

取扱説明書
示差屈折率検出器
RI-31

製造・販売元 山善株式会社

〒532-0011
本 社 大阪市淀川区西中島 5-14-22
(リカルト新大阪ビル 3 階)
電話 (06) 6304-5839
FAX. (06) 6304-3681
〒101-0043
東京営業所 東京都千代田区神田富山町 17
(秋元ビル)
電話 (03) 5256-6481
FAX. (03) 5254-6480

ご使用前に、必ずこの『取扱説明書』をお読み下さい。
お読みになった後も、大切に保管を御願い致します。

はじめに

このたびは、示差屈折率検出器 RI-31 を御購入頂き、誠に有り難うございます。

示差屈折率検出器 RI-31 は、中圧分取液体クロマトグラフ用の示差屈折率検出器です。ミリグラムから数十グラムオーダーの分取に対応できます。

安全上のご注意

1. シグナルワードの定義

この取扱説明書をお読みになる上で、次のような表示の約束（記号の定義）が有ります。

内容を良く理解してから、本文をお読み下さい。

警告：もし、この警告を無視すると、死亡又は重傷、財産への重大な損害及び、火災の発生につながる間接的な危険内容を示します。

2. 安全上のご注意

この装置をご使用頂く上で、操作者の安全を守るために次の項目をお守り下さい。

警告：示差屈折率検出器 RI-31 は、理化学実験を目的とした装置です。

誤った方法で使用すると、重大事故につながる恐れが有ります。

理化学実験に関する正しい知識をもたれた研究者及び、その指導の下でご使用下さい。

使用上のご注意

示差屈折率検出器 RI-31 の取扱いは、下記の点に充分ご留意下さるようにお願い致します。

1. 機器の設置場所は、振動等が無い水平で堅牢な台に設置して下さい。
2. 電源コードのアースは、必ず接地して下さい。
3. 腐蝕性ガス中や、温度変化が激しく結露するような所では使用しないで下さい。
4. 機器背面の配線部は、水や溶媒で濡らさないように注意して下さい。
5. 配管接続部から液漏れが無いように、継ぎ手類は確実に締め付けて下さい。
6. フローセルには 5 kg/cm²以上の圧力をかけないで下さい。
7. 長くご使用して頂くために、使用後は溶媒を流して流路内にサンプルを残さないようにして下さい。

目 次

1. 仕様		
1-1. 装置仕様	_____	P. 2
1-2. 付属品	_____	P. 3
2. 動作原理		
2-1. 特徴	_____	P. 4
2-2. 動作原理	_____	P. 4
3. 各部の説明		
3-1. 装置正面	_____	P. 8
3-2. 装置背面	_____	P. 9
4. 操作の説明		
4-1. 準備	_____	P. 10
4-2. 操作手順	_____	P. 11
5. 保守メンテナンス		
5-1. 光軸の調整	_____	P. 12
6. 注意事項		
5-1. 設置場所について	_____	P. 12
5-2. その他	_____	P. 13
7. トラブルシューティング		
6-1. ベースラインのノイズ	_____	P. 14
6-2. ベースラインのドリフト	_____	P. 14
6-3. 作動不良	_____	P. 15

1. 仕様

1-1. 装置仕様

測定方式	: デフレクションタイプ
屈折率範囲	: 1.00~1.75
測定レンジ	: $0.5\sim 200\times 10^{-4}$ RIU/FS
ノイズ	: 5×10^{-7} RIU 以下(水使用時)
セル耐圧	: 5kg/cm ² G
セル容量	: 10 μ l
セル角度	: 45°
測光レンジ	: 0.5~200(10段切換)、S
温度調節	: 33℃ 固定(温調付仕様のみ)
流路系内径	: (入口) ϕ 1.0mm (出口) ϕ 1.0mm
接液部材質	: ステンレス、テフロン、石英ガラス
レコーダー出力	: 0~10mV(マーカ出力付)
インテグレーター出力	: MAX 1.5V
消費電力	: 150W
電源	: AC100V \pm 10%(50/60Hz)
寸法	: W 206×D 442×H 190 (但し、突起部を除く)
重量	: 約 13kg
オートゼロ	: 電子制御方式、正面パネルスイッチにより作動(オプション)

