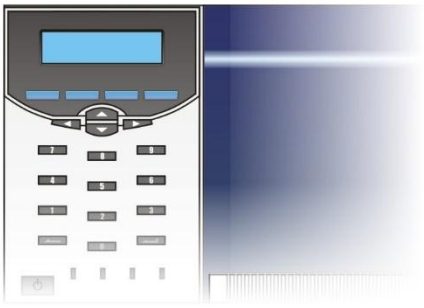


凝胶净化系统

Ver. 1.01

用户手册

USER'S MANUAL

执行标准：GB/T 26792-2011

大连依利特分析仪器有限公司

凝胶净化系统
用户手册

大连依利特分析仪器有限公司
Dalian Elite Analytical Instruments Co., Ltd.

声　明

本手册仅供用户了解、使用凝胶净化系统。依利特公司不对手册及其引起的任何商务和特殊用途承担责任。

本手册中的内容如有更改，恕不另行通知，且不认为是依利特公司的义务。

本手册在出版时，经过仔细审核，被认为是准确和完整的，依利特公司对手册中可能出现的任何错误及由此引起的偶发或继发性伤害不负任何责任。

任何情况下，依利特公司对使用本设备及手册中的所有操作所引起的任何后果，不承担责任。

本手册版权归大连依利特分析仪器有限公司所有，未经本公司授权，任何单位及个人不得将本书全部或部分内容进行复制、转载或翻印。

使用前请仔细阅读规范。

前　言

感谢您购买本公司的仪器，为了使您更好地使用该设备，并为您的工作提供最大的帮助，在使用仪器前请仔细阅读使用手册的内容。

本用户使用手册详细叙述了仪器的组成、安装、使用、维修、配件选择及相关注意事项，请根据内容正确使用。阅读后请妥善保管，以备不时之需。出借、转让本仪器时请将使用手册随机交付。

为安全操作，预防危险事故的发生，请务必在使用仪器前阅读以下的《安全注意事项》。

安全注意事项

此处说明是与安全操作有关的重要事项，务必遵守。本手册中按照危险与损害的级别，将安全标志划分为以下三类：



【警告】 如不遵从此类操作，可能引起重大人员伤亡或物质损害。物质损害指仪器损害及周围环境损害。



【小心】 如不遵从此类操作，可能引起较小的人身伤害或物质损害。较小的人身伤害指不需住院治疗就可治愈的伤害；较小的仪器损害指经过简单维修，仪器就可恢复正常使用的损害；较小的环境损害指没有对周围环境造成大的危害。



【注意】 用于帮助使用者正确操作仪器，否则会引起不必要的仪器损伤或得不到正确的实验结果。

1. 用途注意事项



【警告】 本机仅作为凝胶净化系统使用，不得在指定用途外使用，否则有引发意外事故的可能。

2. 场地注意事项



【警告】 凝胶净化系统使用时，可能会使用大量有机试剂，这些有机试剂大都具有毒性与可燃性，为防止火灾的发生，室内必须通风良好，附近严禁烟火，严禁放置或使用其它可能引起火花的设备。为以防万一，附近必需配有洗手池、灭火装置与报警装置。如有害试剂进入眼中或与皮肤接触，请立即冲洗，随后根据实际情况选择是否去医院就诊。



【小心】

- 放置仪器的台面必须整洁、平坦、稳固，有足够的空间，能够承受住仪器的重量，以预防由于地震等意外事故发生时仪器掀翻或从台面上跌落，避免不必要的事故产生。要避免放置在阳光直射的地方，由空调及其它设备产生的气流不要直接吹向仪器。
- 腐蚀性气体、尘埃会降低仪器性能，缩短仪器使用寿命，应尽量减少。
- 周围有强震动源或强磁场源会影响仪器的稳定，应予与远离。
- 环境温度波动也会影响设备稳定性能，室内温度尽可能控制在 10℃~30℃范围内，使用时也尽量减小温度波动（建议不超过±2℃/h）。
- 过于潮湿的环境也会对仪器造成伤害，湿度应控制在 45%~85%范围内。

3. 安装注意事项



【警告】

- 安装仪器应严格按照本手册中规定的方法由专业人员进行操作，确保电源插座、电源电压与电源电功率符合仪器要求，否则会造成火灾、触电事故或仪器运转不正常。
- 电源线应使用本公司提供的标准电源线，不得进行改装。附近不能有热源，不能压重物、不能过分弯曲与拉直，以防绝缘表皮破损，发生漏电事故。
- 必须接地线用于防止静电及漏电事故。



【小心】 由于仪器比较沉重，搬动时要格外小心，由于各单元设备摆放采用叠加方式，安装时注意不要让组件间的狭小缝隙夹伤手指。



【注意】 连接本系统电源线及数据线插孔时，应严格按照本手册规定的方式连接，否则会造成工作站不能反控相应组件或上下位机通讯中断。

4. 使用注意事项



【警告】

- 使用仪器时要远离热源、火源、强磁场源、强振动源，仪器周围禁止摆放大量易燃、易爆物品。
- 存放流动相的储液瓶瓶盖上要留有气孔，防止连续使用时瓶内产生负压，发生危险。

- 废液管与废液瓶塞之间要留有缝隙，否则当废液过满时会发生废液瓶爆裂，但这一缝隙要小，防止废液中的有害溶剂过多地挥发到空气中，对周围环境产生污染。为防止意外，废液瓶容量不能过大，废液要及时清理。



【小心】 在配置、使用有毒、有腐蚀性样品与流动相时，要做好相应的防护措施，如穿着专用实验服、佩戴护目镜、手套、口罩等，以防止意外的发生，万一不小心身体接触到有毒、有腐蚀性试剂，应立即清洗，随后送往医院接受专业医生的治疗。



【注意】

- 所有溶剂要使用色谱纯级别或相当于此级别的，在使用前用不大于 0.45μm 的滤膜进行过滤，并使用在线过滤器，以确保没有细小的固体颗粒进入系统，以免划伤柱塞杆的密封圈及堵塞管路。在使用前还应对流动相进行脱气处理，防止在溶剂混合或者压力、温度发生变化时产生气泡，引起错误的指示信号。
- 使用滤膜时要注意滤膜材质对流动相的耐受情况，根据流动相使用合适的滤膜，防止滤膜破损或未知成分溶出，影响实验结果。
- 在首次使用前要按照手册中的要求冲洗整个管路系统，直接使用有可能堵塞管路。
- 进样测试前，要确保系统管路中充满流动相，没有任何微小气泡，否则会影响测试结果的可靠性。
- 不同性质的流动相，如正相流动相（正己烷）与反相（甲醇）进行更换时，务必按手册中规定的方法使用过渡溶剂（如异丙醇）进行过渡，否则会造成管路严重堵塞，甚至系统瘫痪。

- 由于您系统中含有不锈钢管路及配件，应尽量避免使用含有卤素离子的流动相，以防腐蚀管路及零部件，如必须使用，应尽可能减小含量，并在分析结束后及时用水清洗整个系统。
- 如果您系统中有 PEEK 材质的管路，使用时一定要注意以下几点：

1） 不能使用的溶剂：浓硫酸、浓硝酸、二氯乙酸、二氯甲烷、三氯甲烷、氯仿、二甲亚砜、丙酮、四氢呋喃等。此类溶剂会降低 PEEK 材质的强度，使其变脆进而破裂，但在确定梯度性能时，短期使用丙酮含量低于 0.5%的水溶液时，影响不大。

2） 使用 PEEK 材质的配管时，不能在超出它的耐受压力范围外连续使用，否则会有爆裂的危险。

3） 安装时，不能过分弯曲 PEEK 配管，弯曲半径应在 10mm 以上，尽量使其自然松弛。因为弯曲半径过小时会造成配管部分强度降低，有破裂的危险。

4） 截取 PEEK 配管时，要使用专业的截管器，尽可能使管口光滑、平整以减小接口的死体积，还应注意不能使管口内壁留有切割碎屑。

5. 维修、保养及更换部件注意事项



【警告】

- 维修、保养及更换部件时，应关闭电源，防止漏电或触电事件的发生。
- 仪器日常的维护与修理均不需要打开主机盖，需要卸下主机盖的维修应委托代理商或我公司的客服工作人员，禁止其它人员擅自打开，否则会发生伤害事故或仪器故障。
- 电源线插头的灰尘要定期清理，以减小静电。清理完毕后要确保干燥后再进行使用，否则有可能发生触电事故。

