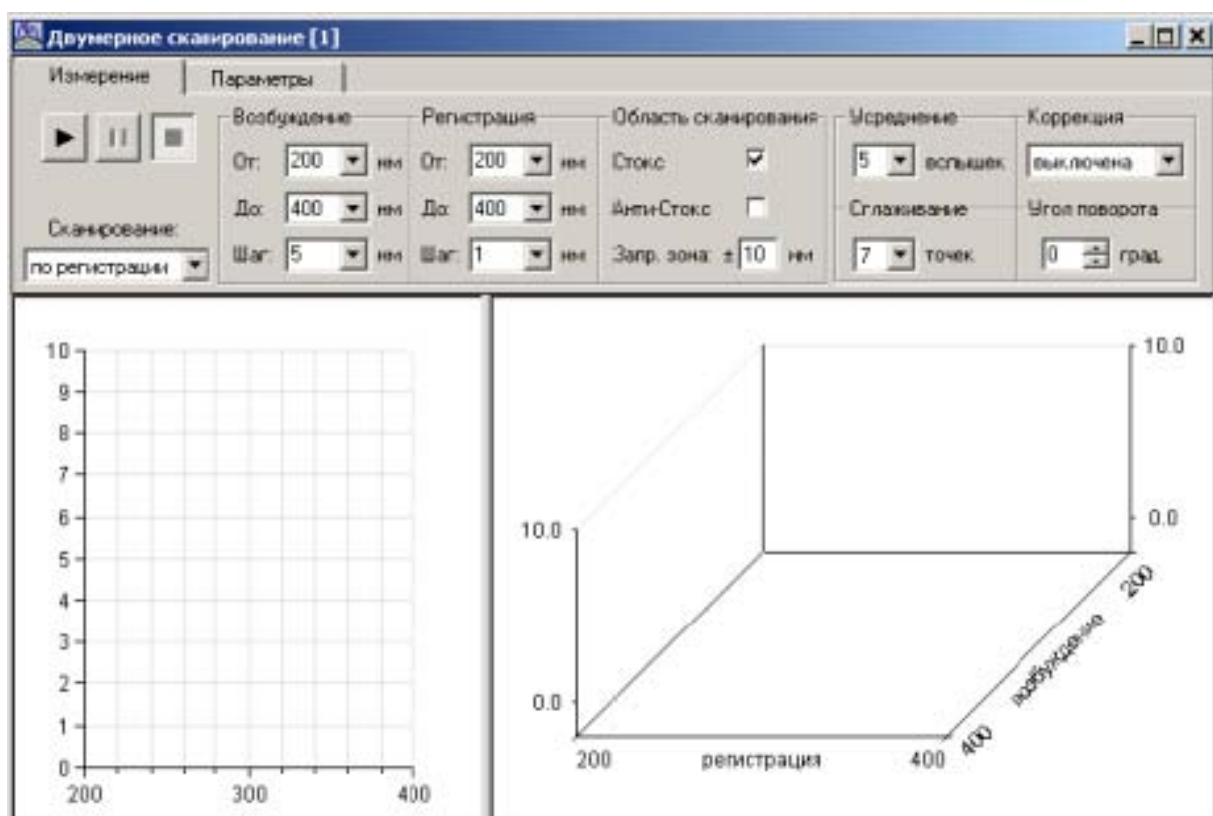
Для обработки результатов измерения кинетики люминесценции доступны только стандартные возможности, описанные в п. 4.4.5

PRO

4.5.4 Проведение двумерного сканирования

Двумерное сканирование позволяет получить полную информацию о люминесценции изучаемого вещества. Длины волн монохроматоров возбуждения и регистрации изменяются независимо друг от друга с заданным шагом, образуя сетку точек на плоскости. Интенсивность люминесценции измеряется в каждой точке сетки и представляется в виде поверхности в трехмерном пространстве.

Для проведения измерений необходимо выбрать пункт *Двумерное сканирование* в меню *Измерения* или нажать на кнопку  линейки инструментов, что приводит к появлению окна следующего вида:



Главным отличием этого окна от окон других измерений является наличие двух областей отображения графической информации. В левой части находится обычный двумерный график, на котором отображается результат одного прохода сканирования «быстрого» монохроматора. В правой части отображается полный результат в виде проекции трехмерной поверхности. Границу, разделяющую графики можно перемещать, используя буксировку мышью.

