

# 柱后衍生反应器

## 使 用 说 明 书

# 目 录

内容简介	1
一、产品主要特点	2
二、主要技术指标	3
三、使用方法	3
1. 重要提示	3
2. 温度设定操作	3
3. 系统参数设置	4
4. 报警温度设定	4
5. 温度传感器校正	6
6. P. I. D、自整定及相关参数设置	6
7. 参数锁设定	7
四、常见故障及简易排除方法	7
五、注意事项及日常维护	8
附录一：温控器面板示意图	9
附录二：液相色谱柱安装参考图	9
用户信息反馈表	10
产品保修卡	11

## 简介

色谱是一种分离科学，HPLC 象其他类的色谱一样，依据样品的结构进行分离，HPLC 分很多种，它们往往可以将物质分离，被分离的组分峰应该被检测到，通常最常用的检测器为 UV/VIS 或荧光检测器，但是很多物质不能够被检测，或者很难与背景区分以致不能被检测。柱后衍生则很好地解决了这一问题。

柱后衍生也称为柱后反应，主要目的是使本来不可检测的物质变为可检测的物质，这种方法主要是将分离后的物质通过反应使之具有可检测的物理性质。典型的方法是通过一种反应使物质带有带色基团，或使物质能够产生荧光。在有些情况下可以使检测灵敏度提高几个数量级。大部分的溶剂对于某一特定类型的物质有一定的选择性，该类物质因而可以从复杂的背景中被检测到。所以柱后衍生的最大作用在于提高灵敏度和选择性。

柱后衍生系统是将 HPLC 的柱后洗提液与衍生试剂混合，混合溶液在一定的时间内通过反应器完成反应，如果反应速度慢，将加热反应器以提高反应速度。有些反应则需要加入两种溶剂，最后混合液进入检测器检测一般是用 UV/VIS 或荧光检测。一个完善的柱后衍生系统需要计量泵、脉冲阻尼器、加热线圈、安全系统等以确保提供安全、可靠的数据。

柱后衍生系统和方法为您提供的可选择性、灵敏性和色谱重现性是 UV-VIS 或柱前衍生方法所不能及的。柱后衍生仪可以与一套标准的液相色谱相连，配备衍生试剂和柱后设备为您提供一套可靠、精确的分离与检测方法。能为下列各种物质的分离与检测提供从仪器、试剂到分析方法的全套解决方案。

**为了正确地使用本产品，请先阅读使用说明书并遵照其操作！**

## 一、产品主要特点：

1. 温度设定分辨率：0.1℃ 温度范围：室温及以上～150℃
2. 精确的温控稳定系统：温控系统采用国际先进微处理机芯片，高灵敏度温度传感器，可使温度设置与控制精度达到±0.1℃，而且持续稳定；确保了自整定功能（PID）和实时指示的准确性；
3. 操控简便易行：双窗口三位数字设定与 LED 高亮数码管显示，触摸型按键，以及程序超时自动返回功能等人性化的界面设计，使温度设定和控制操作简便，更易掌握；
4. 快速升温与恒温系统：本产品配备大功率加热元件，铝合金高效导热内胆，磁力吸合式单开保温柱箱盖设计，可使恒温腔在短时间内达到指定温度并保持稳定；
5. 安全保护系统：本产品具备双重过温自动断电保护功能，独特的声音报警提示，避免用户意外损失，设备运行更加安全可靠；
6. 稳固的柱箱设计：本产品使用整体加厚合金制造，稳重可靠，标准化外观设计简洁大方，能以不同的摆放方式可与各种型号液相色谱系统配套，以适应实验室空间要求；
7. 防漏液防腐蚀：本产品为一体化设计，机壳内外表面均喷涂耐腐蚀漆料，同时配以双面漏液孔，当流动相在恒温腔内发生泄漏时，可及时将液体排出，避免在其内部扩散。

## 二、主要技术指标：

温度设定分辨率：0.1℃	温度范围：室温及以上~99.9℃
温度准确：±0.25℃	温度稳定时间：<25 分钟
恒温误差：±0.1℃	温度过冲：<1.8℃
绝对精度：50℃时±0.1℃	恒温腔尺寸：75mm×35mm×400mm
重复性：±0.1℃	外形尺寸：260mm×120mm×430mm (CO-2000 型)
重量：约 5Kg	加热功率：120w      电源：220V/50Hz
屏幕显示：4 位 LED 实际温度显示(红色)	4 位 LED 设定温度显示(绿色)