1-2. 付属品

ステンレスチューブ ϕ 0.8×1/16"	_____	2m
テフロンチューブ ϕ 0.8×1/16"	_____	2m
F16 フィットセット	_____	3個
ユニオンジョイント	_____	1個
No.10 セットネジ(カーボンピーク)	_____	4個
シリンジ	_____	1本
サンプル注入針(テフロンメクラ栓付)	_____	1本
六角レンチ	_____	1本
レコーダ接続用信号ケーブル	_____	1本
3ピン=2ピン変換コネクタ	_____	1個
電源コード	_____	1本
ヒューズ(3A)	_____	1本

2. 動作原理

2-1. 特徴

1. RI-31は、デフレクションタイプの示差屈折計です。使用屈折率範囲が広く光量自動調節機構を内蔵していますので、フローセルの汚れ等による感度低下を補償します。
2. 光源には超高輝度LEDランプを使用していますので、低電圧で大光量が得られ又、ランプの発熱によるベースラインのドリフトもありません。
(但し、温調機能は温調付仕様のみ)
3. 光学系と電気系とを一体化し、光学系には高精度な温調を施してあり、検出器内の恒温性が極めて高く、安定性の良い測定ができます。
4. オートゼロ機構やリファレンスパージ機構等はオプションとして全て準備されていますから、後からでもグレードアップが可能です。標準仕様でもRIとしての基本機能は全て内蔵されていますから、コストパフォーマンスに優れたRIといえます。

2-2. 動作原理

デフレクションタイプのRI(示差屈折計)は、フローセル内の仕切りで接した補償溶液(リファレンス液)と試料溶液中を光が通過する際に、両溶液間の屈折率の差に対応して屈折が起こります。この屈折によって生じた像の変位を電気信号変換して記録します。

RI-31の原理図を図. 1に示します。

光源(LEDランプ)より出た光は第一スリット、コリメーターレンズ、第二スリットを経てフローセルに入ります。フローセルで屈折した光はミラーで反射され、再びフローセル、第二スリット、コリメーターレンズを経て受光素子(フォトダイオード)上に像を結びます。屈折率差によって生じる像の変位を受光素子によって電気信号に変換され、この信号を増幅、レンジ設定等の必要な信号処理が行われた後に出力端子へ導かれます。

光学系は周囲温度の変化によるベースラインのドリフトを低減する為に、温度調節を行っています。又、光量の変動やフローセルの汚れによる感度変化を補償する為、自動光量調節回路が内蔵されています。RI-31の電気回路構成図を図. 2に示します。

