

# UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器 用户使用手册

[©DEAIC@2012.10.31]



# 目录

<b>第 1 章</b>	<b>概述.....</b>	<b>1-1</b>
1.1	简介.....	1-2
1.2	功能特点.....	1-3
1.3	技术指标.....	1-7
<b>第 2 章</b>	<b>安装.....</b>	<b>2-1</b>
2.1	标准附件.....	2-1
2.2	安装条件.....	2-2
2.2.1	环境条件.....	2-2
2.2.2	温度条件.....	2-2
2.2.3	湿度条件.....	2-2
2.2.4	电磁噪声.....	2-2
2.2.5	排风和防火.....	2-2
2.2.6	安装空间.....	2-2
2.2.7	接地.....	2-2
2.3	前面板.....	2-3
2.4	后面板.....	2-5
2.5	管路连接.....	2-7
2.5.1	连接管材料.....	2-7
2.5.2	连接管的清洗.....	2-7
2.5.3	检测器连接.....	2-7
<b>第 3 章</b>	<b>工作原理.....</b>	<b>3-1</b>
3.1	基本理论.....	3-1
3.2	原理与构成.....	3-3
3.3	光学系统.....	3-4
3.4	电路部分.....	3-5
<b>第 4 章</b>	<b>基本操作.....</b>	<b>4-1</b>
4.1	开机.....	4-1
4.2	基本操作.....	4-3
	设定波长和输出范围.....	4-3
4.3	常规操作.....	4-4
4.3.1	进入基本参数设定菜单.....	4-4
4.3.2	波长设定.....	4-4
4.3.3	输出范围设定.....	4-5
4.3.4	响应时间设定.....	4-5
4.3.5	内参比波长设置与取消.....	4-6
4.3.6	返回其他状态.....	4-6
4.4	波长时间程序.....	4-7
4.4.1	波长时间程序参数设定.....	4-7
4.4.2	运行时间波长程序.....	4-8
4.4.3	终止时间波长程序.....	4-8
4.5	检测器工作参数.....	4-9

4.5.1	氘灯和钨灯的开关状态.....	4-9
4.5.2	氘灯和钨灯的使用时间.....	4-9
4.5.3	氘灯和钨灯开启次数.....	4-9
4.5.4	氘灯和钨灯能量.....	4-10
<b>第 5 章</b>	<b>检测器的维护.....</b>	<b>5-1</b>
5.1	检测池清洗.....	5-1
5.2	更换氘灯与钨灯.....	5-3
5.3	色谱分析常见问题及处理方法.....	5-5
<b>附录</b>	<b>.....</b>	<b>I</b>
	一些典型官能团的吸收特性.....	I
	高效液相色谱常用有机溶剂特性.....	III
	液相色谱常用溶剂的相溶性.....	VI

# 第 1 章 概述

UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器是大连依利特分析仪器有限公司基于全封闭二极管阵列检测器原理设计开发的具有自主知识产权的新型可变波长紫外-可见检测器。

高效液相色谱仪的组成除了紫外-可见检测器外，通常还包括高压恒流泵、高压进样阀、高效液相色谱柱以及数据处理系统（记录仪、积分仪或工作站）等。大连依利特分析仪器有限公司除了可以为广大用户提供上述 UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器外，还可以供应全套高效液相色谱仪以及高效液相色谱仪的任何单元部件。有关高效液相色谱仪的其它部分，如高压恒流泵、高压进样器（阀）、色谱工作站等部分的详细资料，请参见大连依利特分析仪器有限公司相应介绍材料或产品说明。

## 1.1 简介

UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器由光路部分、控制电路部分和数据处理软件部分组成，采用全封闭光路结构和光纤传导技术替代传统的紫外检测器的光学系统，稳定性好、分辨率高的数据采集处理系统，使得检测器具有稳定性好、灵敏度高等优点。

对于有光谱吸收的样品，吸收信号的强度随波长而变化，只有在样品分子最大吸收波长处检测才可能获得最高检测灵敏度，因此具有优良波长准确性和重现性的检测器才能保证色谱分析结果稳定性和可靠性。传统的紫外-可见检测器光学系统采用双光路凹面全息光栅单色仪、机械装置调节波长，结构比较复杂，在进行波长选择和调节的过程中易导致波长准确性和重复性变化，增加了检测的不确定性。与传统的紫外检测器不同，二极管阵列检测器的光学系统是由光源发出的光聚焦后首先通过检测池，然后由分光光栅进行分光，最后由光检测元件进行检测。UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器采用了二极管阵列检测器的光路系统，检测过程中调节和改变波长无需任何机械装置，极大地提高了波长的准确性和稳定性；新型的电子和光学设计、组合型氙灯和钨灯光源，使 UV230<sup>+</sup>检测器在 190-720nm 范围内具有很高的灵敏度和可靠性。图 1-1 是 UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器的外观图。



图 1-1 UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器外观

## 1.2 功能特点

- 极佳的波长重现性和准确性

采用全封闭集成型光电二极管阵列作为分光 and 光电检测元件，无需任何机械部分调整、选择和改变波长，仪器使用过程中不会出现波长漂移，与常规单色仪光路系统检测器相比波长准确度和重现性得到极大改善，使得分析结果更加可靠。

- 波长时间程序

针对复杂混合物中各化合物在不同波长响应差异，用时间程序切换波长进行分析，与传统紫外-可见检测器相比，能够极大程度提高所有化合物测定灵敏度。

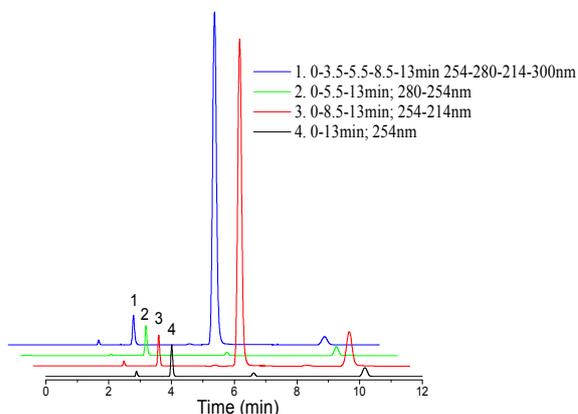


图 1 2 尿嘧啶、硝基苯、萘和苻混合物的时间波长程序分析

实验条件:

色谱柱: Sino-Chrom ODS-AP (150×4.6mm); 流速: 0.900mL/min;

化合物: 1. 尿嘧啶; 2. 硝基苯; 3. 萘; 4. 苻

时间波长程序:

1. 0-3.5-5.5-8.5-13min 254-280-214-300nm;

2. 0-5.5-13min 280-254nm;

3. 0-8.5-13min 254-214nm;

4. 0-13min 254nm。

- 宽范围测定波长

UV230<sup>+</sup>检测器可进行 190nm-720nm 的宽范围测定，在紫外和可见波长范围内均可进行高灵敏度分析。

- 光能量自动调节功能

UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器在使用一定时间后，灯能量会降低，导致基线噪声提高等问题，UV230<sup>+</sup>检测器电路设计了光能量自动调节补偿功能，能够有效改善检测结果的稳定性，同时延长灯使用寿命。

