

SYSTÉM PRO PREPARATIVNÍ KAPALINOVOU CHROMATOGRAFII SEPARSYS 400.01

návod k obsluze



© SEPARLAB 2010

1. Popis systému

Systém SEPARSYS 400.01 je zařízení pro kapalinovou preparativní chromatografii vyrobené pro společnost Teva Czech Industry Opava, ČR a umístěné v závodě Opava, hala č. 70. Přehledné schéma celého zařízení je uvedeno na obrázku na následující straně (Obr 1). Zařízení SEPARSYS 400.01 sestává z následujících celků:

- vysokotlaké kolony PC 01 400/1000 (Separlab s.r.o.) o vnitřním průměru 399 mm a délce 1000 mm, která je plněna sférickým silikagelem o velikosti částic 15 μm a osazena blokem rozvodu kapalin, kde je situován i elektronický senzor tlaku mobilní fáze a odpouštěcí kohout
- na vstupu kolony prostřednictvím kulových vysokotlakých kohoutů připojených tří čerpadel Wanner G3 (samostatný návod k použití v příloze č. 1); dvě z nich v paralelním zapojení dodávají dva typy mobilní fáze, třetí dávkuje na kolonu roztok separovaných látek
- na výstupu kolony připojené cely detektoru PLCC 15 EX (Ecom s.r.o.), která je spojena světlovodnými kabely s detektorem FLASH 06S DAD 600 EX (Ecom s.r.o., samostatný návod k použití je v příloze č. 2), který je umístěn ve velíně
- rovněž ve velíně umístěným počítačem HP 500 řídícím parametry separačního procesu a monitorující signál detektoru a tlakoměru prostřednictvím elektronické jednotky a modifikovaného software ECOMAC (Ecom s.r.o., samostatný návod v příloze 3, speciál v kapitole 6)
- ve vzdálené rozvodně namontovaných tří jednotek měničů frekvence typ ACS 550-01-06A9-4 (ABB, samostaný návod k použití uveden v příloze č. 4), které dodávají energii motorům čerpadel
- elektronické řídící jednotky SEPAREL 01 (Separlab s.r.o.) umístěné na desce měničů frekvence v rozvodně
- na výstupu z kolony za měrnou celou připojených tří kolových kohoutů z nichž vedou samostatná potrubí do zásobníků pro jímání eluentu z kolony (Teva s.r.o.)

Ovládání systému se děje několika způsoby:

- hodnoty průtokových rychlostí čerpadel jsou zadávány v programu ECOMAC do počítače
- hodnoty tlakových limitů mobilní fáze jsou zadávány v programu ECOMAC do počítače
- vlnové délky , na kterých probíhá měření (celkem čtyři) jsou zadávány v programu ECOMAC do počítače
- pohyb pístu kolony se děje manuálně prostřednictvím ručního čerpadla oleje s přepínacím ventilem pro pohyb nahoru a dolů
- hodnoty tlaku v hydraulice jsou nastavovány ručně pomocí olejového čerpadla
- způsoby čerpání v systému jsou nastavovány pomocí ručních nízkotlakých a vysokotlakých kulových ventilů na vstupu čerpadel fáze a na rozvodném bloku kolony
- okamžité ovládání chodu čerpadel (start stop) a markování frakcí se provádí pomocí tlačítek deblokační skříňky
- případné nouzové odstavení systému se provádí pomocí tlačítka deblokační skříňky
- ruční přepínání výstupních kohoutů pro volbu místa jímání kapaliny z kolony prostřednictvím kulových kohoutů na výstupu z kolony.
- Elektrická část systému se skládá z rozvaděče (měniče frekvence a deska elektroniky), UV detektoru, motorů zajišťujících ovládání čerpadel, ovládací skříňky pro zapnutí a vypnutí chodu čerpadel, dvou tlačítka pro zapínání a vypínání ovládací části rozvaděče, krabičky ovládání zajišťující komunikaci s počítačem a počítače sloužícího k zadávání parametrů systému. Propojení technologie s rozvaděčem je provedeno speciálními kabely do prostředí s nebezpečím výbuchu. Propojení jednotlivých částí je zobrazeno na technologickém schématu (obr 1).



2. Funkce systému

Čerpadla mobilní fáze mají k dispozici dva zásobníky mobilní fáze. Různé typy mobilní fáze se přepínají ručními kulovými ventily na vstupním potrubí čerpadel (hadice průměru 3/4") Z čerpadel přichází mobilní fáze pružnými hadicemi do T kusu a pak potrubím 12x1 mm do rozvodného bloku kolony, který je připevněn na horní kolonové přírubě.

Vstup mobilní fáze z čerpadel mobilní fáze na kolonu se ovládá prostřednictvím vysokotlakých kulových ventilů na rozvodném bloku kolony. V bloku jsou umístěny tři ventily. Má-li být čerpána mobilní fáze, musí být otevřen jeden z nízkotlakých ventilů pro výběr typu fáze a musí být otevřen vysokotlaký ventil, kterým vstupuje mobilní fáze na kolonu. Ostatní vysokotlaké kohouty jsou zavřené. Chod čerpadel mobilní fáze (start/stop) se ovládá z deblokační skříňky v provozní hale.

POZOR

Stav kulových kohoutů je indikován polohou ovládací páky. Je-li ventil otevřen, je páka v pozici rovnoběžné s tělesem ventilu. Stav čerpadel – start, stop – je indikován prostřednictvím signálního světla na deblokační skříňce. Svítí-li světlo, jsou čerpadla v

provozu.

Kolona je určena k čištění syntetických látek. Čerpadlo, které dávkuje jejich roztok je napojeno na skleněný zásobník roztoku (hadice průměru $1/2^{\circ}$). Z čerpadla přichází vzorek potrubím 12x1 mm do rozvodného bloku, který je připevněn na koloně. Kulový kohout pro vstup roztoku je v době v době čerpání separovaných látek na kolony otevřen, kohout mobilní fáze a kohout obtoku jsou uzavřeny. Chod čerpadla separované látky (start/stop) se ovládá z deblokační skříňky v provozní hale.