- 擦拭仪器表面灰尘及污渍时，请勿用酒精或稀释剂，以防变色。如果水弄湿后，一定要及时擦干，防止材料发生霉变及其它漏电事故。
- 所需更换的配件（如保险丝、氘灯等），均需是我公司指定的配件，如果使用其它公司或其它型号的配件有可能发生危险。

6. 静电注意事项



【警告】 由于输液泵模块单元可能会使用大量的易燃、易爆有机试剂，当环境中试剂浓度过高时，任何静电火花或明火均有可能引起火灾或爆炸事故，所以色谱仪应远离火源、热源与减少静电。产生静电的原因有很多，要防止静电事故的发生，最重要的是防止静电荷的产生及累计，可能采取的措施有：

1） 给仪器接地线。此项措施非常重要，务必进行。

2） 室内保持适当的湿度（湿度大于 65%，有防止静电的效果），减小室内尘埃，保持环境清洁。

3） 使用金属废液瓶（外部可导电）并接地（地面没有绝缘层），如使用其它材质容器，可将金属丝一端插入瓶内液体中，另一端接地。

4） 使用大流量流动相时更换较粗内径的配管。

5） 定期清理仪器表面灰尘。

6） 工作人员穿着防静电服，地板铺设防静电垫。

7） 禁止带电物体或带有静电的人员接触仪器。

7. 警告标签说明

为保证工作人员的安全，本公司所有仪器在需要特别注意的地方贴有警告标签，当标签缺损或丢失时，请向本公司索取，贴在正确的位置上。

目录

第 1 章　简介 1-1

1.1　凝胶净化系统 1-1
1.2　凝胶色谱原理 1-2
1.3　系统分析原理 1-3
1.4　凝胶净化系统特点 1-4
1.5　不锈钢凝胶净化柱 1-4

第 2 章　安装及运输 2-1

2.1　开箱检验及标准附件 2-1
2.2　安装环境要求 2-3
2.2.1　场地要求 2-3
2.2.2　电源及电源线 2-4
2.2.3　计算机要求 2-4
2.2.4　通讯连接 2-5
2.3　管路连接 2-6
2.3.1　连接管材料 2-6
2.3.2　连接管的清洗 2-7
2.3.3　凝胶净化系统连接实例 2-7
2.4　溶剂管路系统安装 2-8
2.4.1　安装准备工作 2-8
2.4.2　泵头入口与储液瓶的连接 2-8
2.4.3　泵与进样阀的连接 2-8
2.4.4　废液瓶的安装位置 2-9
2.5　运输 2-10

第 3 章　基本操作 3-1

3.1　紫外–可见检测器 3-1
3.1.1　前面板 3-1
3.1.2　后面板 3-3
3.1.3　开机 3-4
3.1.4　操作 3-6
3.1.5　检测器工作参数 3-7
3.2　高压恒流泵 3-9
3.2.1　前面板 3-9
3.2.2　后面板 3-12
3.2.3　开机 3-13
3.2.4　操作 3-13
3.3　馏分收集器(选配) 3-15
3.3.1　外观示意图 3-15
3.3.2　后面板 3-16
3.3.3　开机 3-16
3.3.4　收集容器放置 3-17

3.3.5 操作 3-18
3.3.6 关机 3-21
3.4 更换流动相 3-22
3.4.1 更换互溶性流动相 3-22
3.4.2 更换非互溶性流动相 3-22
3.4.3 缓冲盐流动相更换 3-23
第 4 章 常见故障诊断与排除 4-1
4.1 紫外−可见检测器 4-1
4.2 高压恒流泵 4-3
第 5 章 部件与材料清单 5-1
5.1 消耗部件 5-1
5.2 更换部件 5-2
附录 I
系统可选配置 I
一些典型官能团的吸收特性 II
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
有机微孔滤膜化学相容性 VII
安全信息 X

第1章　简介

1.1　凝胶净化系统

凝胶净化是普遍应用于环境、医药、食品等领域的一种样品前处理净化手段，根据凝胶渗透色谱原理对复杂样品按照分子体积的大小进行分离，以达到分离纯化的目的。

凝胶净化系统是大连依利特分析仪器有限公司依据多年液相色谱仪器生产的经验基础上，研制开发的一款凝胶净化专用的样品前处理系统，可选配专用的不锈钢凝胶净化柱和馏分收集器，可以实现对复杂样品的分离纯化及分段收集。

凝胶净化系统包括 D1100 紫外-可见检测器、P1100 高压恒流泵、ST1100 溶剂托盘、Elitapex 色谱数据工作站、F3100 馏分收集器、VB1100 进样阀支架、进样阀、不锈钢凝胶净化柱、工具包及配件等配套产品，客户可以根据实际需求进行选配仪器。有关凝胶净化系统其它部分的详细资料，请参见大连依利特分析仪器有限公司相应的产品介绍。



图 1-1　凝胶净化系统外观

1.2 凝胶色谱原理

凝胶色谱又称为体积排阻色谱或尺寸排阻色谱(Size Exclusion Chromatography，SEC)，是按溶质分子大小进行分离的一种色谱技术。

分离原理：在样品分离过程中，大于尺寸排阻极限的化合物将会不受阻碍，直接通过柱子；而在排阻极限范围内的化合物将会被填料截留，随着溶剂的洗脱逐渐渗透过填料的微孔，随后流出柱子，从而达到样品分离的目的。

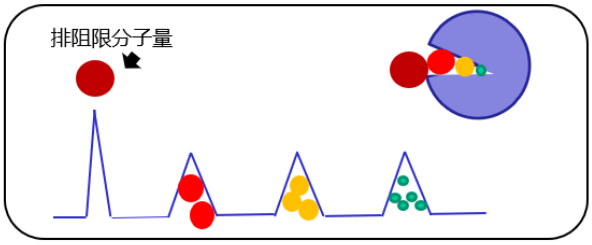


图 1-2　体积排阻色谱示意图

(注：图片来源于网络)

根据流动性是有机溶剂还是水，通常凝胶色谱分为凝胶渗透色谱(Gel Permeation Chromatography，GPC)和凝胶过滤色谱(Gel Filtration Chromatography，GFC)。

- ***固定相的选择***

凝胶色谱柱的固定相按化学组成分为三类：

a) 有溶胀性的交联高聚物类疏水性有机凝胶。如：交联聚苯乙烯；

b) 水做溶剂的亲水性凝胶，如：交联葡聚糖凝胶、琼脂；

c) 非溶胀性的无机凝胶，如多空硅胶、多孔玻璃

GPC 凝胶净化系统推荐：

多孔的聚苯乙烯聚合物微球体填料

Bio-Beads S-X3 填料，粒径 200-400 目，排阻极限：2000。

- ***流动相选择***

在选择溶剂时，应该选择与仪器、净化柱兼容的溶剂及样品溶解性相符的溶剂。

选择性仅与分子大小的差异有关。要改进分离度只能靠凝胶的孔径大小和孔径分布的最佳化来实现。试样的分离并不依赖于溶剂与试样间的相互作用力。

【注意】 **流动相过滤时推荐使用聚四氟乙烯过滤膜。**

1.3 系统分析原理

a) 输液泵将流动相与样品带入净化柱；

b) 在净化柱中试样中各组分按照分子大小顺序洗脱，大分子油脂、色素、生物碱、聚合物等先被洗脱出来，而农药等较小分子后被洗脱出来；

c) 洗脱出来的物质经过检测器检测，输出谱图；

d) 馏分收集器根据设置要求，收集含有目标组分的洗脱液。

如下图所示。

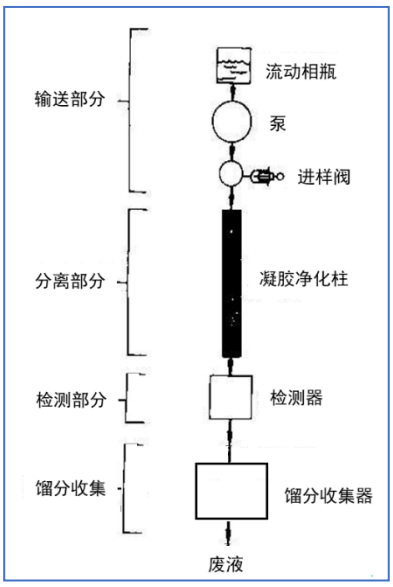


图 1-3　凝胶净化系统结构示意图

1.4 凝胶净化系统特点

- 高精度高压恒流泵，输液稳定，重复性佳。
- 实时压力显示，高、低压报警等功能，保证仪器的安全性。
- 可变波长紫外-可见检测器，波长范围广，灵敏度高。
- 触摸屏全自动馏分收集器，操作简单，直观。
- 不锈钢凝胶净化柱，可承受更高压力、缩短净化时间、节省大量有机溶剂、提高工作效率。