流路系は、フローセルの二つの部屋にそれぞれ

〔入口〕φ1.0mm 〔出口〕φ1.0mm

の配管を施してありますから、一つの流路へ試料を流し、もう一つの流路へリファレンス液を封入します。

流路図を図. 3に示します。

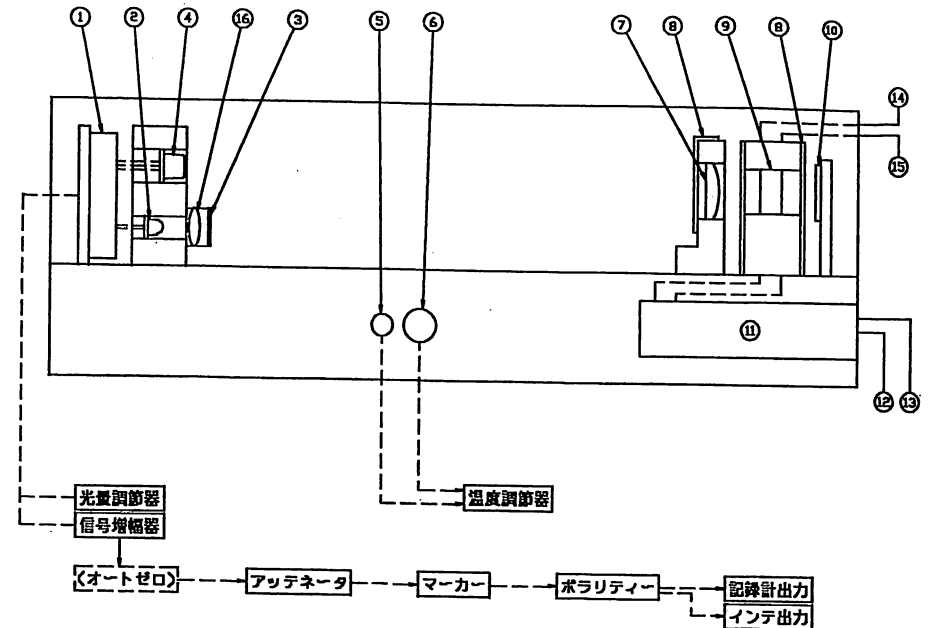


図. 1 原理図

1. プリアンプ基盤
 2. LEDランプ
 3. 第一スリット
 4. 受光素子
 5. サーミスタ
 6. ヒーター
 7. コリメーターレンズ
 8. 第二スリット
 9. フローセル
 10. ミラー
 11. 熱交換器(プレヒートブロック)
 12. サンプル(入口)
 13. リファレンス(入口)
 14. サンプル(出口)
 15. リファレンス(出口)
 16. 集光レンズ
5. サーミスタ } 温調付仕様機のみ
6. ヒーター }

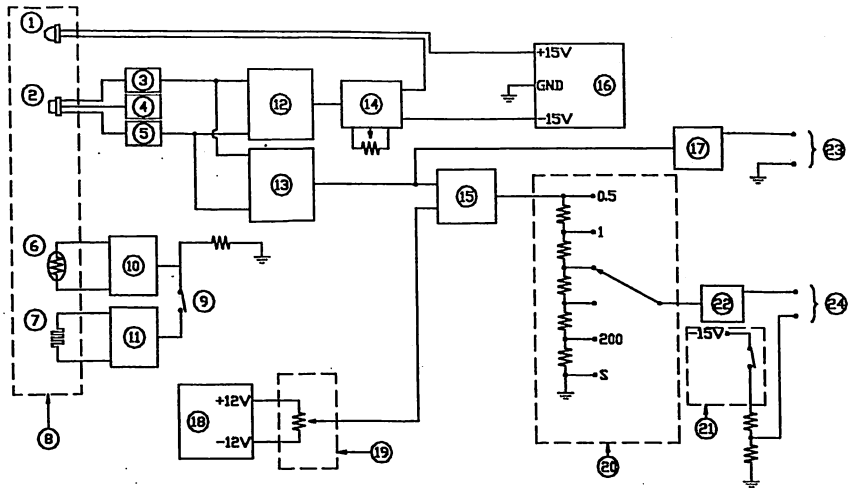


図.2 電気回路構成図

- 1. LED ランプ
 - 2. 受光素子
 - 3. 増幅器
 - 4. 受光素子用電源
 - 5. 増幅器
 - 6. サーミスタ
 - 7. ヒーター
 - 8. 温調ブロック
 - 9. 温調スイッチ
 - 10. 温調回路
 - 11. パワー回路
 - 12. 加算回路
 - 13. 減算回路
 - 14. 自動光量調整回路
 - 15. 加算回路
 - 16. ランプ用電源
 - 17. フィルター
 - 18. ゼロ調整用電源
 - 19. バランスダイヤル
 - 20. 測定レンジ切換スイッチ
 - 21. マーカースイッチ
 - 22. フィルター
 - 23. インテグレート用出力端子
 - 24. レコーダ用出力端子
- } 温調付仕様機のみ