- 各种规格检测池满足不同要求

UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器设计了分析、制备、微量等不同规格的检测池，检测池接触液体材料包括不锈钢材料和针对耐腐蚀流动相条件和金属敏感生物样品的全 PEEK 材料，充分满足用户的不同要求；检测池的安装与拆卸维护十分方便。

**表 1 1 UV230<sup>+</sup>检测器检测池规格**

编号	JC230-1	JC230-2	JC230-3
型号	分析型	半制备型	微量型
检测光程 (mm)	10	3	3
池孔径 (mm)	1.2	1.45	0.7
检测池体积 (μL)	11.3	5.0	1.2

- 更换氙灯和钨灯更容易

采用管路与光源分离结构设计，省去了繁琐的光路调节，更换氙灯和钨灯极为方便。

- 极好的稳定性

通过光路和电路系统的整体设计，保证了 UV230<sup>+</sup>检测器的检测结果的稳定性和重复性，表 1 2 和表 1 3 分别列出了 UV230<sup>+</sup>检测器检测分离混合物保留时间和峰面积的重复性数据。

表 1 2 UV230+检测器测定保留时间的重复性

保留时间 (min)	硝基苯	萘	芴
1.	2.48	4.95	8.77
2.	2.49	4.94	8.79
3.	2.48	4.94	8.77
4.	2.48	4.94	8.77
5.	2.48	4.94	8.77
平均值	2.482	4.942	8.774
标准偏差	0.004	0.004	0.009
相对标准偏差 (RSD, %)	0.180	0.090	0.102

表 1 3 UV230+检测器测定峰面积的重复性

峰面积 (mv. sec)	硝基苯	萘	芴
1.	4501.1	1505.79	3457.39
2.	4513.95	1504.31	3458.28
3.	4481.56	1500.11	3450.1
4.	4521.89	1499.69	3451.42
5.	4497.76	1505.96	3459.08
平均值	4503.25	1503.17	3455.25
标准偏差	15.55	3.06	4.17
相对标准偏差 (RSD, %)	0.35	0.20	0.12

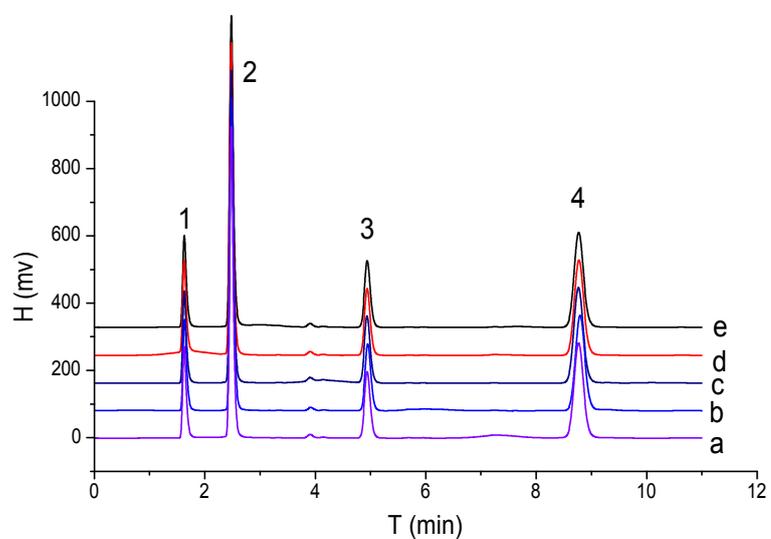


图 1 3 重复进样色谱图比较

实验条件:

色谱柱: Kromasil ODS (150×4.6mm);

流动相: 甲醇:水=85:15 (v/v)

流速: 0.900mL/min;

化合物: 1. 尿嘧啶; 2. 硝基苯; 3. 萘; 4. 芴

## 1.3 技术指标

- 波长范围：190nm-720nm;
- 灯源：氘灯+钨灯;
- 显示：2×20 液晶显示;
- 光谱带宽：6nm;
- 波长准确度：±0.5nm;
- 波长重复性：±0.1nm;
- 波长程序时间设定范围：0.1min-999.9min;
- 响应时间：0.1s-9.9s;
- 基线噪声：≤±1.5×10<sup>-5</sup>AU（空池、254nm、1.0s）;
- 基线漂移：≤3×10<sup>-4</sup>AU/h（254nm、检测池充满干燥氮气、稳定 60min）;
- 线性范围：≥1.5AU（5%）;
- 检测池：分析池 光程：10mm，体积：10 μL  
半制备池 光程：3mm，体积：5 μL  
微量池 光程：3mm，体积：1.2 μL
- 电源：220V，50Hz;
- 功耗：110W;
- 外型尺寸：420mm×280mm×175mm（长×宽×高）。



## 第 2 章 安装

### 2.1 标准附件

在安装 UV230<sup>+</sup>检测器之前，请您仔细对照装箱单检查是否有遗漏的附件，如果缺少其中的一种或几种，请您尽快与大连依利特分析仪器有限公司或当地经销商联系。

表 2 1 UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器的标准附件（以装箱单为准）

序号	名称	数量
1	UV230 <sup>+</sup> 紫外-可见检测器说明书	1 本
2	保险管 (F2.0A)	3 只
3	电源线	1 根
4	信号线	1 根
5	聚四氟乙烯废液管 (OD:1/8"×ID:1.60mm)	0.5 米
6	不锈钢连接管 (OD:1/16"×ID:0.007")	1.5 米
7	两通 (ID1/16")	2 套

## 2.2 安装条件

为了正常和安全使用本检测器，必须注意如下要点：

### 2.2.1 环境条件

为了保证 UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器良好工作状态和长期使用的稳定性，检测器必须避开腐蚀性气体和大量的灰尘。

### 2.2.2 温度条件

仪器运行环境的温度，要求在 4℃ 和 40℃ 之间，温度波动小于  $\pm 2^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ，避免将仪器安装在太阳直射的地方，避免冷、热源对仪器产生直接影响导致基线漂移和噪声提高。