1.5 不锈钢凝胶净化柱

凝胶净化柱是净化系统的重要组成部分，凝胶净化柱的好坏直接影响净化效果，大连依利特推出的不锈钢凝胶净化柱，采用进口 Bio-Beads S-X3 填料装填，具有净化率高，批次重现性好，安全可靠等特点，与传统玻璃柱相比，更加方便。

- 填料：Bio-Beads S-X3 200-400 目
- 净化柱：不锈钢柱管
- 柱规格：ID20mm*300mm，ID25mm*400mm

  （其他规格可定制）

第2章　安装及运输

2.1　开箱检验及标准附件

凝胶净化系统采用的是瓦楞纸箱及泡沫内衬包装，您在收到仪器后，请首先检查仪器外包装是否完整无破损，若发现外包装存在损坏迹象，请及时与大连依利特分析仪器有限公司或当地经销商联系。



【警告】　如果您收到的仪器有损坏迹象，请不要尝试对仪器进行安装调试，可以要求大连依利特分析仪器有限公司进行检查，评估仪器状况。

2.1.1　拆除包装

将装有凝胶净化系统的各个模块包装箱正面朝上放置于水平的地面上。用壁纸刀划开顶部胶带，取出带有内包装物的凝胶净化系统及配件包并放置在桌面上。依次去除泡沫材料，打开仪器防护膜。



【警告】　由于凝胶净化系统的各个模块自身较重，建议拆卸、安装过程中有两人以上配合操作，防止仪器不慎滑落造成仪器损坏或人身伤害。

2.1.2 装箱单

在安装凝胶净化系统之前，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 凝胶净化系统装箱单

序号	名称	单位	数量
1	凝胶净化系统	套	1
2	产品合格证	本	1
3	售后服务卡	张	1
4	工具包	套	1



【注意】 **随箱附带的装箱单如与说明书中有出入，请以随箱附带的装箱单为准，如有变动恕不另行通知。**

2.2 安装环境要求

2.2.1 场地要求

- *环境*

凝胶净化系统需参见表 2-2 所述的环境条件下进行工作。建议环境温度变化小于 2℃/h。如果环境温度波动较大，采集信号有可能会受到影响。

表 2-2 环境要求

序号	类型	要求
1	室内环境	室内应清洁无尘，无易燃易爆物品，排风良好
2	电磁场	附近无电磁噪音源干扰
3	工作温度范围	4~40℃(39~104℉)
4	相对湿度	20%~80%，无冷凝



【小心】 **请勿在温度波动的条件下使用凝胶净化系统；**

如环境温度过低，请将室温缓慢升高，避免快速升温造成仪器内部冷凝。

- *工作台*

凝胶净化系统可以放置在正常的桌面或实验台上，应确保工作台能承受所有部件的重量，并需在左侧额外留出约 5cm 的空间，右侧留出约 15cm 的空间，后部留出约 15cm 的空间，以便于空气流通和电源线连接。



【警告】 **整套仪器应放在水平位置，否则有发生跌落的危险！**

2.2.2 电源及电源线

为保证仪器能够正常、安全的运转，请务必在指定的电压范围内使用专用电源线。

- 接地，交流电源 220V ±10%，50Hz
- 高压请选用 T1.25A(250V)保险丝



【警告】

请选用依利特提供的专用电源线，如选用其他品牌或未知的电源线可能导致电子元器件的损坏或人身伤害！

如果将仪器连接至高于适用范围的电网中，可能会使人员遭到电击或损坏仪器！

请先拔掉凝胶净化系统电源线后，再更换保险丝，以避免触电事故。

出于对人身安全及仪器保护考虑，在仪器后部安装有外接保险丝。

2.2.3 计算机要求

硬件要求

- 最低硬件要求：Intel Core 2 CUP，2G 内存，1G 以上的硬盘空间；(参考 Elitapex 色谱数据处理工作站的使用要求)
- 显示器最低分辨率：1024×800，64K 色(16 位真彩)；
- 其它：通讯使用的 USB 接口或 RS232 接口、用于安装软件的 CD-ROM 驱动器。

操作系统要求

- Windows XP Professional(SP3)、Windows 7 或更高版本的操作系统(参考 Elitapex 色谱数据工作站的使用要求)。

工作站要求

- 需要使用 Elitapex 色谱数据工作站来控制仪器运行。

2.2.4 通讯连接

凝胶净化系统是运用检测器与各单元部件完成通讯、管理与控制等功能，通讯线路连接走向示意图参考图 2-1。

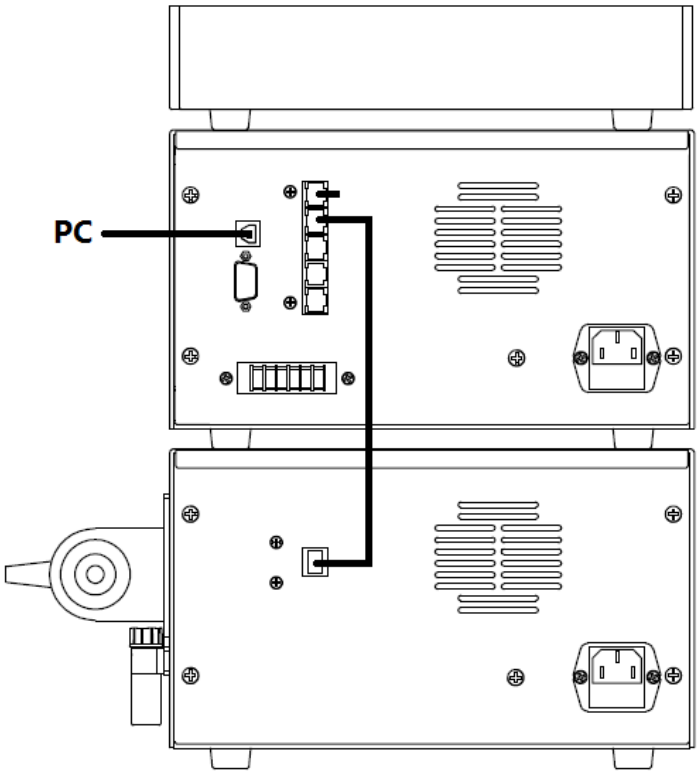


图 2-1　凝胶净化系统通信连接示意图

2.3 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。管路材质选择不适也会将导致谱带展宽，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。请仔细注意与检测器相关的连接。

2.3.1 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 0.175mm(0.007")，0.25mm(0.01")，0.5mm(0.02")，0.75(0.03")mm 和 1.0mm(0.04")等。

不锈钢管一般用于高压部分。在液相色谱系统中，从泵出口到色谱柱入口属于高压部分，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 左右的高压，比不锈钢管更具惰性，适宜于生物样品的分离分析与制备，在生物分离系统中多采用这种材质替代不锈钢。

2.3.2 连接管的清洗

新购买的不锈钢管路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－lmol/L 硝酸－水－甲醇－氮气流吹干。硅胶管使用前，以甲醇冲洗即可。