POZOR

Stav kulového ventilu pro čerpání separované látky je indikován polohou ovládací páky. Je-li ventil otevřen, je páka v pozici rovnoběžné s tělesem ventilu. Stav čerpadla – start, stop – je indikován prostřednitvím signálního světla na deblokační skříňce. Svítí-li světlo, je čerpadlo v provozu.

Chromatografická kolona naplněná sorbentem je vybavena pohyblivým horním pístem, který musí být neustále přitlačován na náplň kolony. Píst je stlačován pístem hydraulického válce, který je umístěn nad kolonou. Písty hydrauliky a kolony jsou pevně propojeny.

POZOR

Vzhledem k tomu, že průměr hydraulického válce se liší od průměru kolony, neindikuje tlak oleje tlak v koloně. Tlak oleje a tlak kapaliny v koloně jsou ve stavu rovnováhy (píst se nepohybuje) v poměru

5,8:1.

Po napuštění vzorku separované látky do kolony se přepne čerpání na mobilní fázi a separované látky procházejí kolonou různou rychlostí. Stav separace je možno sledovat z provozní haly na monitoru umístěném ve velíně. Na jeho obrazovce se zobrazují signály detektoru a tlak na koloně. Obsluha otevírá postupně podle stavu separace jeden ze tří kulových kohoutů na výstupním potrubí za celou detektoru, které vedou kapalinu z kolony do skleněných 100 l zásobníků. Přepínání se děje manuálně dle úvahy poučené obsluhy, tak, aby se samostatně jímala látka, která se čistí.

3. Uspořádání návodů

- V tomto základním návodu je uveden popis chromatografické kolony, jejího plnění a provozování (kapitola 4)
- Manuál k čerpadlům Wanner G3 je dodáván v příloze 1.
- Manuál k detektoru Ecom je dodáván v příloze 2.
- Manuál k programu Ecomac je dodáván v příloze 3, v kapitole 5 je rozvedeno použití modifikovaného programu pro tuto konkrétní aplikaci.
- Pro ovládání markeru detektoru (odebírání frakcí) slouží převodník Panda; návod k němu je dodáván v příloze 4.
- Obsluha systému nepřichází běžně do kontaktu s měniči frekvence pro čerpadla, nicméně návod pro ně je přiložen v příloze 5.
- Popis zacházení s hydraulickým zařízením posunu pístu je uveden v kapitole 4, nicméně samostatný návod výrobce je dodáván jako příloha 6.
- Nevýrobní výkresová dokumentace kolony je dodávána v příloze 7.
- Nevýrobní schémata elektronické jednotky jsou dodávána jako příloha 8.
- Dokumentace software počítače (Windows XP) je dodávána jako příloha 9.
- Popis kalibrace elektronického tlakoměru je uveden v kapitole 6 tohoto návodu

4. Chromatografická kolona PC 01 400/1000

4.1 Popis kolony

Chromatografické kolony PC 01 jsou jedním z typů celé kolonové řady společnosti Separlab s.r.o.. Jsou určeny pro vysokoúčinné chromatografické separace uskutečňované pomocí mikropartikulárních rigidních sorbentů snášejících vysoké tlaky. Konstrukce kolony je schématicky zobrazena na obrázku č. 2, na obrázcích č. 3 a č. 4 jsou pak viditelné detaily vstupních a výstupních armatur kolony.

Preparativní kolona PC01400/1000 se skládá z kolonové trubice na kterou jsou našroubované dvě kolonové příruby. K spodní přírubě kolony je pomocí šroubů M20 připojena příruba spodního pístu, na kterou je (pomocí 12 ks šroubů M12) připojena kompletní jednotka spodního pístu.



Obr. 2 Schéma kolony

K horní kolonové přírubě je pomocí 32 ks závitových tyčí M20 a šesti kusů distančních trubek připojena příruba horního pístu s válcem hydrauliky. K pístu hydraulického válce je pomocí spojovacího dílu uchycena horního jednotka pístu kolony. Válec hydrauliky je pomocí dvou tlakových hadic spojen s ruční hydraulickou pumpou. Horní a spodní píst jsou vybaveny přívodkami, které slouží k propojení kolony se systémem. Rozvodný blok čerpadel je připojen pomocí pružné PTFE hadice 1/2" se šroubem a maticí (závity M16x1,5). Spodní přívodka je pomocí trubky 12x1 mm spojena s průtočnou celou UV detektoru.

Horní a spodní kolonové pístu jsou identické. Jsou tvořeny pístovou deskou s centrálním vstupním otvorem, ve které je zasazena frita Poremat 2 o silná 5 mm, která se skládá z deseti vrstev ocelové tkaniny o různé porozitě. Frita zadržuje částice menší než 3 μ . Frita je téměř v celém průměru podložena systémem rozvodných sítěk s vyříznutými kanály (celkem 4 vrstvy).

Pístová deska má zvenčí kuželový tvar a je na ni nasazeno dvoudílné plastové těsnění. Těsnící část (blíže vnitřku kolony) je vyrobena z PTFE, opěrná část z polypropylenu. Opěrná plastová část těsnění je nesena další opěrnou deskou (v případě horního pístu) nebo přírubou pístu (spodní píst).



Obr 3 Schéma kolony detail horní části

Při působení vnitřního přetlaku se těsnění deformuje tak, že celá opěrná deska (příruba pístu) dosedne na desku pístu a tím dojde ke zpevnění obou uzávěrů kolonové trubice. Deformace těsnění zároveň zvýší přítlak PTFE těsnícího kroužku ke stěnám kolony a ke kuželové části pístové desky. To zajišťuje těsnost kolony při vyšších tlacích.

Kolonový celek je opatřen šesti nohami, které jsou rovnoměrně rozloženy a slouží namísto šeti matic šroubů pro uchycení příruby spodního pístu. Nohy kolony jsou opatřeny opěrkami z polypropylenu, které jsou uchyceny k nohám prostřednictvím šroubů M10.

K horní kolonové přírubě je připojen blok rozvodu kapalin, který tvoří tři vysokotlaké kulové kohouty (3/8" - 2K BALL VALVE AVTP 10, Alco Valves, GB) a elektronický tlakoměr propojené dvěma T kusy,

Obr 4 Schéma kolony – detail dolní části

které jsou neseny plechovou podložkou. Pomocí tohoto rozvaděče je možno přepínat mezi čerpadly mobilní fáze a čerpadlem vzorku, případně přepnout na odpouštění kapaliny mimo kolonu (bypass).