### 2.2.3 湿度条件

房间内相对湿度应低于 80%。

### 2.2.4 电磁噪声

避免安装 UV230<sup>+</sup>检测器在能产生强磁场的仪器附近；若电源有噪声，需要噪声过滤器。

### 2.2.5 排风和防火

使用易燃或有毒溶剂时，要保证室内有良好的通风；当使用易燃溶剂时，室内禁止明火。

### 2.2.6 安装空间

平整、无震动的坚固台面，宽度至少 80cm。

### 2.2.7 接地

检测器必须有良好接地。

## 2.3 前面板

UV230+检测器的前面板示意图如图 2-1 所示。

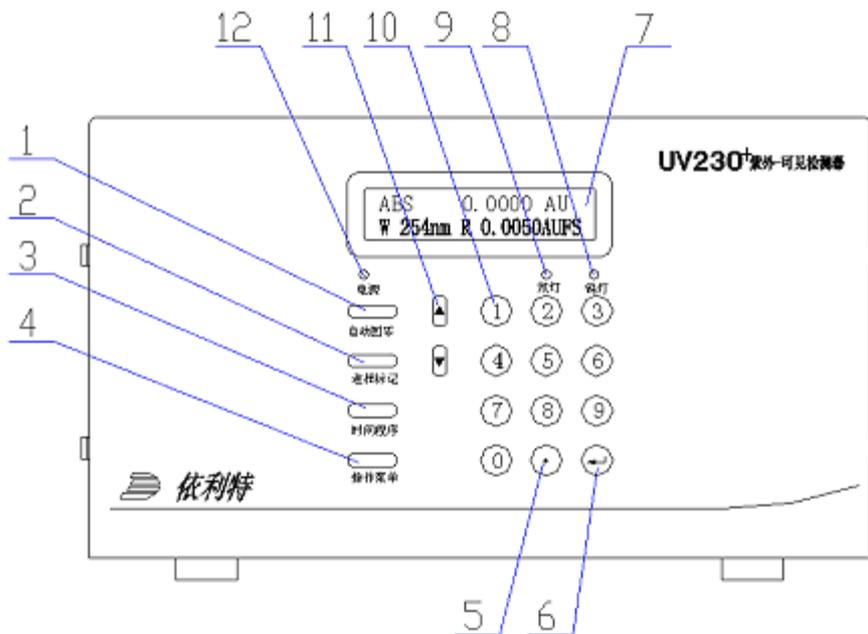


图 2-1 UV230+检测器前面板示意图

表 2 1 UV230<sup>+</sup>检测器前面板功能

编号	名称	功能描述
1	自动回零	按下该按钮可使显示吸收信号（ABS）自动回零，同时检测器输出给记录仪、积分仪或色谱工作站的信号也为零。
2	进样标记	每按键一次，检测器会产生一脉冲信号，在记录仪上作为标记。
3	时间程序	用于时间波长程序的开始和终止。在 MENU 2 WAVELENGTH PROGRAMME 状态下按此键后开始按照设定的时间波长程序进行检测，再次按此键，即终止时间波长程序，回到主界面。若时间程序设置不对，则操作菜单进入不到 MENU 3，只有将程序设置正确，菜单切换才能正常，详见后面时间程序的设置。
4	操作菜单	用于三个功能菜单之间及功能菜单与主界面之间转换。连续按此键依次显示三个功能菜单与主界面，在每一个功能菜单下按此键后到达下一个功能菜单。
5	•	小数点键
6	确认键	在任何状态下，修改相应参数后按确认键后光标移动到下一个参数并闪动。
7	液晶显示屏	液晶显示屏提供当前信息，可以根据显示信息进行设定和输入。
8	钨灯	钨灯状态指示灯，指示灯亮表示钨灯点燃。
9	氘灯	氘灯状态指示灯，指示灯亮表示氘灯点燃。
10	0-9	数字键。
11	↑ ↓ 键	在三个功能菜单下按 ↑ ↓ 键，循环转换各个参数。
12	电源指示灯	打开电源开关后指示灯亮。

## 2.4 后面板

检测器的后面板如图 2-2 所示。

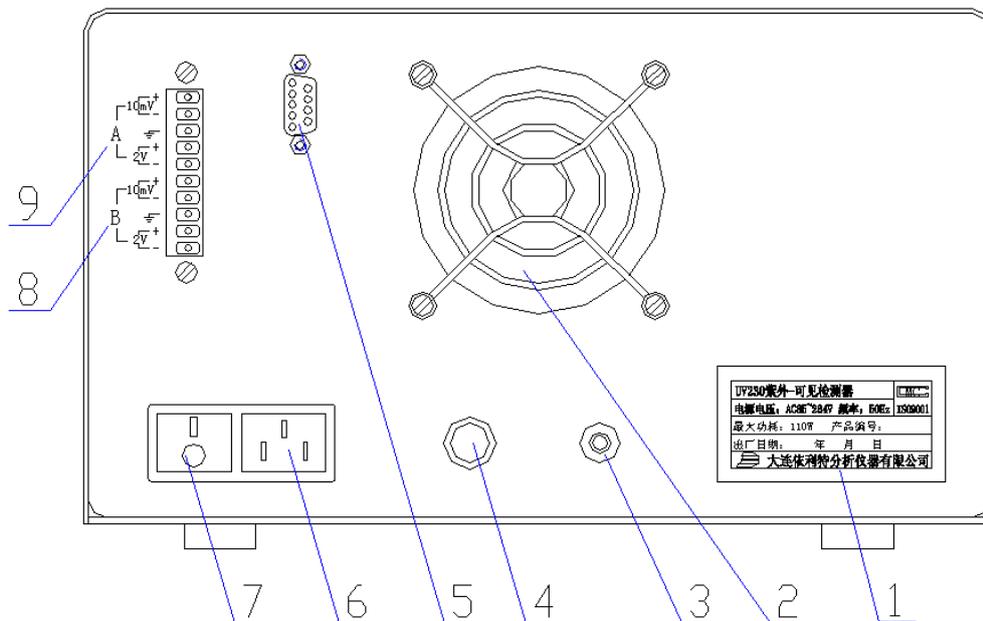


图 2-2 UV230+检测器后面板示意图

表 2 1 后面板设置及功能

编号	名称	功 能
1	仪器铭牌	标示检测器的生产信息。
2	风扇	用于检测器内部降温。
3	接地端	用于检测器接地线。
4	保险	内装检测器的保险丝 (F2.0A)。
5	RS232 接口	可通过该接口传送检测信号。
6	电源插座	检测器的电源线插于此。
7	电源开关	按下“1”开启电源；按下“0”关闭电源。
8	A	2.0V：连接积分仪或色谱工作站的信号线端。将积分仪或色谱工作站的信号输入线分别连接于检测器后面板的“2.0V”端子的正负极。检测器输出的满量程为2V, 输出单位为1AU/V。
		10mV：连接记录仪信号线端。将记录仪的信号输入线分别连接于检测器后面板的“10mV/AUFS”端。
9	B	暂时没有使用



## 【提示】

通常色谱工作站与积分仪的信号线连接方法相同，详细请参阅所色谱工作站的用户使用手册。

## 【提示】

使用RS232接口时，请将对应DB9接插件两侧固定螺丝拧紧，以免发生接触不良。

连接RS232口需要大连依利特公司专用软件。

## 2.5 管路连接

在液相色谱系统中，除柱系统外，管路、连接件以及进样器、检测器的柱外体积皆可能引起色谱峰展宽。管路材质选择不当也会导致谱带展宽，甚至引起样品变性，直接影响分析结果的可靠性。良好的管路连接可以充分地发挥仪器的功能，提高工作效率。请仔细注意如下与检测器相关的连接。

### 2.5.1 连接管材料

根据承受压力和流动相、样品性质的差异，液相色谱中需采用不同材质的管路，常用的管路材质包括不锈钢、聚醚醚酮（PEEK）、聚四氟乙烯、聚乙烯或聚丙烯，其中不锈钢管最为常用。液相色谱连接管的外径均为 1.59mm(1/16")，内径可根据需要选用不同尺寸。

常用的有 0.25mm(0.01"), 0.5mm(0.02"), 0.75(0.03") mm 和 1.0mm(0.04") 等。

不锈钢管一般用于有高压的部分。在液相色谱系统中，从泵出口到色谱柱入口部分属高压段，须采用不锈钢管。不锈钢管耐腐蚀性好，有精密的同轴度，选用时应注意管孔与接头孔的匹配。