4.5.4.1 Проведение измерений

На закладке *Измерение* рабочей панели можно выбрать:

- Тип сканирования;
- Параметры области сканирования;
- Параметр усреднения;
- Параметр сглаживания;
- Режим математической коррекции;
- Угол поворота трехмерного графика относительно вертикальной оси.

Тип сканирования определяет, какой из монохроматоров является «быстрым», т.е. осуществляет сканирование в заданном диапазоне при фиксированном положении другого («медленного») монохроматора.

Область сканирования задается путем задания интервалов сканирования (поля *От*, *До* и *Шаг*) для каждого из монохроматоров. Для медленного монохроматора значение поля *От* может быть больше значения поля *До*, что приводит к сканированию от больших длин волн к меньшим, полезному при исследовании веществ, нестойких к воздействию жесткого ультрафиолетового

излучения. Из области сканирования можно исключить стоксову область ($I_{\text{регистрации}} > I_{\text{возбуждения}}$, флажок *Стокс*), антистоксову область ($I_{\text{регистрации}} < I_{\text{возбуждения}}$, флажок *Анти-Стокс*) и запретную зону – область, для которой $|I_{\text{регистрации}} - I_{\text{возбуждения}}| < \Delta_{\text{запр.}}$

В запретной зоне пересекаются крылья спектрального пропускания монохроматоров возбуждения и регистрации, что для мутных или рассеивающих растворов приводит к большим ложным сигналам и может вызвать зашкаливание в канале люминесценции (ошибка E_04).

Параметр усреднения и режим коррекции имеют тот же смысл, что и для спектральных измерений и описаны в пп. 4.4.3, 4.5.2.1. Сглаживание позволяет уменьшить уровень шума сигнала без увеличения параметра усреднения и, таким образом, позволяет существенно уменьшить время измерения. Параметр сглаживания задает ширину окна двойного кубического сглаживания, нулевое значение соответствует отсутствию сглаживания. Изменять параметр сглаживания можно в любой момент до начала, в процессе или после завершения измерения.

Угол поворота определяет способ построения проекции трехмерной поверхности на плоскость экрана. Для изменения угла (вращения графика) можно воспользоваться одним из следующих способов:

- Редактировать текст в поле *Угол поворота*;
- При активном трехмерном графике вращать колесико мыши;
- Навести указатель мыши на один из углов основания графика. Форма курсора изменится на круговую стрелку. Нажать левую кнопку мыши и, не отпуская ее перемещать мышь.

Для запуска измерений следует нажать кнопку *Старт*. Данные, получаемые во время одного прохода сканирования «быстрого» монохроматора показываются обычным образом на двумерном графике (в несглаженном виде). По завершении прохода полученный спектр сглаживается и добавляется на трехмерный график. По завершении измерения щелчком левой кнопки мыши по линии на трехмерной поверхности можно просмотреть соответствующий спектр на двумерном графике. Выделенная таким образом линия показывается красным цветом. Спектр, показанный на двумерном графике можно через буфер добавить в список обработки окна спектральных измерений (см. п. 4.4.5).

Установив указатель мыши на линию поверхности, можно в окне всплывающей подсказки получить координаты ближайшей измеренной точки.

При нажатии правой кнопки мыши в области трехмерного графика появляется контекстное меню, содержащее следующие пункты:

- *Копировать таблицу* – скопировать данные в буфер обмена Windows в текстовом формате. Скопированные данные могут быть вставлены в электронные таблицы MS Excel или текстовые документы.
- *Копировать график* – скопировать данные в буфер обмена Windows в графическом формате. Скопированные данные могут быть вставлены в документы текстовых процессоров типа MS Word или использованы в программах обработки изображений.
- *Поиск максимума* – поиск абсолютного максимума на трехмерной поверхности. Спектр, которому принадлежит максимум, показывается на двумерном графике, а на точке максимума устанавливается маркер.

4.5.4.2 Закладка *Параметры*.