Na výstup kolony je pomocí klampů DIN DN10 připojena cela detektoru, která je upevněna na plechovém držáku pod kolonou. Na výstupu cely je rovněž klamp DIN D10. Na něj je připojeno potrubí vedoucí ke kohoutům sběrače frakcí.

Hydraulický mechanizmus (válec s ruční pumpou a manometrem) zajišťuje jak pohyb válce do kolony, tak jeho vytahování z kolony. Čerpadlo vytlačuje olej podle toho v jaké pozici je ovládací páka umístěná na hlavě olejového čerpadla. V pravé krajní poloze čerpá kapalinu nad píst (kolonový píst je vtlačován do kolony) v levé krajní poloze vytlačuje olej pod válec – kolonový píst je z kolony vytahován. V mezipoloze jsou otevřeny obě cesty a obě komory hydraulického válce jsou tím pádem odtlakovány.

4.2 Plnění kolony

Vysokotlaké kolony se mohou plnit buď tlakovým způsobem (dynamic slury technique) nebo způsobem sedimentačním. Tlakový způsob je rychlejší, jeho investiční náročnost však stoupá s velikostí kolony. Pomalejší sedimentační způsob (je nutno sedimentovat přes noc) je proto využíván častěji. Způsob plnění kolon sedimentací je uveden na obr. 5. Kolona s kompletní spodní částí ale bez bloku horního pístu a hydrauliky se spojí pomocí těsnění z porézního PTFE (páska 20x7 mm, 2 vrstvy) s plnícím adaptérem, který má stejný objem jako vlastní kolona. Použije se takové množství sorbentu, které odpovídá náplni kolony a 5 % objemu adaptéru. Pro silikagel a jeho modifikace se obvykle předpokládá, že hustota sedimentovaného sorbentu je 0,5 ml/g. Rovněž se může předpokládat, že objem suspenzní kapaliny odpovídá 80 % celkového objemu usazené suspenze. Otázkou zůstává, zda plnit kolonu s otevřeným výstupním otvorem (sedimentovaná kapalina protéká), nebo tento otvor po vytečení malého objemu kapaliny uzavřít. Při otevření proběhne proces rychleji, ale riskuje se, že horní část sloupce může být vyschlá. Při uzavření probíhá proces pomaleji (sedimentace přes noc někdy nestačí) a je třeba odebrat po ukončení procesu kapalinu z adapteru.





POZOR

Obr. 5 Plnění kolony

Návod k plnění dodaný výrobcem sorbentu má vždy prioritu před shora uvedenými doporučeními.

Po ukončení sedimentačního procesu se odstaní kolonový adapter, sobbent v koloně se upraví na výšku cca 50 mm pod horním okrajem a pečlivě uhladí vhodným nástrojem tak aby jeho rovina byla kolmá k podélné ose kolony. Dbá se přitom, aby sorbent byl stále smočený kapalinou a nevysychal. Volný vnitřní okraj kolony musí být čistý, bez sorbentu.

Kolona se smontuje včetně horní pístové jednotky a hydrauliky. Píst se zasune postupně do kolony (ověřuje se zda je přesně centrovaný) až dojde k výtoku kapaliny ze vsupního potrubí. Nyní se otevře výstupní potrubí a píst se dále stlačuje pumpováním oleje, až se na manometru oleje vytvoří viditelný přetlak (cca 30 a 50 bar).

Kolona se připojí ke zdroji mobilní fáze, výstup se propojí s odpoadním rezervoárem a začne se s čerpáním od nízkých průtokových ryhlostí. Kontroluje se tlak oleje a srovnává s tlakem mobilní fáze tak aby přepočtený tlak oleje byl stále o cca 20 30 bar vyšší než tlak mobilní fáze. V čerpání se pokračuje až k dosažení provozní průtokové rychlosti. S touto rychlostí se čerpá cca 1 hodinu (minimálně 10 kolonových objemů). Pak by měla být kolona připravena k použití.

5. ECOMAC rozšíření návodu

ECOMAC je aplikace pro Windows, řídící chromatografické procesy. Řídí chromatografické přístroje jako pumpy, detektory, jímače frakcí a další, a přijímá data z těchto přístrojů a ukládá je pro další vyhodnocení. Bližší informace a přístrojích, které je ECOMAC schopen ovládat lze nalézt přímo v programu v menu: Metoda - Přístroje. Pro potřeby dodaného chromatografického zařízení nás budou zajímat jen přístroje:

FLASH06DAD (Detektor) PANDA30HID (Startovač & zna...) SEPAR3 (Čerpadlo)

Minimálni požadavky na počítač:

CPU Pentium/400Mhz, 128 MB RAM, 5 MB HD pro aplikaci a 200 MB HD pro měřená data. Pro větší objemy měřených dat a větší množství řízených přístrojů je lepší použít větší HD a výkonější počítač.

32-bit operační systém Windows: Win95/98/Me/NT/2000/XP a vyšší

Instalace programu.

Spustíme intalační soubor ECOMAC_0.234_setup.exe, tim se spusti vlastni instalace ECOMACu. V prvním okně se můžete vybrat jeden z jazyků, ktere program podporuje: English, German nebo Czech. Pokud tak neučiníme zde, můžeme jazyk kdykoliv změnit v menu: Soubor - Nastavení - Jazyk.