液相色谱系统中从贮液瓶到泵、检测器出口和进样器排液口、放空阀出口等其它低压部分皆可采用聚合物管。聚四氟乙烯对液相色谱的化学试剂呈惰性，是最常用的可塑性连接管。

PEEK 管可耐 30MPa 以上的高压，比不锈钢管更具惰性，适宜于生物样品的分离分析与制备，在生物分离泵等系统中多采用这种材质替代不锈钢。依利特公司的 UV230<sup>+</sup>检测器有专门的全 PEEK 材料检测池配件。

### 2.5.2 连接管的清洗

新购买的管路需经过清洗后才能使用。清洗溶剂的顺序为：氯仿—甲醇（无水乙醇）—水—1mol/L 硝酸—水—甲醇—氮气流吹干。聚四氟乙烯管使用前，以甲醇冲洗即可。

### 2.5.3 检测器连接

UV230<sup>+</sup>检测器的检测池靠下方的连接管是检测器的入口，这样可以方便地将检测池内的气泡排除。用连接螺丝上紧色谱柱出口和检测器检测池入口，以防止气泡渗入至检测池内。我们推荐用户使用大连依利特分析仪器有限公司专利通用接头或一体式接头。用配件包中所配内径为 1.6mm 的聚四氟乙烯塑料管，裁截合适长度，将检测器检测池的出口连接至废液溶剂瓶内。



## 第3章 工作原理

### 3.1 基本理论

物质分子对紫外-可见光的吸收遵从朗伯-比尔（Lambert-Beer）定律。设  $I_0$  为入射光强度， $I$  为透射光强度（见图 3-1 所示），则朗伯-比尔定律由下式表示：

$$I = I_0 e^{-\varepsilon \ell c}$$

式中：

$\lambda$ ：为样品检测池光路长度；

$c$ ：为样品的摩尔浓度；

$\varepsilon$ ：为样品的摩尔吸光系数。

定义

$$T = \frac{I}{I_0}$$

为样品在特定波长下的透过率。

则：

$$A = \varepsilon \ell c = \log\left(\frac{I_0}{I}\right)$$

定义为光吸收值。

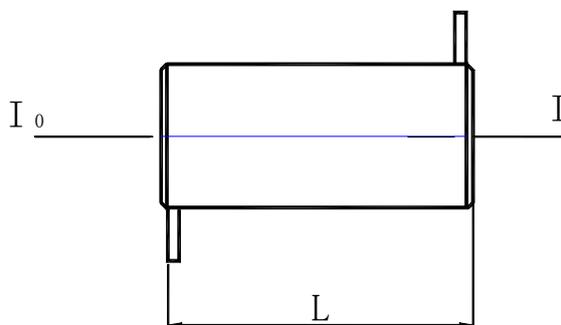


图 3-1 样品在检测池内的吸收

由此可见，光吸收值  $A$  同样品浓度  $c$  成线性关系。通过测量光的吸收值即可得到待测样品的浓度。摩尔吸光系数与光波长、样品分子的结构、溶剂有关，它表明了该样品分子对特定波长辐射的吸收能力。附录一列出了一些典型基团的特征吸收波长及相应的  $\epsilon$  值。

## 3.2 原理与构成

图 3 2 是检测器的总体构成图,从光源 1 发出的光通过透镜 2 进入检测池 3,通过检测池的光线由光导纤维 4 传送、凹面全息光栅 5 分光后经二极管阵列和放大电路 6、控制电路 7 进行信号处理。

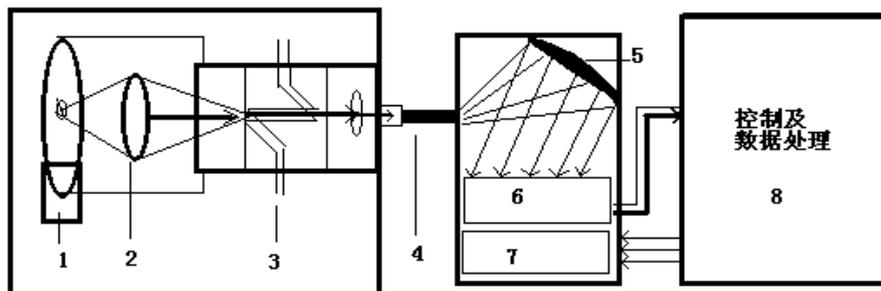


图 3 2 UV230<sup>+</sup>检测器的总体框图

1. 灯光源；2. 透镜；3. 检测池；4. 光导纤维；5. 凹面全息光栅；6. 二极管阵列和放大电路；7. 控制电路；8. 控制及数据处理

UV230<sup>+</sup>紫外-可见检测器光学系统由光源（氘灯和钨灯）、聚焦透镜组、检测池、光导纤维、凹面全息光栅、光电二极管阵列（PDA）等组成。氘灯和钨灯发出的光经聚焦透镜组聚焦到检测池窗口，光线在通过检测池时依池内样品的组成不同对不同波长的光产生吸收，使不同波长透过光的强度发生变化，这也是液相色谱紫外检测的依据。透过光经光纤传输到全息光栅，经分光后，由 PDA 检测。

## 3.3 光学系统

UV230<sup>+</sup>光路部分光源采用穿透型氙灯和特制钨灯组成的高密度组合光源，将氙灯、钨灯、聚焦透镜组与检测池结合，同时也将全息光栅与 PDA 结合，并通过光纤将两者连接，使整个光路部分成为一整体。这种全封闭式整体结构的设计，可以排除各种外界干扰如空气流动、光线变化以及其它干扰因素灯，保证了系统的稳定性，使检测器抗干扰能力增强。同时，减少了透镜组的使用、缩短光路等措施有效减少了光能量损失，使信噪比和灵敏度提高。此外，由于采用每个阵列单独采集得到的数据，无需进行数据叠加，提高了光谱分辨率，可以使光谱范围增大到 190-720nm。

## 3.4 电路部分

UV230\*紫外-可见检测器电路部分由 PDA 读出控制电路、积分放大、模数转换、微处理器和数模转换、显示部分等组成（图 3-3），光电二极管阵列产生的光电流信号转换成电压信号，经过精密的弱信号积分和模数转换器转换成数字信号，由微处理器进行控制和数据运算、处理。高集成度部件和器件的应用，使仪器的可靠性和稳定性提高。

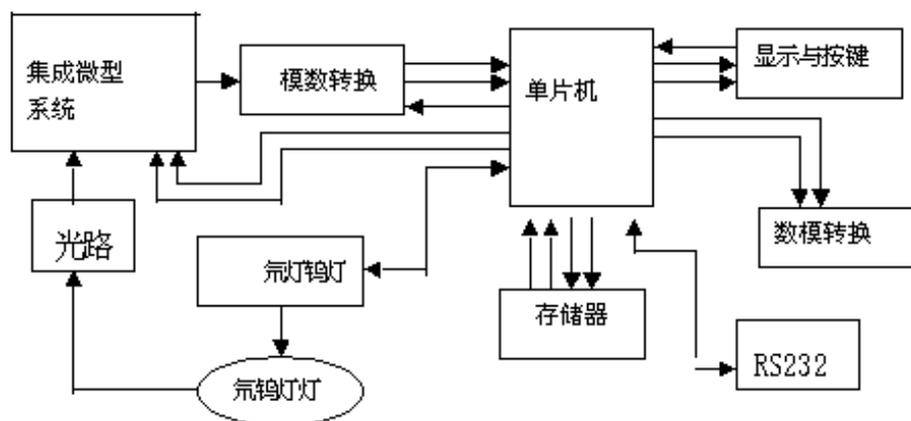


图 3-3 电路部分框架图



## 第 4 章 基本操作

系统正确连接完成，并且确认电源符合仪器要求后，可按照以下顺序开始运行 UV230\*检测器。

### 4.1 开机

将电源线插头插入电源插座中，连接电源。



**【注意】**

**此时检测器电源开关应处于关闭（即“0”）状态。**

打开电源开关（后面板上“T”标记为接通电源，“0”标记为关闭电源）。此时电源指示灯亮，液晶显示屏亮，UV230\*检测器开始进行系统自检。液晶显示屏依次显示如下：