## 三、使用方法：

- 1. 重要提示：**设备通电使用前请检查电源插座是否良好接地，若没有请用线接好其背面保护地线！柱大量漏液时可能对电气有腐蚀作用，长期腐蚀可能引起漏电，造成事故损失，因此请先确保仪器良好接地！
- 2. 温度设定操作：**通电并打开设备开关，系统进入恒温监控状态。此时 PV 窗口显示数值（红色）为实际温度，SV 窗口显示数值（绿色）为设定温度。产品出厂预设温度为 40.0℃，请用户根据实际需要更改。

设定方法：直接点按“∨”键减小温度设定值，点按“∧”键增大温度设定值，SV 窗口显示数值（绿色）每次增减幅度为 0.1℃，（或按住上述增、减键不放，温度设定数将以每秒 8.0℃变化）直至达到所需设定值停止点按上述键，即为设定完成。

当设定值高于环境实际温度值，温控系统立刻启动加热元件，PV 窗口温度数值会逐步接近 SV 的设定温度值，稍有过冲后回落，再逐步稳定在设定温度，并在此温度附近微幅波动达恒温状态。此过程需要一段稳定时间（≤30min）。仪器每次自动保存上次使用设定的温度。其中控制面板“OUT”指示灯长亮表示升温，闪烁表示接近设定恒温或恒温加热，“ALM”为报警指示灯。

- 3. 系统参数设置：**本产品出厂时均经过标准调试及检测操作，所有参数已设置完毕，普通用户若非必要，请勿随意改动系统参数值，否则直接影响温控精度与稳定时间！

设定方法：按住“SET”键 $\geq 3$ 秒钟，进入系统设置菜单，此时PV窗口显示数值（红色）为系统参数项目名称，SV窗口显示数值（绿色）为该项目实时参数值（注意：如果5秒内未对任何按键进行操作，将自动退出系统设置菜单，并恢复恒温监控状态。）

以下为各参数出厂默认设定值（由于每台设备硬件差异，该参数值仅供参考）：

参数名	CC	AL. $\bar{1}$	AL. 2	SC	P	I	D	T	lok	At
默认值	0	100	100	随机	100	80	20	1	0	0

\*若温控出现问题请尝试还原以上各项参数值。

#### 4. 报警温度设定：本设备最高使用温度 $\leq 150^{\circ}\text{C}$ ，保护温度“AL. $\bar{1}$ ”

出厂默认值设定为 $80.0^{\circ}\text{C}$ ，过温时会有独特的声音报警，专用硬件保护器自动切断加热电源，以防元器件失控，保护色谱柱。当温度下降到 $80.0^{\circ}\text{C}$ 以下，自动恢复加热电源，温控安全性好！用户可根据实际需要更改报警温度值。

设定方法：（1）报警功能设定：进入系统设置菜单后，PV窗口显示“[[”（红色），SV窗口显示数值（绿色）为当前报警功能状态参数值（其中“0”为上限绝对值报警；“1”为上限偏差报警；“2”为下限偏差报警），点按“ $\vee$ ”键或“ $\wedge$ ”键切换相应参数值完成设定。然后点按“SET”键进入下一参数项目设定或停止任何操作，等待5秒后系统将自动保存设定值，并退出系统设置菜单，恢复恒温监控状态。

（2）报警值设定：进入系统设置菜单后，继续点按1次“SET”键，PV窗口显示“AL.  $\bar{1}$ ”（红色），SV窗口显示数值（绿色）为当前第一报警参数值（其中“Sa1”为上限绝对值；“S1 $\bar{1}$ ”为上限偏差；“S1 $\bar{2}$ ”为下限偏差），其余操作同上。

（3）报警值设定：进入系统设置菜单后，继续点按2次“SET”键，PV窗口显示“AL. 2”（红色），SV窗口显示数值（绿色）为当前第二报警参数值，其余操作同上。

#### 5. 温度传感器校正：在实际应用中，由于传感器硬件测量误差等各种原因可能导致设备检测温度值不能正确反映实际值，影响测控的真实性，为此在必要时需对温度传感器进行一定的校正。

例如：仪器开机设定 $40.0^{\circ}\text{C}$ 稳定后，若用标准水银温度计测量恒温腔内部温度（通常测量腔内空气温度会低于加热体温度），假设为 $37.5^{\circ}\text{C}$ ，则修正值为：