V dalším kroku si přečtěte licenčni podminky a potvrďte kliknutím na "Souhlasím"

icenční ujednání	G
Před instalací programu ECOMAC v0.234 si prosím prostudujte licenční po	odmínky.
Stisknutím klávesy Page Down posunete text licenčního ujednání.	
výstup z programu je pokryt pouze tehdy, jestliže obsah výstupu tvoří	×
jalio zalozene na programu (nezavisle na tom, zda bylo vytvoreno cinnos programu). Posouzení platnosti předchozí věty závisí na tom, co prograr dělá.	,0 m
1. Smíte kopírovat a šířit doslovné kopie zdrojového kódu programu tak, jak jste jej obdržel, a na libovolném médiu, za předpokladu, že na každé kopii viditelně a náležitě zveřejníte zmínku o autorských právech a absenci záruky; ponecháte nedotčené všechny zmínky vztahující se k této licenci a k absenci záruky; a dáte každému příjemci spolu s programem kopii této licence.	
' Jestliže souhlasíte se všemi podmínkami ujednání, zvolte 'Souhlasím' pro p instalaci programu ECOMAC v0.234 je nutné souhlasit s licenčním ujedná	pokračování. Pro iním.
lisoft Install System v2.40	

V dalším kroku vyberte součásti programu, ktere se maji instalovat a pokračujte kliknutím na "Další".

Volba součástí		6
Zvolte součásti programu EC	OMAC v0.234, které chcete nai	nstalovat.
Zvolte součásti, které chcete Pro pokračování klikněte na ľ	nainstalovat a nezatrhněte sou Další	učásti, které instalovat nechcete.
Zvolte součásti k instalaci:	ECOMAC Dokumentace	Popis Při pohybu myší nad instalátorem programu se zobrazí její popis.
Potřebné místo: 10.5MB		
Jullsoft Install System v2.40		

V dalsim kroku zvolte cílový adresář pro aplikaci. Výchozí adresář je umístěn do kořenového adresáře. Můžete zadat i jiné cílové adresáře, ale buďte opatrní v nastavení správné cesty pro zálohovácí a datové adresáře na WinNT systémech. Pokračujte kliknutím na "Další".

Zvolte umístění instalace		
Zvolte složku, do které bude	e program ECOMAC v0.234 nainstalován.	
Setup nyní nainstaluje prog složky zvolte 'Procházet' a v	am ECOMAC v0.234 do následující složky vberte jinou složku. Pro pokračování klikn	v. Pro instalaci do jiné iěte na 'Další'.
	,,	
Cílová složka		Duckfast
Cilová složka Cilová složka		Procházet
Cílová složka Cílová složka C:\ECOMAC\ Potřebné místo: 10.5MB		Procházet
Cílová složka C:\ECOMAC\ Potřebné místo: 10.5MB Volné místo: 146.0GB		Procházet
Cílová složka C: ECOMAC Potřebné místo: 10.5MB Volné místo: 146.0GB ullsoft Install System v2.40 –		Procházet

V dalším kroku budete požádání o registraci, pokud ji neprovedete, pobeží program v režimu demo, ve kterém má jisté omezení. Registraci lze provést kdykoliv později z menu:

Pokračujte kliknutím na "Další".

Zadejte registrační ir	oformace pro plně funkční ECOMAC v0.234.	6
Jméno	TEVA	
Společnost	TEVA	
Licenční kód	E59GHJD4Q8W	

V dalším kroku lze zadat, kde vytvořit ikony. Pokračujte kliknutím na "Instalovat". Tím se spustí vlastní instalace.

Vytvoření ikon			
Vytvořte si ikony pro příjemnější spouštěn	ií ECOMAC v0.234.		0
V Přidat do složky v Nabídce Start			
🔲 Všem uživatelům			
🔽 Přidat ikonu na Plochu			
Všem uživatelům			
Přepsat konfigurační soubory			
Spustit ECOMAC v0.234 po instalaci			
Zobrazit soubor zmen			
Nullsoft Install System v2.40			-2
	< Zpět	Instalovat	Storno

Vyčkejte, prosím, na dokončení inst	alace programu ECOMAC v0.234.	6
Vytvořen zástupce: C:\Users\Miloš\	AppData\Roaming\Microsoft\Windows	s\Start Menu\Program
Zobrazit detaily		

Pokud vše proběhne bez chyby, tak se zobrazí okno "Instalace ukončena". Pokračujeme kliknutim na "Zavřít". Pokud se vyskytne chyba, tak není instalace ukončena a musi se postupovat podle nápovědy (napřiklad je spuštěna aplikace ECOMAC atd..).

Instalace proběhla v pořádku.		
Dokončeno		
Zobrazit detaily		
ullsoft Install System v2 40		

Připojeni přístrojů

Detektor FLASH06DAD

Je připojen pomocí převodníku USB - RS232 (U-224 od výrobce STlab) a křížové přechodky RS232. Před připojením převodníku se bude muset nainstalovat ovladač z přiloženého CD a musi se postupovat podle přiloženého návodu.

1. Nepřipojujte převodník USB - RS232

2. Vložte CD-ROM s driverem do mechaniky

3.Spusťte soubor: D:\USBR232\Windows\Setup.exe a pokračujte podle pokynů na obrazovce a přiloženého návodu.

Značkovač PANDA30HID

Projen pomocí USB kabelu.

Soubor pump SEPAR3

Je přípojen pomocí převodníku USB - RS232. Ovladač je ten samý jako pro první převodník použitý u detektoru, tak se nemusí instalovat znovu. Jen se nesmí prevodník zapojit do počítače před istalaci ovladače.

Poznámka: po připojení převodníků USB - RS232 a jejich připojení k jednotlivým přístrojům, je dobré si poznamenat, který USB port je použit pro ten který přístroj. Pokud prohodíme USB porty, tak dojde k novému přidělení čísla COM portu a pak přestane daný přístroj komunikovat, jelikož je očekáván na jiném COM portu. Pak se musí příslušný COM port přestavit v nabídce: Metoda - Přístroje - Nastaverní - Port. V tomto okně, pak můžeme kliknutím na "Test" zkusit, zda přistroj komunikuje. Pokud si nejsme jisti jak jsou přiděleny COM porty, tak spustíme "Správce zařízení" z Windows a otevřeme položku "Porty (COM a LPT)". Po vysunuti příslušného USB-RS232 převodníku z USB portu, zmizí jedna položka "Profilic USB-to-Serial Comm Port (COMx) a po jeho následném zasunuti do USB portu se znovu objeví.



Spuštění programu a prvni nastavení přístrojů .

Program ECOMAC spustime kliknutim na ikonku "ECOMAC".



V menu klikneme na "Metoda - Přístroje" a zde vybereme z Dostupných přístrojů žádané přístroje.