显示界面 1:

				D	E	A	I	C			D	E	T	E	C	T	O	R					
				U	V	2	3	0				V	e	r		1	.	0	2				

显示界面 2:

W	A	I	T	I	N	G	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.
S	E	L	F		T	E	S	T	I	N	G	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.	.

检测器自检通过后显示如下界面：

A	B	S	O	R	B			-	0	.	0	0	0	0							A	U
W		2	5	4	n	M		R		1	.	0	0	0	0	A	U	F	S			

同时前面板氙灯和钨灯的指示灯亮。



**【注意】**

**如果在关机前检测器设定氙灯为“OFF”状态，开机自检后会显示如下界面：**

D	2	L	A	M	P			I	S		O	F	F									
P	L	E	A	S	E			T	U	R	N		I	T		O	N					

需要按前面板“”键后进入主界面。（如果上次关机波长设定值在 190-400nm 之间，若检测器设定氙灯为“OFF”状态，则会按上面提示，否则不会提示）



**【注意】**

波长、输出范围等参数值是上次关机前的设定值。第一次运行UV230<sup>+</sup>，所有参数是出厂设定默认值。

关机后需要间隔3分钟以上才能再次开机。

若初次开机时吸收显示为3.9999AU，按一次自动回零即可。

## 4.2 基本操作

### 设定波长和输出范围

在主界面状态下可以直接设定或修改检测波长和输出范围值。

按前面板“ ”键后光标闪烁表明可以输入新的参数。按数字键和“ ”键修改设定波长。按“↑”和“↓”键光标跳到输出范围处，可以设定输出范围。

A	B	S	O	R	B			-	0	.	0	0	0	0			A	U	
W		2	5	4	n	m		R		1	.	0	0	0	0	A	U	F	S







## 4.4 波长时间程序

波长时间程序功能菜单用于设定特定的时间下测定波长的变化。

### 4.4.1 波长时间程序参数设定

按“操作菜单”二次显示如下界面，进行波长程序参数设定。

M E N U 2									
W A V E L E N G T H P R O G R A M									

按“↑”和“↓”键依次显示下列5个子菜单，可设定5个波长和时间值。

T 0				0 . 0 m i n					
W 0		<u>2</u>	1 4	n m					

T 1			1 0 . 0 m i n						
W 1		<u>2</u>	5 4	n m					

T 2			1 2 . 0 m i n						
W 2		<u>3</u>	2 4	n m					

T 3			2 0 . 0 m i n						
W 3		<u>4</u>	1 8	n m					

T 4			3 0 . 0 m i n						
W 4		<u>2</u>	5 4	n m					

在每一菜单下可以输入一组波长（190–720nm）和时间（0.1–999.9min）值，输入数据后按确认键，按“UP/DOWN”键从上一组数据转入下一组数据。

输入超过检测器设定范围的数据后显示如下信息，重新输入后按确认键。

如不满足：

T 0 < T 1 < T 2 < T 3 < T 4
-----------------------------

则显示如下错误提示，需重新设定。如果设定不对，就会导致主界面与子菜单切换不正常，若发现此问题，要求把每段时间设定为大于前一段的时间就可以了。



**【注意】**

**如果采用4个以下的波长时间段，后面所有的时间和波长设定值应与前一个相同。**

### 4.4.2 运行时间波长程序

按“波长程序”键，显示如下界面，开始按照设定值运行波长时间程序。

W	.	L	.		P	R	O	G	R	A	M									
H	A	S			S	T	A	R	T	E	D									
A	B	S	O	R	B			-	0	.	0	0	5	0					A	U
W	0		2	1	4	n	m		T	i		0	0	0	.	2	m	i	n	

### 4.4.3 终止时间波长程序

波长程序完成后，自动回到如下主界面。在时间波长程序进行过程中也可以按“波长程序”键，随时终止时间波长程序，显示如下界面后回到主界面。

W	.	L	.		P	R	O	G	R	A	M								
H	A	S			B	E		C	A	N	C	E	L	E	D				



#### 4.5.4 氙灯和钨灯能量

按“↑”和“↓”键显示氙灯、钨灯能量。

D	2	L	A	M	P		E	N	G	E	N	R	Y		2	5	8	3	6
W		L	A	M	P		E	N	G	E	N	R	Y		1	1	7	4	0



【注意】

灯能量与色谱系统和检测器的状态包括氙灯和钨灯的使用时间、检测池的位置和其中的溶液、流动相条件等因素有关。如果在常规流动相平衡过程中，氙灯能量低于20000，说明检测池可能有气泡或者池子位置未对正，排气泡、拧紧池子。