Параметры прибора (чувствительность ФЭУ, задержка и длительность строба), с которыми производилось измерение, запоминаются в файле результатов. Для их просмотра предусмотрена закладка *Параметры*. При необходимости повторить измерение с теми же самыми значениями параметров следует воспользоваться кнопкой *Установить*

PRO

4.5.5 Измерение спектров внешних источников

Для проведения измерений спектров внешних источников излучения необходимо выбрать пункт *Спектры внешних источников* в меню *Измерения/Measurements* или нажать на кнопку




линейки инструментов. Вид появляющегося окна, практически совпадает с видом окна спектральных измерений.

Эти измерения проводятся без вспышек лампы, а в качестве рабочего служит монохроматор регистрации, поэтому доступно только сканирование по регистрации. Параметр усреднения задается не во вспышках лампы, а в секундах. За одну секунду происходит 50 элементарных измерений, так что точность, достигаемая в обычных спектральных измерениях при усреднении по 25 вспышкам, достигается при усреднении за 0.5 секунды. В остальном, измерение и обработка спектров внешних источников не отличается от обычных спектральных измерений.

PRO

4.5.6 Хемилюминесцентные измерения

Окно хемилюминесцентных измерений позволяет проводить измерения зависимости интенсивности сигнала внешнего источника света (например, кюветы с раствором, люминесцирующим в результате протекания химической реакции) от времени. Эти измерения проводятся без вспышек лампы. Окно измерений открывается при выборе пункта *Хемилюминесцентные* в меню *Измерения* или нажатии кнопки  на линейке инструментов. По виду и функциональности оно совпадает с окном Хроматографических измерений, но, поскольку частота элементарных измерений в приборе равна 50Гц, то минимальный интервал усреднения равен 0.02 секунды (а не 0.04 как в хроматографических).

4.6 СООБЩЕНИЯ ОБ ОШИБКАХ

С момента включения прибора в сеть его встроенный микроконтроллер осуществляет самодиагностику и при возникновении ошибки выдает сообщения на табло индикации результатов в виде «E_NN» («E» - Error -ошибка, NN -номер ошибки). В этот же момент времени на мониторе персонального компьютера появляется всплывающее окно с сообщением о произошедшей ошибке. При этом измерения и дальнейшее управление прибором блокируется.

Чтобы выйти из состояния *Ошибка* необходимо устранить причину её появления и нажать на клавишу # на приборе или на кнопку *OK* в окне сообщения об ошибке.

Причины ошибок и способы их устранения приведены ниже (табл.4.1). Там же приведён список предупреждений в виде «A_NN» (от «A» - Attention -Предупреждение), NN -номер предупреждения о настройках монохроматоров на предельные длины волн. Сброс индикации предупреждения происходит при нажатии на любую клавишу прибора.

Таблица 4.1 *) Возникновение этих ошибок связано либо со случайными сбоями в работе электронных компонентов прибора, либо с воздействием внешних помех. При частом возникновении таких ошибок Вам следует обратиться к специалистам предприятия-изготовителя.

Номер	Причина ошибки	Действия оператора
E_01	Перегрузка ФЭУ	Уменьшить чувствительность ФЭУ, либо разбавить раствор, либо установить ослабляющий светофильтр в канал регистрации
E_02	Перегрузка ФЭУ	То же
E_03	Перегрузка ФЭУ	То же
E_04	Перегрузка интегратора люминесцентного канала	То же
E_05	Перегрузка интегратора канала пропускания	Отстроить монохроматор возбуждения от нулевого порядка или установить ослабляющий светофильтр в канал возбуждения
E_06	Перегрузка интегратора опорного канала	То же
E_10	Величина фонового сигнала в канале люминесценции вышла за границы допустимого диапазона	Устранить причину засветки кюветного отделения
E_11	Величина фонового сигнала в канале пропускания вышла за границы допустимого диапазона	То же
E_12	Величина фонового сигнала в опорном канале вышла за границы допустимого диапазона	То же
E_20	Попытка проведения градуировки без предварительного задания концентрации "С"	Ввести значение концентрации "С" градуировочного раствора
E_21	Величина сигнала от фонового раствора находится между величинами сигналов от градуировочных растворов	Проверить фоновый и градуировочные растворы, и, при необходимости, заново провести градуировку