	Přístroje	
Info	Dostupné přístroje:	Vybrané přístroje:
Analýza Přístroje Řízení Čác	A2073 (Detektor) ALMEM02490 (Teploměr) ALPHA (Čerpadlo) AQUILON (Detektor) BETA (Čerpadlo) BK1823A (Čítač) CENTOR-EASY (Jiné zařízení) FC20 (Sběrač frakcí) FC203B (Sběrač frakcí) FLASH06DAD (Detektor) FLASH06DUAL (Detektor) FLASH06DUAL (Detektor) HP34401A (Multimetr) HT3X0L (Autosampler) CHF122SC (Sběrač frakcí) KAPPA (Čerpadlo) LCD2070 (Detektor) LCD2071.x (Detektor)	Přidat Odstranit Odstranit vše Hledat
Jiné	Info Setřídit podle jména 👻	Nastavení Nahoru Dolů braného dostupného přístroje pro hledání a stiskněte

Postupně klikneme na přístroje FLASH06DAD (Detektor) a klikneme na "Přidat", obdobně na PANDA30HID (Startovač & zna...) a SEPAR3 (Čerpadlo). Tím přesuneme přístroje do sekce Vybrané přístroje a zde provedeme prvotní nastavení přístrojů.

		*
0	Dostupné přístroje:	Vybrané přístroje:
ýza roje ení	MS8218 (Multimetr) OPAL (Detektor) OPAL-DEMO (Detektor) ORCA2800 (Převodník) PANDA30 (Startovač & značko) PANDA30HID (Startovač & značko) PANDA30HID (Startovač & značko) PANDA38 (Převodník) PANTHER1000 (Převodník) PB3002 (Váha) PCPP2C (Čerpadlo) RF-10AXL (Detektor) SAPPHIRE (Detektor) SAPPHIRE (Detektor) SEPAR3 (Cerpadlo) NIEST-DEVICE (Neurčité) TEST-DEVICE (Neurčité) TOPAZ (Detektor) *	1:FLASH06DAD (COM1) 2::PANDA30HID (#1) 2::SEPAR3 (COM2) Hledat
	Info Setřídit podle jména 👻	Nastavení Nahoru Dolů

Klikneme na "FLASH06DAD" a poté na "Nastavení" a v prvním okně "Komunikace" můžeme kliknout na "Test" a tim se přesvědčit, zda je detektor připojen a zda komunikuje. V připadě, že ne, tak můžeme kliknout na "Hledat" připadně můžeme změnit Port ručně.

	I didiniotiy III				
Parametry		2			
	Port:	COM1	-	Test	
Přenosová	á rychlost [bd]:	38400	•	Hledat	
	Databity:	8	~		
	Parita:	nic	*		
	Stopbity:	1	~		
	Handshake:	nic	*		
	Timeout [ms]:		300		
Velikost v	stupní paměti:		2048		
Velikost vý	stupní paměti:		512		
Poč	et opakování:		1		

V druhém okně "Parametry" zkontrolujeme model detektoru (v našem případě Flash06DAD600 4ch (Model C)) a nastavíme vlnové délky jednotlivych kanálů.

Comunikace	Parametry 1	nicializace Zázi	nam Různé		
Zapisovateln	é parametry				
	Model:	Flash06DAD6	00 4ch (Model	C) 👻	
Vnová	délka A [nm]:		254		
Vnová	délka B [nm]:		254		
Vinová	délka C [nm]:		25 <mark>4</mark>		
Vinová (délka D [nm]:		254		
	Pološířka:		4		
	Filtr:	1.0 s	•]		
Parametry sk	enu				
Rozsał	n skenu (nm):	250	350		
Zob	razen í textů:	Hodnota	<u> </u>		
Zobra	zení mřížky:	Obojí	•		

V třetím okně "Inicializace" zašktrneme políčko "Zapálit výbojku", případně další políčka podle žádané funkce.

comunikace Parametry micializace Zazna	am Různé
Parametry při inicializaci Zapálit výbojku Autozero po [s] 0	Parametry při deinicializaci

Ve čtvrtém okně "Záznam" nastavime intervam měření s ohledem, na rychost signálu a nastavíme, ktery signál bude zobrazen či povolen.

Komunikace	Parametry	Inicializace Záznam	Různ	é		
Nastavení	měření					
	Interval (m	าร]:	100	(10,000 Hz)		
Nastavení	signálů					
V povol	🔽 zobraz	Absorbance A1	ī.			
🔽 povol	🔽 zobraz	Absorbance B1				
🔽 povol	🔽 zobraz	Absorbance C1				
V povol	🔽 zobraz	Absorbance D1	Ĩ.			

Na zavěr klikneme na "OK" a přejdeme na nastavení druhého přístroje. Klikneme na "PANDA30HID" a poté na "Nastaveni" a v prvním okně "Komunikace" můžeme kliknout na "Test" a tim se přesvědčit, zda je jednotka PANDA připojena.

ComaniiCacoo	Parametry 2	Záznam Růzr	né		
Zapisovate	né parametry				
	Index	: #1	•	Test	
				Hledat	

V případě, že ne, tak klikneme na "Hledat", či provedeme nastavení ručně v okenku: "Index".

V druhém okně "Parametry" nastavíme vstup 2: "Spouštecí hranu" na "dolů" a "Akce" na "značka". Ostatní vstupy nastavíme na "nic".

Komunikace	Parametry Záznam	Různé		
Zapisovatelr	né p <mark>arametry</mark>			
5	Sdílet přístup: On	•		
Hom	í práh 3 [mV]:	800		
Doln	í práh 3 [mV]:	600		
Nastavení v	etu ou'i			
Vstup č.:	Spouštěcí hrana:	Akce:	Filtr [ms]:	
Vstup 1	nic	- nic	40	
Vstup 2	dolů	r) [značka	• 40	
Vstup 3	nic	r nic ·	40	

Na zavěr klikneme na "OK" a přejdeme na nastaveni třetího přistroje. Klikneme na "SEPAR3" a poté na "Nastavení" a v prvním okně "Komunikace" můžeme kliknout na "Test" a tim se přesvedčit, zda je soubor pump připojen.