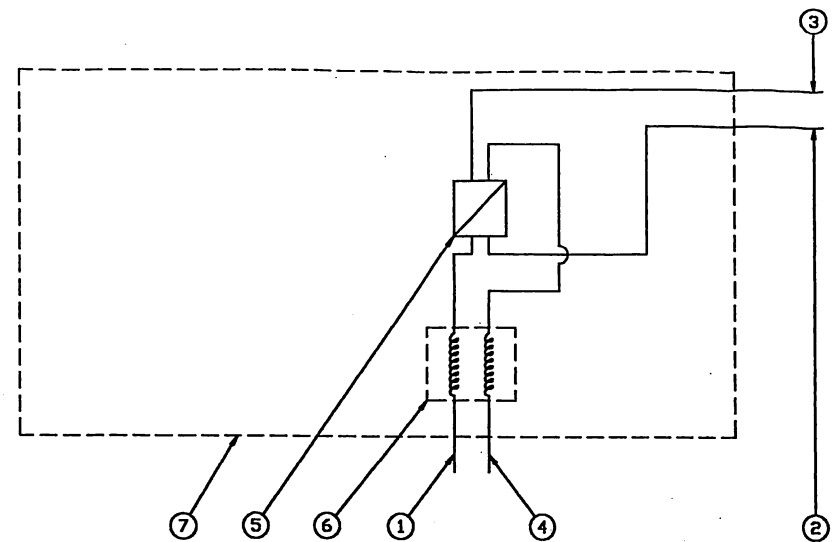


図.3 流路図

- 1. サンプル入口
- 2. サンプル出口
- 3. リファレンス出口
- 4. リファレンス入口
- 5. フローセル
- 6. 熱交換部
- 7. 光学ブロック

3. 各部の説明

3-1. 装置正面

No	名称	機能
1	電源スイッチ	スイッチを押すと、パイロットランプが点灯し装置が作動します。スイッチを再度押すことにより、電源がOFFになります。
2	ゼロ調つまみ	記録計上のゼロ調を行うダイヤルです。
3	レンジ切替つまみ	検出器感度の切替を行います。
4	オートゼロスイッチ (オプション)	このスイッチを押すと、レコーダ上のゼロ位置にベースラインを戻すことができます。
5	ポラリティー切替 スイッチ	検出器出力の極性を変える時に使用します。
6	マーカースイッチ	試料注入時、押すことによりチャート上にマークを入れることができます。
7	サンプルIN	サンプル入口
8	サンプルOUT	サンプル出口
9	リファレンスIN	リファレンス液入口
10	リファレンスOUT	リファレンス液口