37.5℃-40.0℃=-2.5。首先进行传感器温度“初校正”，再进行“复校正”。

校正方法：进入系统设置菜单后，连续点按“SET”键，直至PV窗口显示“SC”（红色），SV窗口显示数值（绿色）为随机出厂默认设定值，点按“∨”键或“∧”键将参数值改为“-2.5”（注意数字前的正负号及小数点），完成设定。然后点按“SET”键进入下一参数项目设定或停止任何操作，等待5秒后系统将自动保存设定，并退出系统设置菜单，恢复恒温监控状态，“初校正”完毕。此时仪器自动重新调整温度，温度达到40.0℃并恒定后，再次测量恒温腔内部温度，假设为40.5℃，则SC修正数值为40.5℃-40.0℃=0.5，则确定最终“SC”修正数值为两次的代数和： $-2.5+0.5=-2.0$ ，校正方法同上（注意数字前的正负号及小数点），“复校正”完毕。

一般传感器经过一次修正即可，二次修正可以使温控精度更高！本设备出厂时以40.0℃做过修正调整。用户可根据需要使用标准温度计，在不同的温度点进行自行校正。（注意防止把正确的值修改至不正确）

**6. P. I. D、自整定及相关参数设置：**本产品温控系统使用的智能温控芯片具有PID控制功能，即可按照设定与测量的温度偏差的比例，偏差的累积和偏差变化的趋势进行温度自动控制。其中“P”表示比例带；“I”表示积分时间常数；“D”表示微分时间常数；“T”表示控制周期。这几项参数的合理设定对系统的控制品质至关重要。对控制规律不熟悉的普通用户，可采用自整定方式，由仪表自动完成上述参数设置。

设定方法：进入系统设置菜单后，连续点按“SET”键，直至PV窗口显示“At”（红色），SV窗口显示数值（绿色）为最近一次设定值（出厂设定值为“0”，点按“∨”键或“∧”键将参数值改为“1”，完成设定。然后点按“SET”键进入下一参数项目设定或停止任何操作，等待5秒后系统将自动保存设定，并退出系统设置菜单，恢复恒温监控状态，此时温控面板红色“AT”指示灯闪烁，在设定点附近经位式控制达到三个周期后（整定时间根据不同工作情况长短不同）自整定结束，直至“AT”指示灯熄灭，整定出来的P. I. D参数自动保存于温控芯片内。

**7. 参数锁设定：**为防止意外操作修改系统参数值，请在每次修改完系统参数值并保存后，将“lok”项下值设为非“0”数值，即完成参数项锁定。下次修改参数前将其还原为“0”即可解锁。具体操作请参考系统参数设定。

#### 四、常见故障及简易排除方法：

1. 开机面板不亮：检查插座电源及保险丝；
2. PV 有数值有声音：过温报警，改变报警温度或设定温度；
3. PV 无数值有声音：为接线松动，铂电阻接线开路或短路；
4. 温度波动大：改动了内部参数，还原原记录值即可；
5. 色谱柱安装完毕，开启高压泵经过 1 至 2 分钟恒压运行后，用滤纸检查柱前后确定无漏液后再合上柱箱门，漏液应及时清洁，避免流动相溶剂对设备的腐蚀；避免环境影响，缩短平衡时间；
6. 请勿自行拆开仪器或任意改变温度控制器的内部设置，普通用户对于复杂的系统参数设置不熟悉时尽量使用出厂默认值或仪器自动设定值，如有问题请及时与本公司联系；
7. 仪表放置及运行期间尽量远离大的电磁干扰源，以减少其对仪表精密度的影响。

上述问题您无法解决时，请与经销商或厂家联系。

若要检查或手动修改整定后的 PID 参数，可参照“系统参数设置”方法进入系统应用菜单后操作。

##### 注意事项：

(1) 在仪表自整定过程中，必须保持电源的连续供电，并尽量减少干扰，否则需重新启动整定；

(2) 在控温对象的初始升温过程中启动自整定功能和接近整定点时启动自整定所整定出来的两套参数有可能不一致，一般选用后一套参数为佳；

(3) 干扰很大的场合，可以采取多次整定的方法检查整定后出来的参数进行比较、确定、修改。

#### 五、注意事项及日常维护：

1. 使用前请检查电源插座是否良好接地，若没有请用线接好背面保护地线！柱大量漏液时可能对电气有腐蚀作用，长期腐蚀可能引起漏电，造成事故损失，因此请确保仪器良好接地。
2. 应保持柱箱部件的清洁，不用时请切断电源。