2.3.3 凝胶净化系统连接实例

以凝胶净化系统为例，进行整个系统管路连接，见图 2-2，图 2-3。

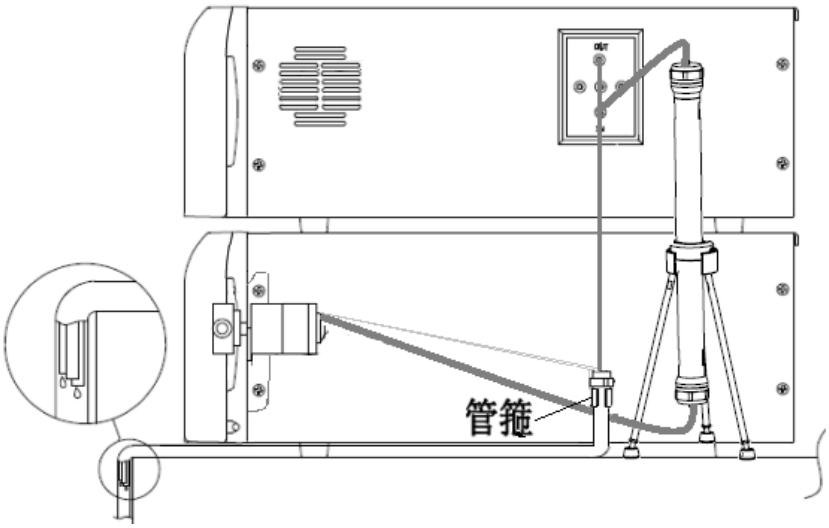


图 2-2　凝胶净化系统管路连接示意图

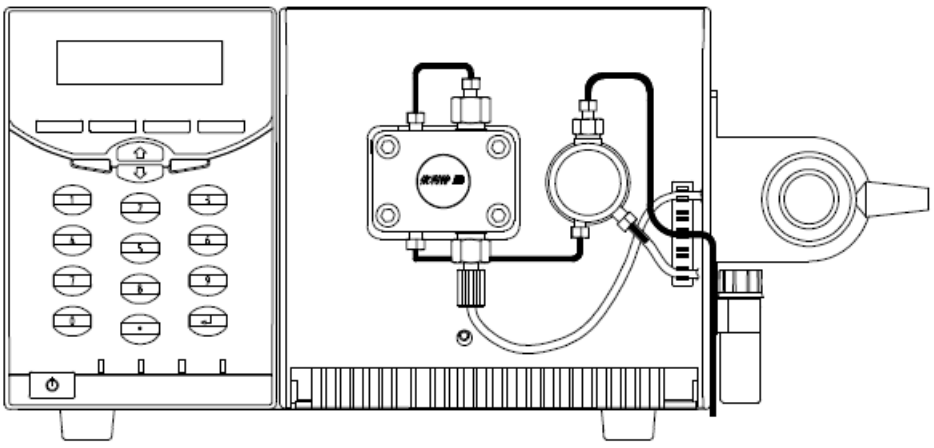


图 2-3　高压恒流泵不锈钢管路连接示意图

2.4 溶剂管路系统安装

2.4.1 安装准备工作

准备一个容积为 100mL 以上的溶剂储液瓶，瓶盖上应有两个 3-4mm 小孔。卸下放空阀上面泵出口的密封堵头，将随仪器所配的不锈钢连接管(OD1/16"×ID0.02")连接到泵口，准备与高压进样阀连接。

2.4.2 泵头入口与储液瓶的连接

将随仪器所配的 FEP 输液管及溶剂过滤头组件与泵的入口相连接，另一端穿过溶剂储液瓶盖的小孔后与溶剂过滤头相连。

2.4.3 泵与进样阀的连接

用不锈钢管（配连接螺丝和密封刃环）连接凝胶净化系统液体出口与进样阀的入口（通常 Rheodyne 手动进样阀的 2 号孔为流动相的输入口），如图 2-4 所示。

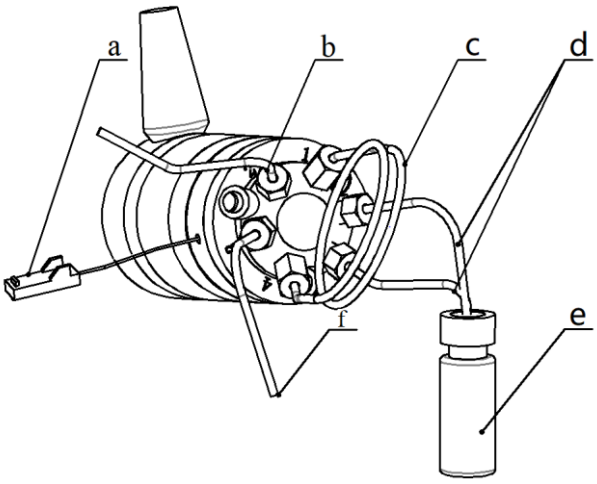


图 2-4　手动进样阀在流路中的连接

a.自动触发接口；b.流动相入口；c.定量环；d.废液管；e.废液瓶；f.流动相出口



【注意】

进样阀 3 号口与色谱柱入口相连。

进样阀 2 号口与高压恒流泵出口相连。

所有连接螺丝以不漏液为原则，不要用力过度，以防将螺丝拧断。

如果出现封不住现象，请将旧刃环切掉，重换一个新刃环。

为了保证样品较少扩散，高压进样阀与高效液相色谱柱之间以及色谱柱与检测器之间的连接管要尽量短。

所有不锈钢连接管前端要平齐，保证管头插到底再上紧螺丝，以减少死体积（色谱柱出口和入口建议选用本公司专利产品通用柱接头）。

2.4.4 废液瓶的安装位置

为方便废液流入废液瓶内，废液瓶的安装位置一般要安置在不高于仪器的位置。

2.5 运输

凝胶净化系统属于精密仪器，进行远距离运输时，请注意轻拿轻放，剧烈的震动、跌落都有可能对仪器内部零件造成损伤。采用大连依利特分析仪器有限公司提供的随机原包装，可以有效缓冲电子零件和机械零件的物理震动，使仪器得到最佳的保护。

当仪器需要搬运或返厂维修时，请按照下列步骤进行包装。

- 关闭所有仪器电源。
- 拔掉凝胶净化系统电源线及 RS485 通讯线。
- 拆卸掉凝胶净化系统各单元部件间的连接管路。
- 将凝胶净化系统各单元部件小心地取出，放置在一个宽阔的平台上，装入专用密封袋。
- 将原包装泡沫套入仪器框架中，固定好。
- 将固定好的仪器小心地放入原包装箱内，对照发货清单将其它配件也一并放入。
- 用胶带将包装箱口封好，为防止液体进入，建议在封好的包装箱外覆盖一层保鲜膜。
- 将包装好的仪器进行运输。

【警告】 **包装时，一定要对包装箱进行检查，若原包装箱已经破损，切勿使用，应咨询当地代理商或与大连依利特分析仪器有限公司客服人员联系解决！**

第3章　基本操作

3.1　紫外-可见检测器

D1100 紫外-可见检测器(以下简称 D1100 检测器)主要有光学单元、数据采集、控制电路以及数据处理软件等部分组成。

优化了光路散热结构，使噪声、漂移较其他低端仪器更具竞争优势；采用高精度的步进电机驱动光栅转角机构，使检测波长的准确度和精密度满足用户使用需求；采用了 24 位 Δ - Σ4 了求转换技术和基于 MSP430 单片机的双 CPU 结构，实现了高精度的数据采集、数据处理及系统管理。检测器信号输出可通过RS-232或USB两种接口直接与电脑连接，仪器之间互连采用 RS485 的通讯方式，使整个 HPLC 系统的结构更为简洁、合理。