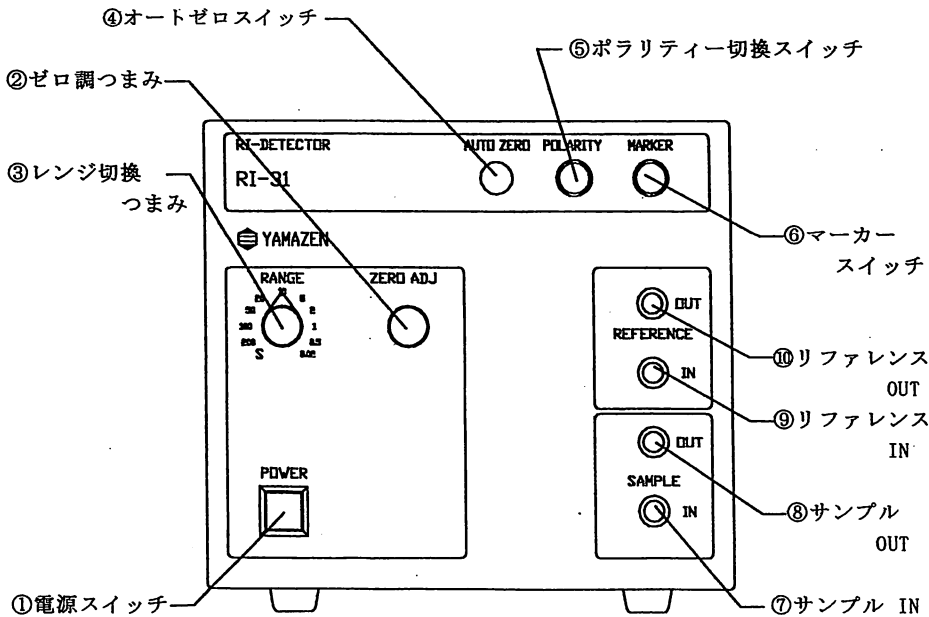


図.4 装置正面図

3-2. 装置背面

No	名称	機能
1	レコーダー出力端子	レコーダー用出力です。(出力 10mV)電源にアースがない場合には、この GND 端子にアースをして下さい。
2	インテグレータ出力端子	インテグレータ用出力です。(出力 1V)電源にアースが無い場合には、この GND 端子にアースをして下さい。
3	温度調節スイッチ (オプション)	温度調節を ON-OFF するスイッチです。このスイッチを ON にしますと、温度調節が行われます。
4	ヒューズホルダー	指定外のヒューズは使用しないで下さい。
5	電源コード差し込み口	付属の電源コードを差し込み、反対側を AC100V コンセントに接続します。 *アースは必ず接地して下さい。

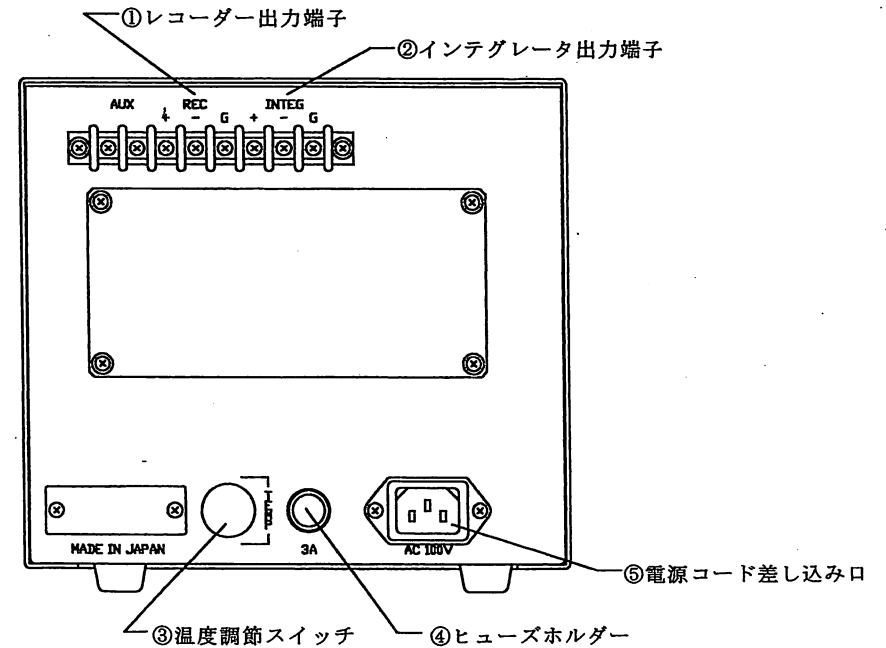


図.5 装置背面図

4. 操作の説明

4-1. 準備

RI-31 は納入前に光軸調整を行ってありますので、次の手順で正しくセットして下さい。

1. 液体クロマトグラフ及びカラムが十分洗浄され、カラムからの流出液にゴミ等の汚れのないこと、正常に作動していることを確認して下さい。
2. 検出器を液体クロマトグラフのカラム出口に近い位置に置き、下図のように配管して下さい