Komunikace Parametry In	icializace Záznam Různé		
Parametry			
Port:	СОМ7 💌	Test	
Přenosová rychlost [bd]:	9600 -	Hedelt	
Databity:	8	Inclut	
Parita:	nic 🔻		
Stopbity:	1 *		
Handshake:	nic -		
Timeout [ms]:	300		
Velikost vstupní paměti:	512		
Velikost výstupní paměti:	512		
Počet opakování:	1		

V případě, že ne, tak klikneme na "Hledat", či provedeme nastavení ručne v okenku: "Port". V druhém okne "Parametry" nastavíme požadované průtoky mobilní fáze, vzorku a Horní tlakový limit. Zde je nutné dodržet maximální průtok pro jednu pumpu a ten je 8.3 l/min. Pro čerpání mobilní fáze jsou použity dvě pumpy paralelně, pak maximální nastavovaný průtok je 16.6 l/min a pro čerpání vzorku je použita jedna pumpa, pak maximální průtok je 8.3 l/min. Lze nastavit víc, ale pak pumpy běží mimo garantovaný maximální průtok a mohlo by dojít k poškození pump.

omunikace	Parametry	Inicializace	Záznam	Různé			
Zapisovate	Iné parametry	,					
	MF flow []/mir	n]:		5,0			
Sam	ple flow [l/mir	n]:		1,0			
Homi	tlak. limit <mark>(</mark> ba	r]:		20			

omunikace	Parametry	Inicializace	Záznam	Různé				
Parametry p	inicializaci			Pa	rametry při deir	nicializaci		
Počáteční	stav čerpadla	a: Zastavit	•]	Konečný stav č	čerpadla:	Zastavit	•
							.) (0

A ve čtvrtém okně "Záznam" nastavime rychlost zázamu dat ze souboru pump a povolíme zobrazování signálu Tlak.

Komunikace	Parametry	Inicializace	Záznam	Různe	6			_
Nastavení	měření							
	Interval (m	ns]:		2000	(0,500 Hz)			
Nastavení	signálů							
V povol	🔽 zobraz	Tlak 1		1				
					[2] 22.22	11	II	

Na žávěr klikneme na "OK" a tím máme nastaveny základní parametry přístrojů.

Dál pokračujeme nastavením "Řízeni" kde po kliknuti na ikonu "Nastavení sloupců" přidáme do sloupců tabulky funkce jednotlivych přístrojů, pokud je budeme potřebovat.

Říze	ní			
Lofo	vá tabulka Frak	ční tabulka Akce		
0.1 -	5 ¹		SEP	AR3_Proved operaci SH06DAD_Proved operaci
nalýza				
	1	Čas [min]	0.1	
fístroje	🗏 🔜 💌 😣			
	Čas [min] 🔺	SEPAR3_Proved operaci	FLASH06DAD_Proved operaci	Interní B
** 1	0,000			
Rízení				
<u>^</u>				
acování				
5.000 Percent (1995)				
Jiné (III û		

Dostuppé funkce		
1.:SEPAB3::COM7::ME state	-	Přidat
1::SEPAB3::COM7::ME state	·	- Haat
1::SEPAR3::COM7::Sample state 1::SEPAR3::COM7::Proved operaci 2::PANDA30HID::#1::Horní práh 3::[mV] 2::PANDA30HID::#1::Dolní práh 3::[mV] 3::FLASH06DAD::COM1::Výbojka 3::FLASH06DAD::COM1::Vinová délka A::[nm] 3::FLASH06DAD::COM1::Vinová délka B::[nm] 3::FLASH06DAD::COM1::Vinová délka D::[nm] 3::FLASH06DAD::COM1::Vinová délka D::[nm] 3::FLASH06DAD::COM1::Vinová délka D::[nm]		~
5 EASHOODADCOMTHoved operaci	Jméno	
	SEPAR3_Proveď operaci	
	Vúběr plotů	
	Viditelný	
▼ 	Formát a zaokrouhlení	
Nahoru Dolů Odstranit	Pevná deset. čárka 🔹 Zaokrouhlení:	0
	ОК	Storno

Varování: z důvodu ručního přepínání pump mobilní fáze a vzorkové pumpy zde neni možno do časového řízeni zahrnout funkci "FM state" a "Sample state" a pumpy je možno řídit jen tlačítkovým ovladačem u pump po otevřeni a zavření příslušného kulového ventilu.

Vyplníme časovou tabulku, pokud budeme vyžadovat časové řízení a další informace v oknech "Nastavení metody" a Metodu uložíme: Menu - Uložít, nebo Menu - Uložit jako... V případě nejasností používáme nápovědu programu ECOMAC.

Spuštění analýzy

Před analýzou vyplníme nebo zkontrolujeme příslušná okénka v oknech "Info" a "Analýza" aby byl záznam správně identifikovatelný.

Přípravu analýzy poté spustíme kliknutím na ikonu 💌 "Inicializace", tím provedeme inicializaci přístrojů, tak jak byla nadefinována v "Nastavení přístrojů" a můžeme přístroje

ECOMAC - Stanice 1 - C:\ECOMAC\methods\pokt	us.mxl*	. gent - Jay	- • • ×
oubor Metoda Sekvence Data Zabezpečení	Nápověda		
육 🖼 📝 👍 🛃 🚧 💿 🕨 1월			
🐗 🌰 📫 🛛 🛱 🌾 Čas [min]: 🔽 0,00 🗌	10,00 Absolutní hod	J. [1] -100,000 - 10	000,000
Přehled		Značky	Přístroje
Název metody: Beznámý (p./a)		Pridat [Ctrl+M]	Autozero [Ctrl+A]
Analytik: Anonymní, 11.8.2010, Analýza: 1 (0/1)			
0.1			
E 911 - SEPAR3_Proved operaci		20	
0.05 -			-
E 0-			
<u> -0.05 -</u>			
S C			
-0,1 -0.05	0	0.05	0
	Čas [min]		
EPAR3_Proved operac			
n/a			
s [min]: 1,683 0,563 min; 0,081 [0]	Pohotovostní	stav.	\bigcirc

nastavit kliknutím na ikonu 🛄 "Nastavení přístrojů on-line".