3.1.1　前面板

D1100 检测器的前面板示意图如 3-1 所示。

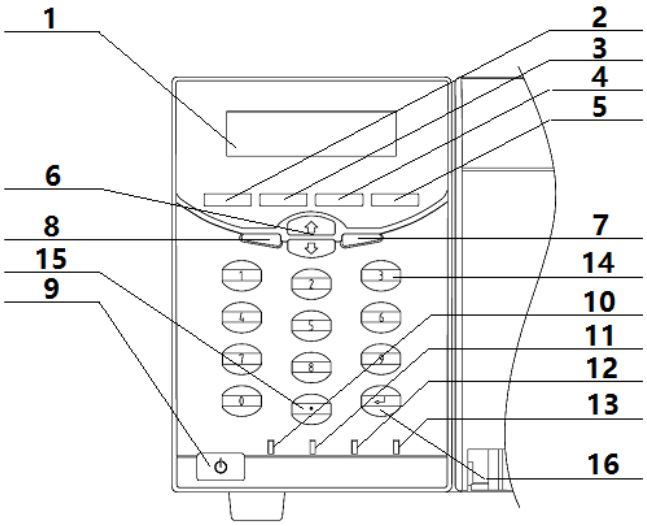


图 3-1　D1100 检测器前面板示意图

表 3-1　D1100 检测器前面板功能

编号	名称	功能描述
1	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。
2	Zero(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。
3	Mark(进样标记)	每按键一次，检测器会产生脉冲信号，在记录仪上作为标记。
4	Clear(清除)	按下该按钮可以对输入错误的数字进行清除。
5	Menu(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。
6	↑↓键	在三个功能菜单下按↑↓键，循环转换各个参数。
7	Prog.(波长程序)	用于波长时间程序的开始和终止。详见后面波长时间程序的设置。
8	Energy(能量)	用于显示当前测量与参比能量。
9	⏻(电源开关)	仪器电源开关。
10	Power(电源指示灯)	打开电源开关后指示灯亮。
11	D2(氘灯指示灯)	该指示灯亮起时表明氘灯正常工作。
12	W-up(氘灯预热灯)	该指示灯亮起时表明氘灯正在预热。
13	Alarm(报警指示灯)	该指示灯亮起时表明检测器能量值过低或电路出现问题。
14	0-9	数字键
15	•	小数点键
16	↵(确认键)	在主界面下，按下确认可以进入波长输入模式，通过↑↓键可在波长输入与RT之间切换。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。

3.1.2 后面板

检测器的后面板如图 3-2 所示。

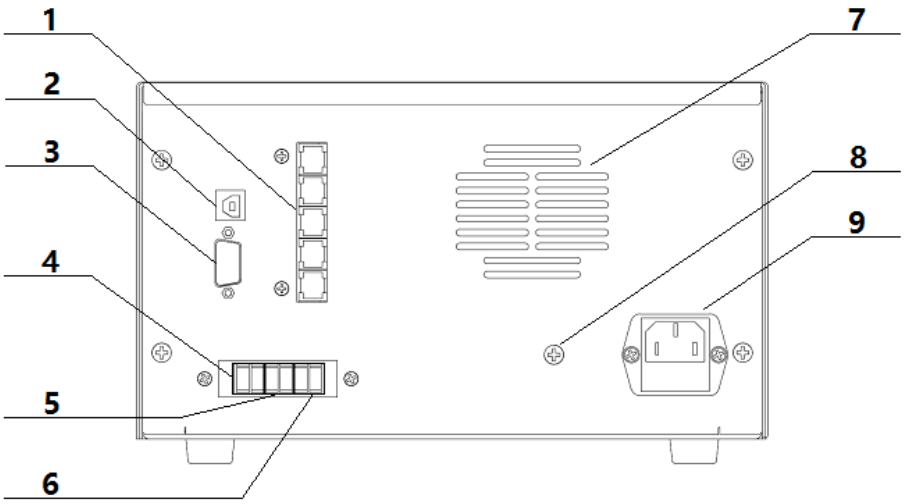


图 3-2　D1100 检测器后面板示意图

表 3-2　D1100 检测器后面板功能

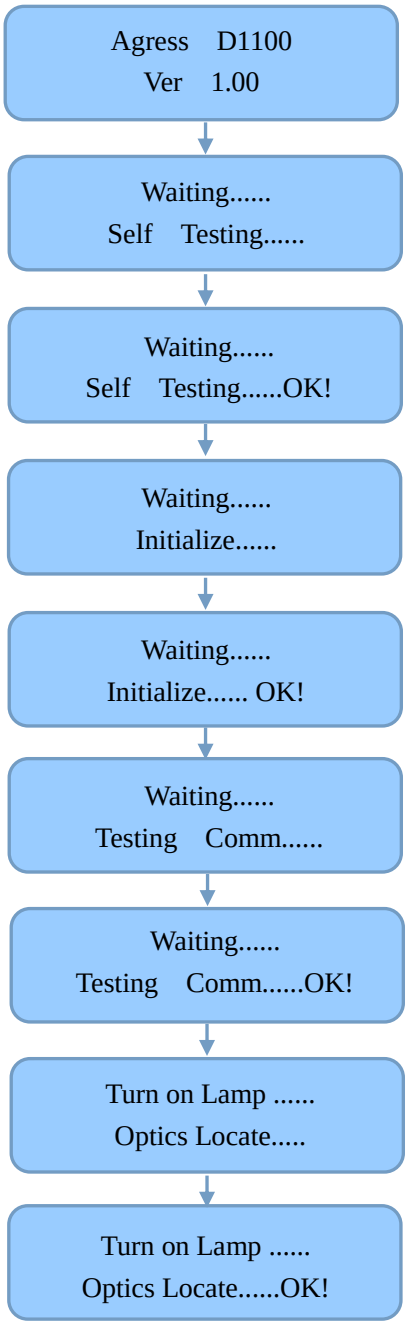
编号	名称	功能描述
1	RS485接口	仪器之间的通信接口
2	USB接口	仪器与工作站的通信接口
3	RS232接口	仪器与工作站的通信接口
4	DA (模拟信号输出)	检测器输出满量程为2V的电压值，输出单位为1AU/V。(选件)
5	ZERO (归零触发)	基线归零并开始采集数据
6	WL (波长时间程序触发)	运行波长时间程序并开始采集数据
7	散热孔	用于仪器散热
8	接地端	用于检测器接地线
9	电源输入	用于仪器供电（AC220V，50Hz）

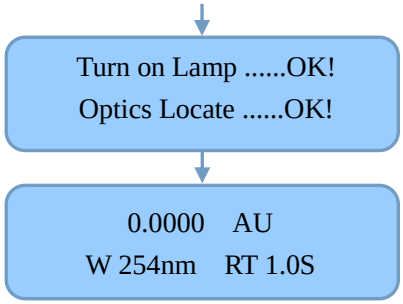
3.1.3 开机

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状态。**

打开电源开关（前面板左下角）。此时电源指示灯亮，液晶显示屏亮，D1100 检测器开始进行系统自检。液晶显示屏依次显示如下：





同时前面板氘灯指示灯亮。

【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D1100检测器，所有参数是出厂设定的默认值。**

建议关机后间隔 3 分钟以上再开机。

3.1.4 操作

1) 设定波长和响应时间

在主界面状态下可以直接设定或修改检测波长和响应时间。

在该状态下，按“↵”(确认键)后，波长第一位光标开始闪烁，可以输入“波长：λ”，确认后，按“↑”和“↓”，根据光标移动的位置可以继续输入“响应时间：RT”，确认后即可到初始状态。上述输入过程中如果中途输入错误，光标处会显示“ERR”，提示重新输入，输入完毕，按“↵”(确认键)后返回最初状态(无光标闪烁)。



2) 响应时间

检测器的响应时间也叫时间常数，定义为从样品进入检测池到真实信号输出 63.2%的时间，是样品进入检测器产生响应信号时间的度量，反映了检测器跟踪组份浓度变化的快慢。检测器和计录仪的时间常数过大，会导致色谱峰形失真，柱效下降，也影响色谱分析的可靠性和准确度，对于保留值小的组份进行快速分析时，检测器的时间常数尽量小。



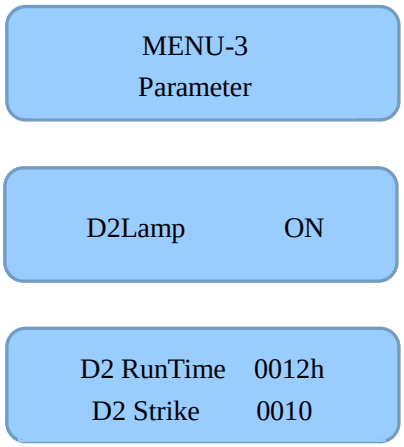
【注意】 **D1100 检测器的时间常数 RT 可以在 0.1-5.0s 内进行调整。**