灯使用时间、点开启次数和灯能量值不能修改。

## 第 5 章 检测器的维护

### 5.1 检测池清洗

在使用过程中由于流动相、样品或色谱填料等导致检测器检测池污染的问题，需要对检测池进行清洗。图 5-1 是 UV230\*检测器的检测池的组装图。

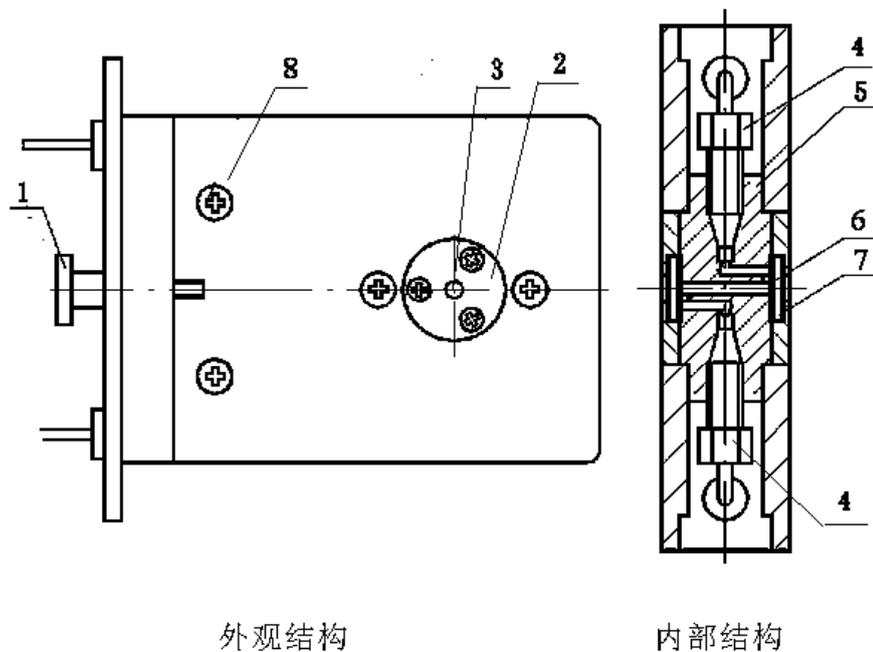


图 5-1 检测器检测池组装示意图

1. 检测池固定螺丝；2. 流通池压环；3. 透光孔；4. 流动相连接管路接头；  
5. 流动相出入口；6. 石英池玻璃；7. 密封垫；8. 池板固定螺丝。

拆卸过程如下：

1. 将两个检测池固定螺丝 1 拧松，然后拉固定螺丝将检测池从检测器中拉出；
2. 用十螺丝刀松开三个压环固定螺丝，依次取出压环、密封垫、池玻璃，另一面相同；

3. 用十螺丝刀松开四个（两面）池板固定螺丝，用随机所配扳手从池体上拆下连接螺丝。

对检测池零件的进行清洗，一般先采用约 1：4 的硝酸溶液超声清洗，然后分别用纯水和甲醇溶液清洗，然后重新组装并将检测池池体推进池腔内，然后拧紧固定螺杆。注意组装中，密封垫、池玻璃一定要放正，以免压碎池玻璃，造成检测池泄漏。



**【注意】**

**检测池的石英池玻璃为易碎件，不在仪器保修范围内。**

## 5.2 更换氙灯与钨灯

UV230\*检测器用氙灯寿命在 1500 小时以上，钨灯的寿命可以达到 5000 小时以上。灯的使用寿命与检测器的使用时间和频率有关，因此使用过程中应尽量节省不必要的开机时间，减少开机频率。如果准确地判断出氙灯或钨灯已经不能点亮或能量太低，需要更换新的氙灯或钨灯。更换的方法及步骤如下：

**更换氙灯**（参见图 5 2、图 5 3）：

1. 关机，拔掉电源线，打开机壳，待氙灯冷却后，用十字螺丝刀将氙灯的两条连线从固定架上取下，（记住红线的位置），将固定灯的两个螺丝从灯座上取下，轻轻的将旧灯拉出（记住红线位置）
2. 确认新旧灯型号是否一致，是否能更换。
3. 将新灯轻轻的放入灯座（红线位置与旧灯一致）将两个固定灯的螺丝拧紧，将三条灯连接线拧紧在固定架上。（灯线位置是否与旧灯一致）。
4. 检查灯线是否连接正确。是否与固定架上引线（红-红相接），合上机壳。

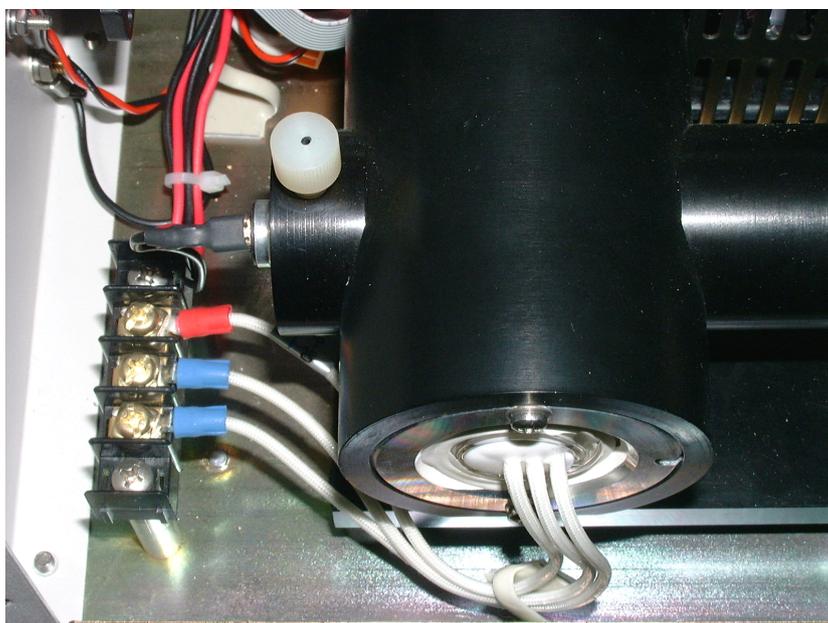


图 5 2 氙灯和钨灯连接照片

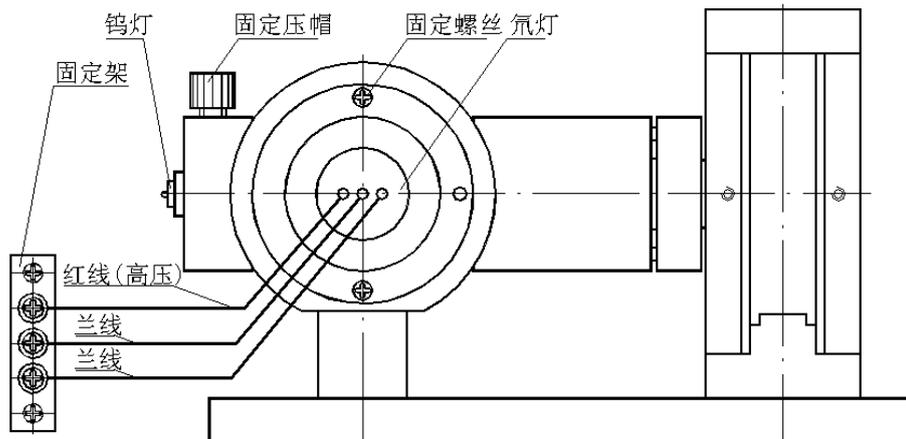


图 5 3 氙灯、钨灯安装示意图

更换钨灯（参见图 5 2、图 5 3）：

1. 关机，拔掉电源线，打开机壳。
2. 从钨灯端拔掉灯连线。旋松钨灯固定压帽，将旧灯从灯座上取下。
3. 确认新旧灯型号是否一致，能否更换。
4. 将新灯轻轻插入灯座到位，拧好压帽，灯连线插入灯连接点，合上机壳。