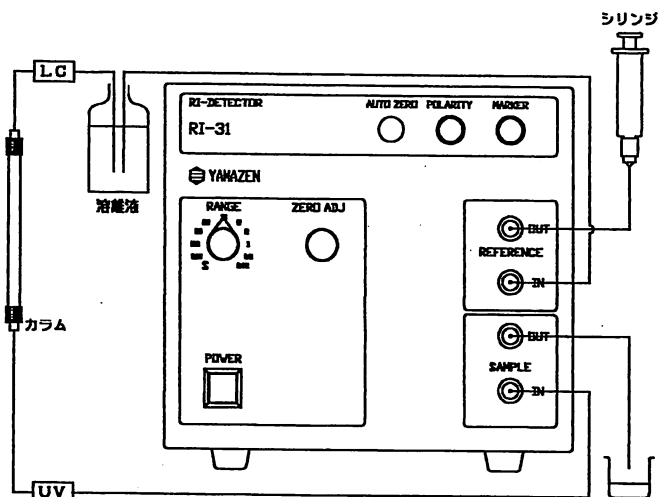


図.6 流路配管図

3. 3-2. 装置背面 (P.9) を参照して、付属の電源コード、レコーダ接続用信号ケーブルをそれぞれ正しく接続して下さい。インテグレータを使用される場合には、インテグレータ専用信号ケーブル(別売)を用いて接続して下さい。
4. リファレンス液出口にシリンジを取り付けて下さい。
5. サンプル出口の配管は廃液ビン、或いは、回収ビンに入れて下さい。
6. 液体クロマトグラフ用の溶離液は、RI よりも高い位置に置いて下さい。無理な場合には溶離液を小さな容器に小分けして、これをリファレンス液とし、この容器を RI よりも高い位置に置いて下さい。

4-2. 操作手順

1. 各部配管の接続を確認し、電源スイッチを ON にして下さい。
(温調スイッチが付いている場合、それも ON にして下さい。温調は約 30 分で安定します。但、溶媒又は、試料の温度を 35℃以上に上げられない場合には、温調スイッチを OFF にして下さい。この場合には、できるだけ室温変動の小さい状態でご使用下さい。)
2. 図.6 流路配管図 (P.10) のように配管し、リファレンス液出口に接続しているコネクタ付注射針に付属のシリンジを取り付け、ピストンを手前に引いてリファレンス液を 20~30ml 通液します。次にシリンジを外し、コネクタ付注射針の末端をピーカー等の廃液ビンで受けながら、10~20ml 程度自然落下させます。充分にリファレンス液の交換が行われましたら、付属のテフロン栓を用いて、コネクタ付注射針の末端に栓をします。尚、リファレンス液の入った容器が RI よりも高い位置に置いてあれば、次にリファレンス液を交換するときには、このテフロン栓を外すだけで液が流れますので便利です。
尚、流路が乾いて液が流れない場合は、再度シリンジで引いて下さい。
3. 接続したレコーダーのメインスイッチを ON にするとともに、液体クロマトグラフを動作させて下さい。この時、各部接続部分に液漏れが無いことを確認して下さい。
4. RI のレンジ切換ダイヤル (RANGE) を S にして、レコーダーのゼロ調節を行って下さい。次に、レンジ切換ダイヤル (RANGE) を $\times 200$ にして、RI のゼロ調ダイヤル (ZERO .ADJ) でゼロ調節を行って下さい。
5. レコーダーでベースラインのドリフトの状態を見ながら、使用する測定レンジに切換えて下さい。この時、ベースラインのゼロ位置がずれる事がありますが、この場合には再び RI のゼロ調ダイヤル (ZERO .ADJ) でレコーダーのゼロ位置に合わせて下さい。
6. 使用したい感度でベースラインが充分安定したところを確認したのち、分析、分取を始めて下さい。

5. 保守メンテナンス

5-1. 光軸の調整

光軸調整は通常必要ありませんが、フローセルのサンプル側、リファレンス側に同一溶媒を満たした状態で、次の要領で行って下さい。

1. まず、ゼロ調ダイヤルをどちらか一方に完全に回しきった状態にします。
2. 次に、ゼロ調ダイヤルを5回転だけ戻します。
3. レンジ切換ダイヤルを×200にします。
4. RIの本体カバーを外します。
5. 接続したレコーダーのペンがスケール内に納まるように(完全に中央でなくてもよい)光軸調整穴に付属の専用ドライバーを用いて、ミラーの左右を調整します。
6. さらに、ゼロ調ダイヤルを回してみ、レコーダーのペンが+側にも-側にも充分振れるようにならまでミラーの角度調整を行います。
7. 最後に、本体カバーを取付ければ完了です。