U souboru pump SEPAR3 je zde možno měnit průtokové rychlosti mobilní fáze a vzorku a horní tlakový limit. Je zde možnost spustit a zastavit jednotlivé pumpy. Zde je nutné dodržet maximální průtok pro jednu pumpu a ta je 8.3 l/min. Pro čerpání mobilní fáze jsou použity dvě pumpy paralelně, pak maximální nastavovaný průtok je 16.6 l/min a pro čerpání vzorku je použita jedna pumpa, pak maximální průtok je 8.3 l/min. Lze nastavit víc, ale pak pumpy běží mimo garantovaný maximální průtok a mohlo by dojít k poškození pump.

Varování: před spuštěním pump, je nutno se přesvědčit, že je příslušny kulový kohout na jejím výstupu otevřený!

EPAR3 (COM6)			
Mobile phase controls		Stavové parametry	
MF flow [l/min]:	5,0	Stav:	Nečinný
MF state: Zasta	veno On O	ff	
Sample controls		Pressure controls	
Sample flow [l/min]:	1,0	Homí tlak, limit [bar]:	80
Sample state: Zasta	veno On O	ff Tlak [bar]:	0
Operace			
Stop pumps	Proved		

Analýzu poté spustíme kliknutím na ikonu a vzorku pumpy je možno poté řídit jen tlačítkovým ovladačem u pump po otevřeni a zavření příslušného ventilu.

Další informace o ovládání programu ECOMAC najdete v nápovědě programu, nebo v dokumentaci, která je uložena v adresáři programu C:\ECOMAC\manuals.

6. Kalibrace tlakoměru a průtoku pump

Kalibrace tlakoměru se provádí dvoubodově a to při nulovém tlaku a v předem zvoleném tlaku. Kalibraci lze provést jen v servisním modu souboru pump SEPAR 3, kdy jsou zpřístupněny servisní přikazy po sériové lince RS232.

Příprava komunikace

1. u počítače rozpojíme konektor MARKER/SERVIS a do konektoru, směřujícího k souboru pump SEPAR 3, zasuneme propojku SERVIS (v krytce konektoru CANON 9 jsou propojeny piny 6 a 7)

2. na počítačí spustíme program HyperTerminál z menu windows: Všechny programy - Příslušenství - Komunikace - HyperTerminál



a v menu Soubor - Otevřít otevřeme relaci pumpa.ht, pokud tento soubor ještě není k dispozici, tak se musí vytvořit

Soubor	Úpravy	Zobrazit	Zavolat
D 😅	3	<u>B</u> 9	P

Pokud vše proběhlo vpořadku, tak se nám zšedne ikona "zavolat" w okně programu HyperTerminal. A tím mámě otevřen komunikační kanál a můžeme zadávat příkazy. Pokud se nám zobrazí okénko



máme zapojen převodník USB-RS232 do jiného portu a pak musíme tento port nastavit v menu: Soubor - Vlastnosti - Připojit - Připojit pomocí a v okénku musíme příslušný port najít a nastavit.

Připojit Nasta	avení
Pump	změnit ikonu
Země:	Česká republika (420) 👻
Zadejte směr	ové číslo oblasti bez rozlišovacího čísla.
Směrové čísl oblasti:	•
Telefonní čís	slo:
Připojit pomo	сі: Соме.
	HDAUDIO Soft Data Fax Modem with COM3
🖉 Používat	TCP/IP (Winsock) smělove chsio zenie a obrasti
🔄 Pokud je	obsazeno, opakovat vytáčení

Poté musíme kliknout na ikonu "zavolat" 🔗

Zapíšeme první příkaz (dotaz na přístroj), aby jsme se přesvědčili, zda kumunikujeme se správným zařízením.

Příkaz: \$?IT<ENTER> pozn.: <ENTER> znamená klávesa ENTER SEPAR 3 odpoví: \$PSEPAR3-SW1.00



Pokud odpoví:

\$ERROR

Tak zkusíme příkaz poslat ješte jednou.

Tim máme navázánu komunikaci.

Vytvoření souboru pumpa.ht

Při prvním použití programu HyperTerminal je nutné nakonfigurovat komunikační kanál a to se provádí následujícím postupem. Spustíme program HyperTerminál a program nám nabídne okno: "popis připojení", nebo v menu klikneme na Soubor - Nové připojeni.

opis připojení	₹ 2 ×
Nové připojení	
Zadejte název a vyberte ikonu připojen Název:	ı f :
[
lkona:	
4	
	OK Stomo

V okénku "Název" napíšeme "Pumpa", vybereme ikonu a klikneme na "OK". V druhém okně "Připojit" klikneme na šipku v okénku "Připojit na" a vybereme spravný COM port a klikneme na "OK". V třetím okně "COMx - vlastnosti" vyplníme: Bity za sekundu: 9600 Datové bity: 8 Parita: Žádná Stop-bity: 1 Řízení toku: žádná

Nastavení portu		
Bity za sekundu:	9 600	•
Datové bity:	8	•
Parita:	Žádná	•
Stop-bity:	1	•
Řízení toku:	Žádná	•
	Obnovit	výchozí

A klikneme na "OK". V menu klikneme na Soubor - Vlastnosti - Nastavení - Nastaveni ASCII a zaškrtneme políčko: "Psané znaky lokalně opisovat", "Připojit kód odřádkování za přícházející řádky" a "Zalamovat řádky presahující šířku terminálu". V okenku Zpoždění řádků nastavíme 50ms a v Zpoždění znaků 20ms a klikneme na "OK".

Připojit Nastavení Funkční a šipkové klávesy a kombinac	Iastavení kódu ASCII Odesílání kódu ASCII ✓ Odesílat znaky konce řádků s kódem odřádkování ✓ Psané znaky lokálně opisovat Zpoždění řádků: 50 ms
Klávesa Backspace odešle znak	Zpoždění znaků: 20 ms
Emulace: Autodetekce Na ID teminálu Telnet: ANSI	Příjem kódu ASCII Připojovat kód odřádkování za přicházející řádky Zkracovat vstupní data na 7bitový kód ASCII Zalamovat řádky přesahující šířku teminálu
Počet řádků vyrovnávací paměti zpětného posunu: 500 Přehrát zvukový signál při připojován	OK Stomo
Nast	avení ASCII
	OK Stomo

A kliknutím na Soubor - uložit, tento soubor uložíme.