E_22	Разность сигналов от градуировочного и фонового растворов меньше, чем в 30 раз превосходит величину шума сигнала от фонового раствора	Взять более концентрированный градуировочный раствор и провести градуировку заново
E_27	Нарушение монотонности возрастания концентраций при градуировке	Проверить фоновый и градуировочные растворы, и при необходимости заново провести градуировку
E_28	Нарушение монотонности убывания концентраций при градуировке	То же
E_30	Нет подтверждения о световом импульсе лампы	*)
E_31	Нет подтверждения о выводе светофильтра отсечки второго порядка дифракции при длине волны возбуждения менее 401 нм	*)
E_32	Нет подтверждения о вводе светофильтра отсечки второго порядка дифракции при длине волны возбуждения более 401 нм	*)
A_35	Предупреждение: Установлена минимально возможная длина волны монохроматора возбуждения	Перестроить монохроматор возбуждения на большую длину волны
A_36	Предупреждение: Установлена максимально возможная длина волны монохроматора возбуждения	Перестроить монохроматор возбуждения на меньшую длину волны
A_37	Предупреждение: Установлена минимально возможная длина волны монохроматора регистрации	Перестроить монохроматор регистрации на большую длину волны
A_38	Предупреждение: Установлена максимально возможная длина волны монохроматора регистрации	Перестроить монохроматор регистрации на меньшую длину волны
E_40, E_50	Нет подтверждения о начале выполнения инициализации монохроматора возбуждения	Выключить и включить прибор. При частом появлении ошибки сдать прибор в ремонт

E_41, E_51	Нет подтверждения о начале выполнения инициализации монохроматора регистрации	То же
E_42, E_43	Сбой установки длины волны монохроматора возбуждения	То же
E_44, E_45	Сбой установки длины волны монохроматора регистрации	То же
E_46, E_47	Фатальная ошибка работы монохроматора возбуждения	Сдать прибор в ремонт
E_48, E_49	Фатальная ошибка работы монохроматора регистрации	Сдать прибор в ремонт
E_52	Нет подтверждения о завершении инициализации монохроматора возбуждения	Выключить и включить прибор. При частом появлении ошибки сдать прибор в ремонт
E_53	Нет подтверждения о завершении инициализации монохроматора регистрации	То же
E_60 – E_69	Сбой внутреннего информационного обмена	*)
E_70, E_75	Сбой временной синхронизации	*)
E_80, E_81	Ошибка обращения к энергонезависимой памяти	*)
E_90, E_91	Сбой информационного обмена при обращении к энергонезависимой памяти	*)
E_92, E_93	Содержимое энергонезависимой памяти испорчено	Обратиться к специалистам фирмы-изготовителя

4.7 ПОДДЕРЖКА И СОПРОВОЖДЕНИЕ

В настоящее время данная версия программного обеспечения находится в стадии разработки. Мы будем Вам признательны за сообщения о замеченных ошибках и за предложения по совершенствованию программного обеспечения. Обращайтесь к нам по электронной почте: lumex@lumex.ru

ИНСТРУКЦИЯ ПО ПРОВЕДЕНИЮ ЮСТИРОВКИ ОПТИЧЕСКОГО РАЗЪЕМА В КЮВЕТНОМ ОТДЕЛЕНИИ АНАЛИЗАТОРА «ФЛЮОРАТ-02»

В случае одновременного приобретения анализатора «Флюо-рат-02» и криоприставки КРИО-1 фирма - изготовитель осуществляет заводскую юстировку оптического разъема под конкретный прибор.

СТАРАЙТЕСЬ НЕ СБИВАТЬ ВЗАИМНОЕ РАСПОЛОЖЕНИЕ ЭЛЕМЕНТОВ ОПТИЧЕСКОГО РАЗЪЕМА, КОТОРЫЙ УЖЕ СЪЮ-СТИРОВАН! ЭТО ОБЯЗАТЕЛЬНО ПРИВЕДЕТ К ПОТЕРЕ СВЕТОВОГО СИГНАЛА, РЕГИСТРИРУЕМОГО АНАЛИЗАТОРОМ «ФЛЮОРАТ-02»!