3.1.5 检测器工作参数

【注意】 **D1100检测器只有氘灯，所以以下的操作说明对钨灯无效。**

连续按“Menu”键，MENU-3 为设定或查看氘灯的开关状态、运行时间、开启次数等检测器工作参数。

按“↑”和“↓”键，屏幕依次显示如下：



- *氘灯的开关状态*

按“↑”和“↓”键进入如下氘灯的开关状态设定界面，按确认键后光标闪烁，用“↓”键可改变氘灯的开关状态。当氘灯设定为“OFF”状态时，前面板指示灯也会熄灭。



【注意】 **每开启一次氘灯，灯受到的冲击约相当于灯正常点燃3小时，如果灯再次开启的时间间隔小于3小时，建议用户不要关闭。**

如果上次关机前氘灯为“OFF”状态，开机后会提示，按“Menu”键进入主菜单后可以设定。

- *氘灯的使用时间*

按“↑”和“↓”键显示氘灯使用时间。该项内容用户不能自行更改。

D2 RunTime 0012h

- *氘灯开启次数*

按“↑”和“↓”键显示氘灯、钨灯开启次数。该项内容用户不能自行更改。

D2 Strike 0010

- *氘灯能量*

按下前面板的“Energy”键显示氘灯能量。Smp 为测量值，Ref 为参比值。该项内容用户不能自行更改。

Smp Energy 12345
Ref Energy 12345



【注意】

Smp值与检测波长、检测池的位置和流动相条件等因素有关。如果氘灯能量太低说明检测池可能有气泡或者检测池位置未对正，排气泡、拧紧池子。流动相吸收值太大也会导致Smp值很小，尤其检测波长小于220nm时甲醇和乙腈应该选用优级色谱纯。

Ref值与氘灯使用时间和氘灯启辉次数有关。

灯使用时间、点开启次数和灯能量值不能修改。

3.2 高压恒流泵

P1100 高压恒流泵是小凸轮驱动短行程柱塞的双柱塞串联式往复恒流泵，输液脉动低。采用步进电机细分控制技术使得电机在低速运行平稳；浮动式导向柱塞的安装方式，精选的高质量柱塞杆和密封圈等关键部件，保证了高压恒流泵长期运行输液稳定性和耐用性。

3.2.1 前面板

P1100 高压恒流泵的前面板示意图如 3-3 所示。

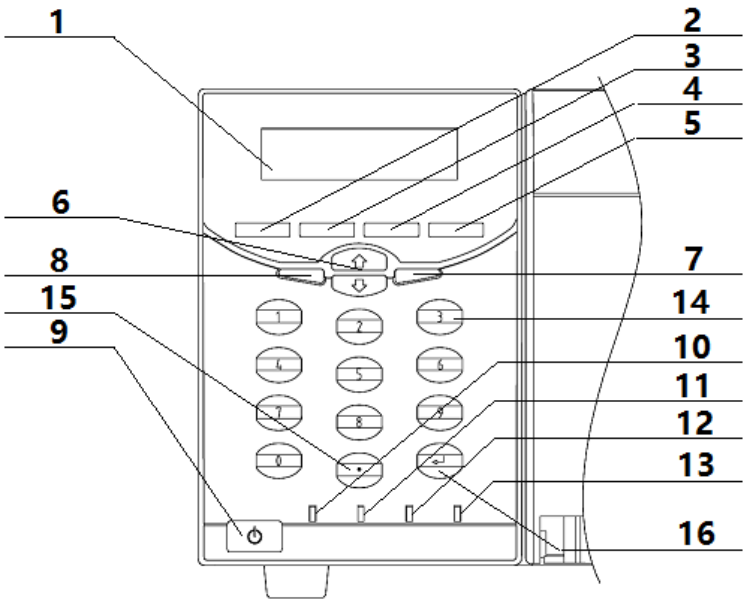


图 3-3　P1100 高压恒流泵前面板示意图

表 3-3　P1100 高压恒流泵前面板功能

编号	名称	功能描述
1	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。
2	Run/Stop (运行停止)	该按钮用于恒流泵的运行与停止，按一次后运行指示灯亮，泵开始按照设定的流速输送液体，在外部控制情况下按该键可以暂停。
3	Purge (冲洗)	按此键一次，泵以大流速冲洗系统，主要用于流动相置换和冲出系统内的气泡。
4	Clear (清除)	该键有两个作用，输入不正确数据的退位修改和解除报警。
5	Menu (操作菜单)	用于两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两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。
6	↑↓键	在两个功能菜单下按↑↓键，循环转换各个参数。
7	A/B (A/B泵设定)	按下用于切换A/B泵设定
8	PMax (最大压力设定)	用于直接前往最大压力设定界面
9	⏻ (电源开关)	仪器电源开关。
10	Power (电源指示灯)	打开电源开关后指示灯亮。
11	Run (运行指示灯)	该指示灯亮起时表明泵正在进行输液工作。
12	Purge (冲洗指示灯)	该指示灯亮起时表明泵正在进行冲洗工作。
13	Alarm (报警指示灯)	该指示灯亮起时表明泵出现压力超过或低于设定警戒。
14	0-9	数字键
15	•	小数点键
16	↵ (确认键)	在主界面下，按下确认可以进入流量输入模式。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。

P1100 高压恒流泵的泵头示意图，如图 3-4 所示。零部件名称见表 3-4。

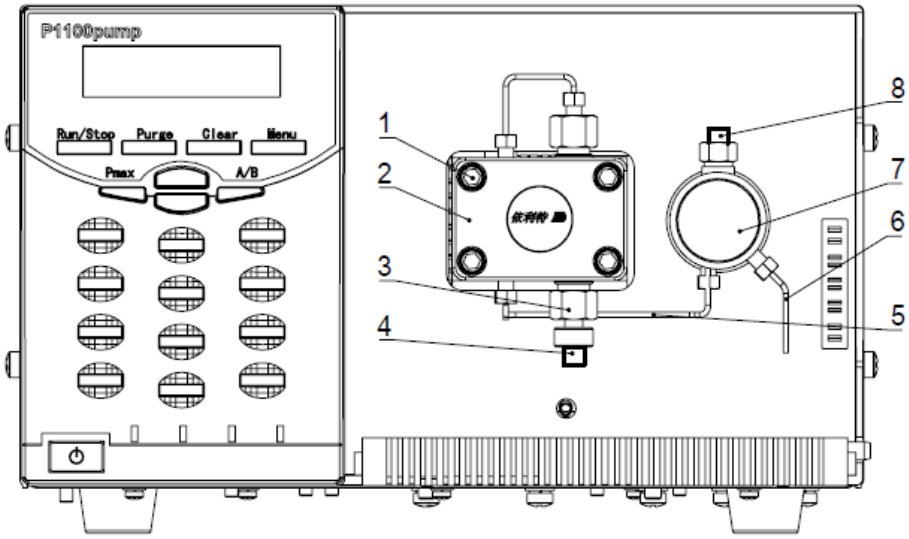


图 3-4　P1100 高压恒流泵输液部分示意图

表 3-4　输液部分装置及功能

序号	名称	说明
1	泵头固定螺丝	固定泵头于泵体上
2	泵头	柱塞杆在泵头里往复运动输送流动相
3	单向阀	阻止流动相反向流动
4	泵入口	流动相输液管连接于此
5	连接管	连接泵头与放空阀
6	放空管	排除泵流路内的空气和废液
7	放空阀	排放泵内的空气，常在更换流动相时使用
8	泵出口	流动相由此流出，内装有不锈钢筛板过滤片