**【注意】**

**更换氙灯和钨灯过程中决不可带电操作。**

氙灯启辉后，发射出强烈的紫外线，会损伤眼睛和皮肤。千万不可用裸眼去观察点亮的氙灯，此时应戴上紫外线防护镜。

操作时要戴上干净手套，以免手上汗渍沾污氙灯石英玻璃壳；倘若灯壳上有油渍，手纹或灰尘，先用乙醇擦干净，否则氙灯启辉后很难清除，影响发光强度。

带红色套管的引线是高压线，连接在图 5 2所标明的高压接线端子上，切记不可接错，否则极易烧毁氙灯。

氙灯和钨灯的型号一定要用UV230\*检测器规定型号。

## 5.3 色谱分析常见问题及处理方法

色谱仪的使用涉及机械、电子、光学和计算机等多方面的知识。当仪器在运行过程中出现反常现象时，请按下列方法检查。

表 5 1 检测器常见故障及其处理方法

症状	可能原因	解决方法
基线噪声	检测池窗口污染	用 1mol/L 的硝酸、水和新溶剂冲洗检测池；卸下检测池，拆开清洗或更换池窗石英片；
	样品池中有气泡	突然加大流量赶出气泡；在检测池出口端加一反压（0.2-0.3MPa）或连一 0.3mm × 1~2m 的不锈钢管，以增大检测池内压；
	检测器或数据采集系统接地不良；	拆去原来的接地线，重新连接；
	检测器光源故障	检查氘灯或钨灯设定状态；检查灯使用时间、灯能量、开启次数；更换氘灯或钨灯；
	流体泄露	拧紧或更换连接件；
	很小的气泡通过检测池	流动相仔细脱气；加大检测池的背压；系统检漏；
	有微粒通过检测池	清洗检测池；检查色谱柱出口筛板；
基线漂移	检测池窗口污染	同上基线噪声描述。
	色谱柱污染或固定相流失	再生或更换色谱柱；使用保护柱；
	检测器温度变化	系统恒温；
	检测器光源故障	更换氘灯或钨灯；
	原先的流动相没有完全除去	用新流动相彻底冲洗系统置换溶剂，或采用兼容溶剂置换；
	溶剂储存瓶污染	清洗溶剂瓶，用新流动相平衡系统；
记录仪或工作站上出现大的尖峰	检测池内有气泡通过	溶剂脱气并彻底冲洗系统；检查连接系统是否漏液；
	记录仪或检测器接地不良	消除噪声来源；确保良好接地；
负峰	检测器输出信号的极性不对	颠倒检测器输出信号接线；
	进样故障	使用进样阀，确认在进样期间样品环中没有气泡
	使用的流动相不纯	使用色谱纯的流动相或对溶剂进行提纯

症状	可能原因	解决方法
记录仪或工作站信号阶梯式上升；平头峰；基线不能回零	记录仪的增益和阻尼控制不当；	调节增益和阻尼；修理记录仪；
	检测器的输出范围设定不当	重新设定检测器的输出范围；
	记录仪或检测器接地不良；	确保良好接地；
记录仪、积分仪或色谱工作站在零点不平衡	记录仪、积分仪或工作站故障	修理
	样品池中有空气	增大流量冲洗色谱系统除去气泡；在检测器出口处加一个背压；流动相脱气
	从样品池出来的光能量严重减弱	检查光路，清除堵塞物；清洗检测池或更换池窗；
	光源等故障	更换氘灯或钨灯
	检测器与记录仪、积分仪或色谱工作站之间的电路接触不良	检查和紧固连接线
	色谱柱固定相流失严重	更换色谱柱；改变流动相条件
	原先的流动相污染	彻底冲洗系统
	流动相吸收太强	该用紫外透过的溶剂；改变检测波长
基线随着泵的往复出现噪音	仪器处于强空气中或流动相脉动	改变仪器放置位置，放在合适的环境中。用一调节阀或阻尼器以减少泵的脉动。
随着泵的往复出现尖刺	检测池中有气泡	卸下检测池的入口管与色谱柱的接头，用注射器将甲醇从出口管端推进，以除去气泡。

# 附录

## 一些典型官能团的吸收特性

附表 1 一些典型的官能团的特征吸收波长及摩尔吸光系数。

名称	原子团	$\lambda_{\max}$	$\epsilon_{\max}$	$\lambda_{\max}$	$\epsilon_{\max}$	$\lambda_{\max}$	$\epsilon_{\max}$
醚	-O-	185	1000				
硫醚	-S-	194	4600	215	1600		
胺	-NH <sub>2</sub>	195	2800				
硫醇	-SH	195	1400				
二硫化物	-S-S-	194	5500	255	400		
溴化物	-Br	208	300				
碘化物	-I	260	400				
肟基	-NOH	190	5000				
叠氮	>C=N-	190	5000				
乙烯	-C=C-	190	8000				
酮	>C=O	195	1000				
硫酮	>C=S	205	强	270-285	18-30		
醛	-CHO	210	强				
酸	-COOH	200-210	50-70				
亚砷	>S→O	210	1500				
硝基	-NO <sub>2</sub>	210	强				
亚硝酸脂	-ONO-	220-230	1000-2000				
	(无环)						
	-(C=C) <sub>3</sub> -	260	25000				
	-(C=C) <sub>4</sub> -	300	52000				
	-(C=C) <sub>6</sub> -	330	118000				
	-(C=C) <sub>8</sub> -	230-260	3000-8000				
	(有环)						
	C=C-C≡C	219	6500				
	C=C-C=N	220	23000				

名称	原子团	$\lambda_{\max}$	$\epsilon_{\max}$	$\lambda_{\max}$	$\epsilon_{\max}$	$\lambda_{\max}$	$\epsilon_{\max}$
	C=C-C=O	210-250	10000-20000				
	C=C-NO <sub>2</sub>	229	9500				
苯		184	46700	202	6900	255	170
联苯		246	20000				
萘		220	112000	275	5600	312	175
蒽		252	199000	375	7900		
吡啶		174	80000	195	6000	251	1700
喹啉		227	37000	270	3600	314	2750
异喹啉		218	80000	266	4000	317	3500

**【说明】**

在选择最佳吸收波长时,应同时考虑流动相透过波长的下限(即附录二中的UV截止波长)。  
对于有多个特征吸收波长的样品,应选择 $\epsilon_{\max}$ 最大者为佳。

## 高效液相色谱常用有机溶剂特性

附表 2 适合于高效液相色谱作流动相的有机溶剂的特性

	溶剂* 7<.5cP,<45	来源	UV Cutoff	R.I. 25°C	沸点 °C	粘度 cP,25°C	p'	ea	w%	e	p' + 0.25e
1	FC-78* FC-75(氟溶剂) F-43	LC 特性	210(不 透明或 以下)	1.267 1.276 1.291	50 102 174	0.4 0.8 2.6	< -2 < -2 < -2	-0.25 -0.25 -0.25		1.88 1.86 1.9	p' 和介 电常数 (比例强 度的函 数)
2	异辛烷*(2,2,4- 三甲基戊烷)	LC	197	1.389	99	0.47	0.1	0.01	0.011	1.94	0.1
3	正庚烷*	LC	195	1.385	98	0.40	0.2	0.01	0.010	1.92	0.5
4	正己烷*	LC	190	1.372	69	0.30	0.1	0.01	0.010	1.88	0.5
5	正戊烷**	LC	195	1.355	36	0.22	0.0	0.00	0.010	1.84	0.5
6	环己烷	LC	200	1.423	81	0.90	-0.2	0.04	0.012	2.02	0.5
7	环戊烷	LC	200	1.404	49	0.42	-0.2	0.05	0.014	1.97	0.6
8	1-氯丁烷*	LC	220	1.400	78	0.42	1.0	0.26		7.4	2.8
9	二硫化碳	LC	380	1.642	46	0.34	0.3	0.15	0.005	2.64	1.7
10	2-氯石烷**	LC	230	1.375	36	0.30	1.2	0.29		9.82	3.7
11	四氯化碳	LC	265	1.457	77	0.90	1.6	0.18	0.008	2.24	2.3
12	正丁醚		220	1.397	142	0.64	2.1	0.25	0.19	2.8	2.4
13	三乙胺			1.398	89	0.36	1.9	0.54		2.4	2.4
14	溴乙烷*			1.421	38	0.38	2.0	0.35		9.4	4.3
15	异丙醚*		220	1.365	58	0.38	2.4	0.28	0.62	3.9	3.2
16	甲苯	LC	285	1.494	110	0.55	2.4	0.29	0.046	2.4	2.9
17	对-二甲苯		290	1.493	138	0.60	2.5	0.26		2.3	3.0
18	氯苯			1.521	132	0.75	2.7	0.30		5.6	4.1
19	溴苯			1.557	156	1.04	2.7	0.32		5.4	4.1
20	碘苯						2.8	0.35			
21	二苯醚			1.580	258	3.3	3.4			3.7	3.7
22	苯乙醚			1.505	170	1.14	3.3			4.2	4.9
23	乙醚*	LC	218	1.350	35	0.24	2.8	0.38	1.3	4.3	4.0
24	苯	LC	280	1.498	80	0.60	2.7	0.32	0.058	2.3	3.6
25	磷酸三(对甲苯 基)酯			1.510	72	0.57	2.2			7.8	4.2
26	碘乙烷			1.510	72	0.57	2.2			7.8	4.2
27	正辛醇		205	1.427	195	7.3	3.4	0.5	3.9	10.3	5.8
28	氟苯			1.46	85	0.55	3.1			5.4	4.6
29	苯醚			1.538	288	4.5	4.1				
30	二氯甲烷**	LC	233	1.421	40	0.41	3.1	0.42	0.17	8.9	5.6