При крайней необходимости юстировку оптического разъема проводите следующим образом.

П.1 Для анализаторов модификации «Флюорат-02-2М»

На Рис.1 изображен оптический разъем.

1. Отпустите стопорный винт (1б) и установите цилиндрическую втулку диаметром 3,5 мм (1) в гнезде (1а) примерно до середины глубины его отверстия и слегка зафиксируйте втулку винтом (1б).
2. Отпустите стопорный винт (2б) и установите цилиндрическую втулку диаметром 3 мм (2) в гнезде (2а) оптического разъема таким образом, чтобы она едва касалась выходным торцом отклоняющегося зеркала (2в). Зафиксируйте втулку в таком положении стопорным винтом (2б).

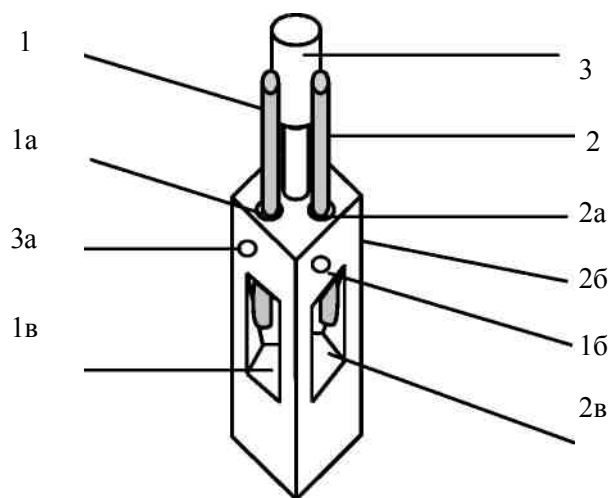


Рис. 1 Оптический разъем

3. Отпустите стопорный винт (3а) и ручку (3) вывинтите так, чтобы она не выступала снизу оптического разъема.
4. Поместите собранный оптический разъем в кюветное отделение анализатора, ориентируя поворотные зеркальца в стороны гнезд для фильтров возбуждения и регистрации.
5. Установите в анализатор фильтры возбуждения и регистрации согласно методике (на монохроматоре установите длину волны 430-440 нм).
6. Установите на анализаторе режим «Хроматография». Для этого выберите в меню анализатора «Список веществ» свободный пункт, нажмите «Ent», в открывшемся меню «Выбор метода измерений» установите режим «Хроматография». В меню «Параметры» установите чувствительность (рекомендуется «максимум») и отмените коррекцию на канал пропускания, а в меню «Условия регистрация» - предполагаемое время (например, 20 мин). Из меню «Условия регистрация», нажав два раза «Esc» и один раз «Ent», перейдите в меню «Хроматография», а из него еще одним нажатием «Ent» запустите непрерывные измерения в хроматографическом режиме. Если цифры на дисплее меняются слишком быстро, установите параметр «Сглаживание» равным 4 или 5. Схема перемещения по меню анализатора приведена на Рис.8 (См. также Руководство по эксплуатации анализатора «Флюорат-02-2М», п.2.8 *Работа с анализатором в режиме «Хроматография»*).
7. Уприте наконечник волоконного жгута с насадкой в какой-нибудь люминесцирующий предмет (например, бумага для ксерокопий типа «Canon» или аналогичная) и начинайте закручивать ручку (3) в корпус оптического разъема, наблюдая за изменением сигнала на дисплее анализатора. Вращайте ручку до тех пор, пока сигнал не начнет убывать, пройдя область максимальных значений.
8. Для остановки хроматографического режима непрерывных измерений нажмите клавишу «Esc» или «F3».
9. Выньте оптический разъем и зафиксируйте положение ручки стопорным винтом 3а.
10. Ослабьте стопорный винт (1б), фиксирующий втулку осветительной косички световолоконного жгута (1).
11. Поместите оптический разъем в кюветное отделение и снова запустите хроматографический режим нажатием клавиши «Ent», упирая волоконный жгут в люминесцирующий объект. Теперь медленно вставляйте (или вынимайте) втулку (1) в гнездо корпуса оптического разъема, наблюдая за изменением сигнала на индикаторе прибора. Установите такое положение глубины втулки, при котором сигнал будет максимальным.
12. Остановите хроматографический режим, выньте оптический разъем из кюветного отделения и зафиксируйте положение втулки (1) стопорным винтом (1б).
13. Для самоконтроля повторите оптимизацию положения ручки (3) и втулки (1) еще раз согласно п.п. 4 - 12 настоящей инструкции. После проведения юстировки зафиксируйте все элементы оптического разъема соответствующими стопорными винтами.