3.2.2 后面板

P1100 高压恒流泵的后面板示意图如图 3-5 所示。各设置及其相应功能见表 3-5。

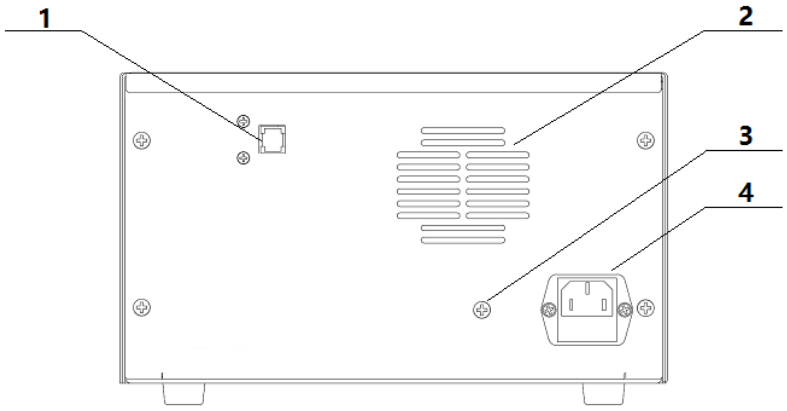


图 3-5　P1100 恒流泵后面板示意图

表 3-5　后面板设置及功能

编号	名称	功能
1	RS485接口	与检测器之间的通信接口
2	散热孔	用于仪器散热
3	接地端	用于高压恒流泵接地线
4	电源输入	用于仪器供电（AC220V，50Hz）

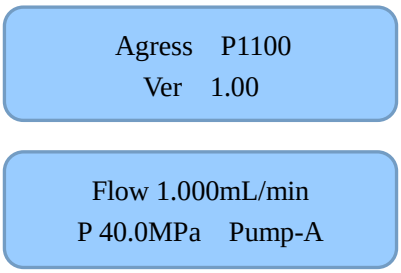
3.2.3 开机

- 将电源线插头插入电源插座中，连接电源。



【注意】 **此时高压恒流泵电源开关应处于关闭状态。**

- 打开电源开关（前面板左下角）。
- 电源指示灯亮，液晶显示屏亮，P1100 高压恒流泵开始进行系统自检。液晶显示屏依次显示如下：





【注意】 **如果是第一次使用P1100高压恒流泵，开机通过自检后主界面中的参数均是P1100泵默认参数，否则P1100泵保持前一次使用后关机前的全部参数。**

3.2.4 操作

在上图主界面下可以直接修改流速和最高限压，如果要修改某个参数，首先按“↵”确认键，然后再按“↑、↓”移动键将光标移到要修改的参数处，键入新的参数值后按“↵”确认键即可。直接按下“Run/Stop”键后，恒流泵即按照设定的流速运行，如果要停泵可再次按下“Run/Stop”键。

如果输入流速数值超过高压恒流泵的设定范围，并按“↵”确认键后，泵会发出报警声，3 秒钟后恢复到修改之前的数值。

按“Menu”键一次，进入 P1100 高压恒流泵的“MENU-1 Basic”功能状态，在该状态下通过用“↑、↓”移动键可以循环进入泵的流速、最高限压、最低限压界面，对相应值进行设定和修改。此时光标在要修改的参数处闪动，可以直接键入新的数值然后按“↵”确认键。按“↑、↓”移动键选择 MENU-1 中其它参数。

【注意】 **P1100恒流泵流量设定范围：0.001~10.000mL/min**

Flow 1.000mL/min

【注意】 **P1100恒流泵限压设定值**

Pmax：≤42MPa（流量范围：0.001~5.000mL/min）

Pmax：≤20MPa（流量范围：5.001~10.000mL/min）

Pmin 0.0MPa

Pmax 42.0MPa

【注意】 **泵在工作中对系统的压力进行实时检测，如果压力达到设定的上限Pmax或泵启动后一分钟没达到下限Pmin泵将发出报警信号并停泵。所有输入参数如果超出参数的设定范围，P1100泵不会接受，继续保持原来的参数值。**

MENU-1 中参数修改和设定完成后，再次按下“Menu”键进入 MENU-2，进行恒流泵参数设定。连续按“操作菜单”键两次回到主界面显示。

3.3 馏分收集器(选配)

3.3.1 外观示意图

F3100 馏分收集器是一台全自动馏分收集器，它可以提供流体组分收集的功能，适用于多种需要对流体组分进行分离后收集的场合。

F3100 馏分收集器的仪器外观，如图 3-6 所示。



图 3-6　F3100 馏分收集器

3.3.2 后面板

馏分收集器的后面板示意图，如图 3-7 所示。按图进行通讯及管路连接。



图 3-7　收集器后面板示意图

3.3.3 开机

将系统组织器后面板上总电源开关置于“I”位置，此时 F3100 馏分收集器将进行约 3 分钟的自检操作。

【警告】 **F3100馏分收集器自检时，务必关好前门，绝不允许将手伸入仪器内部，否则可能会对人体造成严重机械损伤！**

3.3.4 收集容器放置

待馏分收集器自检完成后，用户可将试管架放入馏分收集器中。

F3100 馏分收集器推荐使用的收集容器型号如表 3-6 所示。

表 3-6 推荐样品瓶型号

实例	名称	规格	最大收集量
	标准试管	15mm×150mm	15mL
	标准锥形瓶	250mL	250mL

【警告】 **为保证 F3100 馏分收集器进样性能，请使用推荐的收集容器。如果使用非标准试管与锥形瓶导致的后果由用户承担！**

3.3.5 操作

待馏分收集器自检完成后，用户可将试管架放入馏分收集器中。

系统主菜单分为运行界面、功能界面、程序界面、信息界面和关机界面。

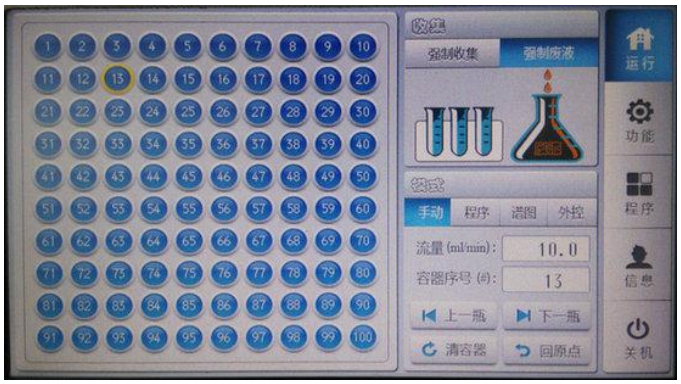


图 3-8　F3100 馏分收集器系统主界面

馏分收集器主要有四种工作模式：手动模式、程序模式、谱图模式和外控模式。

3.3.5.1 手动模式

手动模式可以支持客户随意控制出液口的位置，可以手动控制【强制收集】或者【强制废液】。如图 3-8 中 13 号瓶子为出液口位置，浅蓝色表明已经收集的液体量。

3.3.5.2 程序模式

程序模式是一种支持用户按时间模式自定义的收集模式。见图 3-9、图 3-10、图 3-11。

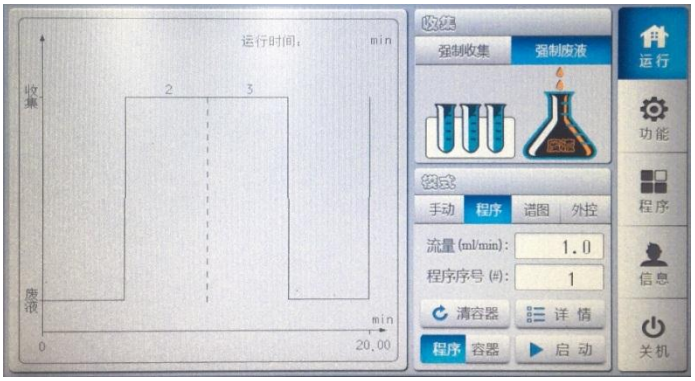


图 3-9　F3100 馏分收集器运行界面-程序模式

每个程序最多 15 段，仪器最多存储 8 段程序，程序之间可以互相跳转。程序在如图 5 程序界面下设置。每一段程序需要设置时间，状态和序号。状态有收集、废液、跳转和停止 4 种。

当设置为【收集】时，则后边的序号为收集保存的瓶号；当设置为【废液】时，则后边的序号则为出液口的瓶号位置，一般推荐设置为下一段的收集瓶号；当设置为【跳转】时，则后边的序号为跳转的程序号；当设置为【停止】时，则在此时间仪器停止工作，液路切换到废液状态，出液口在初始位置。