Kalibrace tlakoměru

Kalibrace tlakoměru se provádí dvoubodově a to při nulovém tlaku a v předem zvoleném tlaku. 1. Kalibrace při nulovém tlaku. System odtlakujeme, například otevřením ventilu Bypass a napíšeme přikaz: \$0 < CR >SEPAR 3 odpoví: Y < CR >Tím je zazamenán první kalibrační bod. Kalibrace při zvoleném tlaku. K systému připojíme kalibrovaný tlakoměr a systém natlakujeme na předem zvoleny tlak a napíšeme příkaz: 2nn < CR >kde nn je hexadecimlně hodnota tlaku SEPAT 3 odpoví: \$Y nebo \$N pokud je zvoleny tlak mimo povolený rozsah 10 - 80 Barů (0A - 50 hexadecimálně) a následně napíšeme příkaz \$1<CR> Tím je zaznamenán druhý kalibrační bod. Pokud se teď chceme přesvědčit, zda tlakoměr meří správně, zadáme příkaz: *\$?PA<CR>* SEPAR 3 odpoví: \$nn nebo \$H pokud je tlak vyšší než 255 barů nn je hodnota tlaku v hexadecimálním tvaru. Př.: 05 hexadecimálně je 5 dekadicky 0A hexadecimálně je 10 dekadicky 10 hexadecimálně je 16 dekadicky

64 hexadecimálně je 100 dekadicky

Tím je kalibrace tlakoměru provedena. Kalibrační data jsou zaznamenána v EEPROM paměti procesoru souboru SEPAR 3.

Kalibrace průtoku pump

Kalibrace průtoku pump se provádí samostatně pro každou pumpu. Přičemž pumpy A a B jsou použity pro čerpámí mobilní fáze a pumpa C je použita pro čerpání vzorku. Kalibrace je možná v rozsahu -10% az +10%. Kalibrace se provádi většinou jen při oživování celého systému.

V prvním kroku si nastavíme požadovaný průtok příkazem:

\$Axxxx <cr></cr>	pro pumpu A
\$Bxxxx <cr></cr>	pro pumpu B
\$Cxxxx <cr></cr>	pro pumpu C

kde xxxx je hexadecimální hodnota průtoku v desetinách l/min.

Př. chceme nastavit průtok 1,0 l/hod na pumpě A, tak vyšleme příkaz \$A000A<CR>

Na každý příkaz SEPAR 3 odpoví \$Y nebo \$N pokud je průtok mimo rozsah 0 - 10,0 1/min (0000 - 0064 hexadecimálně)

Poté spustíme čerpání příslušné pumpy příkazem:

\$RUNA<CR> pro pumpu A \$RUNB<CR> pro pumpu B \$RUNC<CR> pro pumpu C

nyní změříme průtok a pumpy zastavímě příkazem

\$STOP<CR> pro všechny pumpy

Vlastní korekci provedeme příkazem

\$4xx<CR>pro pumpu A\$5xx<CR>pro pumpu B\$6xx<CR>pro pumpu C

přičemž xx je hexadecimální číslo v rozsahu:00..0A...14 Číslo 0A odpovídá 0%, tj. bez korekce průtoku. Číslo 00 odpovídá -10% a číslo 14 odpovídá +10%.

Novým spuštěním pump a změřením průtoku ověříme uspěšnost kalibrace.

Ukončení kalibrace

Propojku SERVIS odpojíme a konektor MARKER/SERVIS připojíme zpět k jednotce PANDA30

Poznámky

Pro přepočet mezi hexadecimální soustavou a dakadickou je nejlépe použít kalkulačku z windows kterou nalezneme v menu windows: Všechny programy - Příslušenství -Kalkulačka a tu přepneme na programátorskou v menu: Zobrazit - Programátorská.

obrazit Úpr	avy N	ápověda	9					
								ЗA
				0000 15	000	0 00	911 :	1010 0
 Hex Dec Oct Bin 		Mod	Α	MC	MR	MS	M+	M-
	()	В	-	CE	с	±	1
	RoL	RoR	С	7	8	9	/	%
 Qword Dword Word Byte 	Or	Xor	D	4	5	6	*	1/x
	Lsh	Rsh	E	1	2	3	-	
	Not	And	F	-	0		+	-

V leve části kalkulačky potom přepínánáme tlačítkem HEX na hexadecimální a DEC na dekadickou soustavu. Při přepnutí se nám číslo na displeji kalkulačky automaticky přepočte do dané soustavy.

Po připojení převodníků USB - RS232 a jejich připojení k jednotlivým přístrojům, je dobré si poznamenat, který USB port je použit pro ten který přístroj. Pokud prohodíme USB porty, tak dojde k novému přidělení čísla COM portu a pak přestane daný přístroj komunikovat, jelikož je očekáván na jiném COM portu.

Pokud si nejsme jisti jak jsou přiděleny COM porty, tak spustíme "Správce zařízení" z Windows a otevřeme položku "Porty (COM a LPT)". Po vysunuti příslušného USB-RS232 převodníku z USB portu, zmizí jedna položka "Profilic USB-to-Serial Comm Port (COMx)" a po jeho následném zasunuti do USB portu se znovu objeví.

📇 Správce	zařízení
Soubor	Akce Zobrazit Nápověda
(= =)	
A PC-	Milos
Þ	Adaptéry PCMCIA
Þ 🍃	Baterie
Þ.	Diskové jednotky
Þ 🌉	Grafické adaptéry
6.0	Jednotky DVD/CD-ROM
j	Klávesnice
Þ -	Modemy
Þ .	Monitory
DA	Myši a jiná polohovací zařízení
b-4	Počítač
17	Porty (COM a LPT)
	Prolific USB-to-Serial Comm Port (COM6)
27 <u> </u>	n de la constante a constant sente de la constante de

7. Vyrábí, dodává a servisuje

Separlab s.r.o. Brázdimska 214, 190 00 Praha 9 tel 00420 242449669 e-mail: info@separlab.eu