	溶剂* 7<.5cP,<45	来源	UV Cutoff	R.I. 25°C	沸点 °C	粘度 cP,25°C	p'	ea	w%	e	p' + 0.25e
31	苯甲醚			1.514	154	0.9	2.8			4.3	4.6
32	异戊醇			1.405	130	3.5	3.7	0.61	92	14.7	7.3
33	1,2-二氯乙烷	LC	228	1.442	83	0.78	3.5	0.44	0.16	10.4	6.3
34	特丁醇			1.385	82	3.6	4.1	0.7	溶	12.5	
35	正丁醇	LC	210	1.397	118	2.6	3.9	0.7	20.1	17.5	8.3
36	正丙醇	LC	240	1.385	97	1.9	4.0	0.82	溶	20.3	
37	四氢呋喃*	LC	212	1.405	66	0.46	4.0	0.57	溶	7.6	
38	丙胺*			1.385	48	0.35	4.2		溶	5.3	
39	乙酸乙酯	LC	256	1.370	77	0.43	4.4	0.58	8.8	6.0	5.8
40	异丙醇	LC	205	1.384	82	1.9	3.9	0.82	溶	20.3	
41	氯仿*	LC	245	1.443	61	0.53	4.1	0.40	0.072	4.8	5.6
42	苯乙酮			1.532	202	4.8				17.4	8.7
43	甲乙酮*	LC	329	1.376	80	0.38	4.7	0.51	23.4	18.3	9.1
44	环己酮		215	1.450	156	20	4.7			18.3	9.1
45	硝基苯			1.550	211	1.8	4.4			34.8	13.2
46	氰基苯			1.536	191	4.8				25.2	10.9
47	二氧六环	LC	215	1.420	101	1.2	4.8		溶	2.2	
48	四甲基脲	LC	265	1.449	175		6.0	0.56		23.0	10.7
49	喹啉			1.625	237	3.4	5.0			9.0	7.4
50	吡啶			1.507	115	0.88	5.3		溶	12.4	
51	硝基乙烷		380	1.390	114	0.64	5.2		0.9		
52	丙酮*	LC	330	1.356	56	0.30	5.1	0.71	溶		
53	苯乙醇			1.538	205	5.5	5.7			13.1	8.8
54	四甲基胍						6.1	0.6			
55	甲氧基乙醇	LC	210	1.400	125	1.60	5.5		溶	19.9	
56	顺氰氧乙基丙烷	GC					6.6				
57	1,2-亚丙基碳酸酯	LC					6.1				
58	乙醇	LC	210	1.359	78	1.08	4.3		溶	24.6	
59	二(2-氧乙基)醚	GC					6.8				
60	苯胺			1.584	184	3.77	6.3			6.9	8.1
61	乙酸			1.370	118	1.1	6.0		溶	6.2	
62	乙腈*	LC	190	1.341	82	0.34	5.8		溶	37.5	
63	二甲基乙酰胺	LC	268	1.436	166	0.78	6.5	0.88		37.8	
64	二甲基甲酰胺	LC	268	1.428	153	0.80	6.4			36.7	
65	二甲基亚砷	LC	268	1.477	189	2.00	7.2	0.62	溶	4.7	
66	N-甲基吡咯烷酮	LC	285	1.468	202	1.67	6.7			32	
67	六甲基磷酸三酰占			1.457	233	3	7.4	0.65		30	
68	甲醇*	LC	205	1.326	65	0.54	5.1		溶	32.7	
69	硝基甲烷		380	1.380	101	0.61	6.0		2.1		

	溶剂* 7<.5cP,<45	来源	UV Cutoff	R.I. 25°C	沸点 °C	粘度 cP,25°C	p'	ea	w%	e	p' + 0.25e
70	间甲苯酚			1.540	202	14	7.4			11.8	10.0
71	N 甲基甲酰胺			1.447	182	1.65	6.0		溶	182	
72	乙二醇			1.431	182	16.5	6.9		溶	37.7	
73	甲醛			1.447	210	3.3	9.6		溶	111	
74	水	LC		1.333	100	0.89	10.2			80	

**【说明】**

1. 因沸点低( $\leq 45^{\circ}\text{C}$ ), 粘度低( $\leq 0.5\text{cp}$ )的有机溶剂易于使用, 标有(\*)号的有机溶剂是首选作高效液相色谱流动相的溶剂。标有(\*\*)号的是具有极低沸点和低粘度溶剂。

2. 在“来源”一列标有 LC 意思是可从下述公司购得作流动相: Burdick & Jackson, Baker Chemical, Mallinkrodt Chemical, Fischer Scientific, Manufacturing Chemicals, inc. 等。

在“来源”一列标有 GC 意思是这些流动相可作为气相色谱的固定相, 并可从经销公司购得 GC 柱和固定相。(这些流动相在液—液 LC 中作物理固定相而成固定相。)

3. “UV Cutoff”一列意思是流动相在该波长以上是紫外透明。

4. “R . I . 25”一列是  $25^{\circ}\text{C}$  时的示差折光指数。

5. “p'”是流动相极性参数。

6. “ea”是用氧化铝作液—固吸附时的流动相强度参数。

7. “w%”是  $20^{\circ}\text{C}$  时流动相作液—固吸附水的溶解度 (Water Solubility w% in  $20^{\circ}\text{C}$  Solvent)。

8. “e”是介电常数 (Dielectric Constant e)。

9. “p'+0.25E”是组成流动相强度比例和离子色谱对色谱中介电常数的函数。



**大连依利特分析仪器有限公司**

公司地址：大连市高新园区七贤岭学子街 2-2 号

公司电话：0411-84753333（总机）；客户服务专线：400 66 35483（Elite）

公司传真：0411-84732323

公司邮箱：[info@elitehplc.com](mailto:info@elitehplc.com)

公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>