6. 注意事項

6-1. 設置場所について

設置場所について、以下の点にご注意下さい。

1. RIは周囲の温度変化や、振動の影響を受けやすい装置ですから、直射日光の当たる場所、エアコンの送風口、窓からの風が直接当たる場所、振動の発生する装置の近くでは使用しないで下さい。又、RIの近くで振動や火気、熱風の発生する作業等は行わないで下さい。
2. やむをえず風の当たる場所や、温度変化の大きい場所で使用する場合には、装置に風が当たらないように囲うか、断熱材を利用した箱に入れてご使用下さい。又、カラム出口からRIの入口までの配管をガーゼ等で巻いて断熱してご使用下さい。
3. RIは傾斜した場所に設置しないで下さい。
4. 本器は、防爆構造になっておりませんので、防爆エリアや引火ガス、可燃性蒸気の充満した場所で使用しないで下さい。

6-2. その他

1. 使用する溶媒を変える場合には、新しく使用する溶媒で充分流路、セル内を洗浄して下さい。特に、水系で使用してヘキサンやクロロホルムのように、お互いに溶解しない溶媒に変える場合には中間でメタノールやアセトンのような、両者を溶解する溶媒で洗浄した後新しく使用する溶媒でご使用下さい。
2. 使用する溶媒は、充分脱気したものをご使用下さい。
3. 酸等の腐食性溶媒は使用しないで下さい。
4. セル材質に石英ガラスを使用しておりますので、腐食性アルカリ溶媒は使用しないで下さい。
5. テフロンチューブで配管する場合には、押ネジをスパナ等で強く締めないで下さい。手でいっぽいに締めるだけです。
6. 出力端子の+、-をショートさせないで下さい。
7. 出力端子の-側は接地(アース)しないで下さい。尚、レコーダ側端子で-側が接地(アース)されている場合がありますので、確認して下さい。
8. 本器は同一本体内に、流路系と電気回路系が設置されておりますので、液漏れが認められた場合は、直ちに使用を停止して下さい。

7. トラブルシューティング

7-1. ベースラインのノイズ

項目	現象	原因	対策
A		検出器リファレンスの気泡	リファレンス液を 10~20ml 取り替える。
B		サンプルセル内の気泡 1. 溶媒の脱ガス不十分 2. ポンプのシール不良 3. ポンプへの液の供給不足によりポンプ入口で減圧され気泡が吸収される。 4. 廃液受の位置が低くセル内が減圧きみ。	1. ポンプのシール交換。 2. 溶媒タンクの位置を高くする。 3. 廃液受の位置を高くする。
C	 段々大きくなるのはゴミが多い。	ポンプの脈流をひろう。 1. 検出器出口のパイプが細すぎてセル内が加圧きみである。 2. セル内のゴミ。 3. カラムが短くポンプの脈動が激しい。	1. 検出器出口のパイプをφ0.5mm以上のものにし余計な抵抗はつけない。 2. セル内のゴミ除去『5-1.その他』(P.13)参照 3. ポンプに脈動防止を入れる。
D	定期的にはいるノイズ 	電源電圧の変動による同じ電源ラインに電気炉 SCR 等のノイズ源がある。	別の電源を利用する。
E	不規則ドリフトを伴う	セル破損漏れも生じる。	

7-2. ベースラインのドリフト

項目	現象	原因	対策
A	一方向のドリフト 	1. 温調のおくれ 2. 溶媒の組成変化によるドリフト 3. カラムからの流出物 4. セルの液漏れ	1. 安定化を待つ。15~16分。 2. 有機溶媒中の水分組成 2成分 3成分の溶媒等では顕著安定化を待つ。 3. カラムコンディショニングを充分に行う。 4. パッキング交換又はセル交換
B	長い周期の変動 	室温の変化が激しい	『5-1. 設置場所について』(P.12)参照

7-3. 作動不良

項目	現象	原因	対策
	ゼロ調ダイヤルを回しても、レコーダのペンが一方へ振り切れたまま	1. リファレンス液がサンプル溶媒と異なる。 2. リファレンスに液が入っていない。 3. レコーダへの信号ケーブルが接触不良、又は断線を起こしている。 4. 光軸のずれが生じている。 5. RI ランプが断線している。	1. リファレンス液の交換を行う。 2. リファレンス液を補充する。 3. 不良箇所を修復する。 4. 光軸調整を行う。 5. RI ランプを交換する。