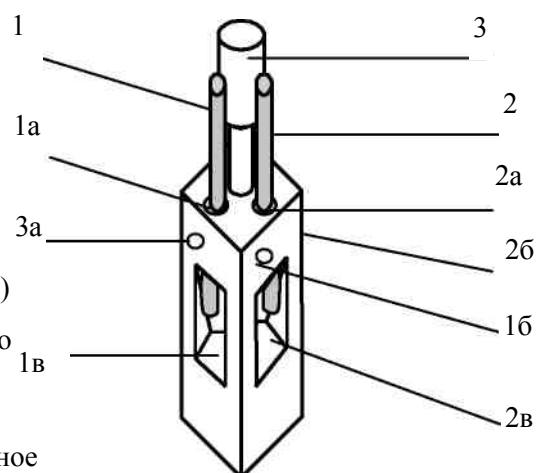
II. 2 Для анализаторов модификации «Флюорат-02-1(3)»

На Рис.2 изображен оптический разъем.

1. Отпустите стопорный винт (1б) и установите цилиндрическую втулку диаметром 3,5 мм (1) в гнезде (1а) примерно до середины глубины его отверстия и слегка зафиксируйте втулку винтом (1б).

2. Отпустите стопорный винт (2б) и установите цилиндрическую втулку диаметром 3 мм (2) в гнезде (2а) оптического разъема таким образом, чтобы она едва касалась выходным торцом отклоняющегося зеркала (2в). Зафиксируйте втулку в таком положении стопорным винтом (2б).

Рис. 2 Оптический разъем



3. Отпустите стопорный винт (3а) и ручку (3) вывинтите так, чтобы она не выступала снизу оптического разъема.

4. Поместите собранный оптический разъем в кюветное отделение анализатора, ориентируя поворотные зеркала в стороны гнезд для фильтров возбуждения и регистрации.

5. Установите в анализатор фильтры возбуждения и регистрации согласно методике (на монохроматоре установите длину волны 430-440 нм).

6. Введите с клавиатуры анализатора следующие параметры: N=25, A=100, F4=01; установите режим F9=00 и дважды нажмите клавишу «#» - анализатор перейдет в режим непрерывных измерений с индикацией сигнала каждые 0,5 секунды.

7. Уприте наконечник волоконного жгута с насадкой в какой-нибудь люминесцирующий предмет (например, бумага для ксерокопий типа «Canon» или аналогичная) и начинайте закручивать ручку (3) в корпус оптического разъема, наблюдая за изменением сигнала на дисплее анализатора. Вращайте ручку до тех пор, пока сигнал не начнет убывать, пройдя область максимальных значений.

8. Для остановки режима непрерывных измерений нажмите клавишу «0» и удерживайте ее до погасания светодиода над клавишей «И».

9. Выньте оптический разъем и зафиксируйте положение ручки стопорным винтом 3а.

10. Ослабьте стопорный винт (1б), фиксирующий втулку осветительной косички световолоконного жгута (1).

11. Поместите оптический разъем в кюветное отделение и возобновите режим непрерывных измерений, упирая волоконный жгут в люминесцирующий объект. Теперь медленно вставляйте (или вынимайте) втулку (1) в гнездо корпуса оптического разъема, наблюдая за изменением сигнала на индикаторе прибора. Установите такое положение глубины втулки, при котором сигнал будет максимальным.
12. Остановите непрерывные измерения, выньте оптический разъем из кюветного отделения и зафиксируйте положение втулки (1) стопорным винтом (1б).
13. Для самоконтроля повторите оптимизацию положения ручки (3) и втулки (1) еще раз согласно п.п. 4. - 12. настоящей инструкции. После проведения юстировки зафиксируйте все элементы оптического разъема соответствующими стопорными винтами.