按下带有序号的方形按钮，会出现【增加行】和【删除行】的弹出菜单。设置完毕后，需按【保存】按钮保存。按下【预览】按钮则会显示程序预览图。按下应用则将正在编辑的程序设成当前程序，并进入到程序运行界面。

按下【启动】按钮，则开始运行程序。运行程序后，可按【瓶号】或者【程序】两种状态显示。也可以由触发信号触发启动。触发信号由机械触发，闭合为触发态。【详情】可以查看已经收集的瓶子的相关信息，包含收集的体积和收集起始停止时间。此界面只能按【返回】才能退出。



图 3-10　F3100 馏分收集器程序界面

按下【导出】按钮可以将瓶子的详情的导出到 U 盘中。导出文件名称最多8个数字，可由用户输入。输出文件存放在DETAIL目录下，格式为CSV文件，EXCEL或者记事本都可以打开。导出功能在谱图模式下依然有效。

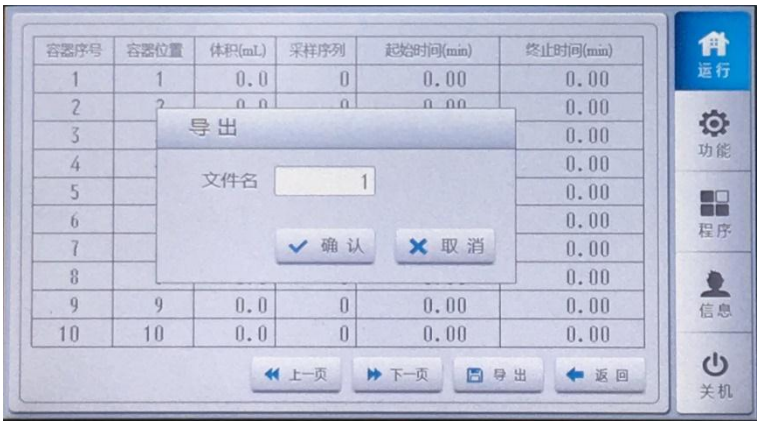


图 3-11　F3100 馏分收集器运行界面-文件导出界面

3.3.5.3　谱图模式

谱图模式是根据输入色谱的信号自动收集样品的模式。见图 3-12、图 3-13。谱图支持模拟电压方式和数字通讯方式。模拟输入支持模拟输入-100mV 到 5000mV，1mV 代表 1mAu。数字通讯方式只支持新版本的检测器。采集阈值可以设定，在如图 3-13 功能界面的谱图设置界面下。延迟时间也在此界面下设定。输入管路直径、长度和流量，系统自动计算时间。虚线下的阿拉伯数字为对应的瓶号。当一个峰收集多个瓶子时，只显示第一个瓶子。为了查看详情方便，谱图模式按照瓶子的序号进行收集。因为显示的需要，需要设置收集时间，显示谱图的时间是收集时间加上延迟时间。纵坐标可以设定，最小 1mV，最大 5000mV。超前时间和滞后时间是为了将样品更彻底的收集而设置的参数。超前时间是在样品峰达到阈值电压时，提前启动收集的时间，此时间不能大于延迟时间，否则按最大延迟时间处理。滞后时间是样品峰低于阈值电压后多收集的时间。如果没有这个需求的客户，全部设成 0 即可。

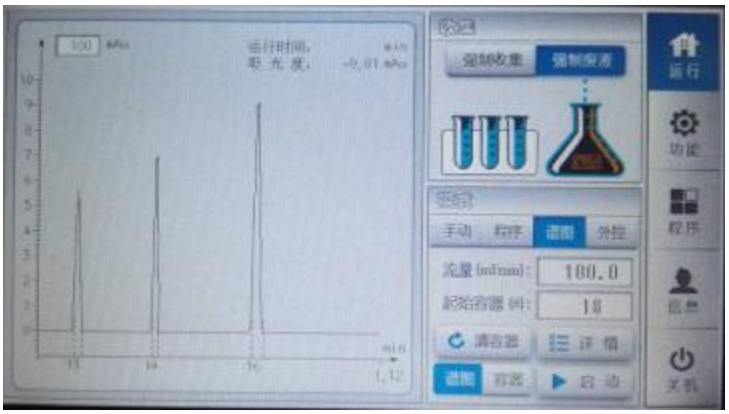


图 3-12　F3100 馏分收集器运行界面-谱图模式界面

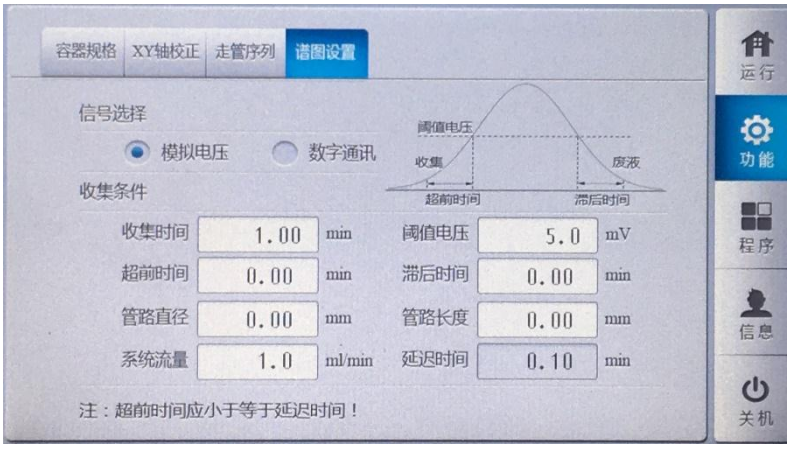


图 3-13　F3100 馏分收集器功能界面-谱图设置界面

3.3.5.4　外控模式

外控模式是由上位机软件控制的模式。

在外控模式下，用户无法手工操作仪器。如果需要人工手动干预，也可在手动模式下，由上位机控制，同时也可手工随时干预。

3.3.6　关机

按下【关机】按钮后，确认后，仪器进入关机界面。轻触屏幕，会出现确认开机对话框。确认后系统开机。

按下【关机】进入的关机状态为软关机状态，系统内部仍有电路在工作，如长期不用，强烈建议关闭后部电源开关。

3.4 更换流动相

高效液相色谱常用的流动相包括有机溶剂、水、各种缓冲溶液等，它们之间存在是否相溶性问题，同时也存在是否有缓冲盐析出的问题，因此在更换流动相时需格外小心，必要时请查阅相应的物理化学手册。

3.4.1 更换互溶性流动相

以甲醇系统更换为乙晴系统为例，更换步骤如下：

1) 将流动相乙腈置于新储液瓶中。

2) 将过滤杯组件从甲醇储液瓶瓶中拿出，用乙晴冲洗过滤杯组件后，将过滤杯组件重新头放入乙晴储液瓶中。

3) 打开放空阀，启动泵，使新流动相流出约 20mL 左右。

4) 关闭放空阀，然后将进样阀与色谱柱相连接端卸开，用小容器放置于进样阀的出口处。

5) 启动泵，使新流动相流出约 10mL 左右。

6) 重新连接色谱柱，设定适当流速，当流动相流出约 30 倍于色谱柱体积，并且检测器基线平恒后，流动相更换完毕。

3.4.2 更换非互溶性流动相

以甲醇系统更换为正己烷系统为例，更换步骤如下：

1) 准备约 50mL 能与新旧流动相互溶的中介溶剂（如异丙醇）。

2) 用中介溶剂更换泵中旧流动相甲醇，步骤同 3.4.1（不接色谱柱）。

3) 若色谱柱中流动相也需要更换，则需连入色谱柱。

4) 然后用新流动相正己烷更换系统中的中介溶剂（异丙醇），步骤同 3.4.1。

3.4.3 缓冲盐流动相更换

缓冲盐遇到甲醇、异丙醇等有机溶剂时，容易使缓冲液中的盐结晶析出，而结晶盐对密封圈、柱塞杆以及进样阀内部的转子和定子都有很大的损坏，也容易阻塞输液管路，因此使用时应特别注意。

当流动相中含有缓冲盐时，测试前，需先用含一定比例水的有机溶剂进行过渡，并且每次测试完毕后，仍需先用含高比例水的流动相冲洗系统，再用有机溶剂保存系统和色谱柱。

第4章　常见故障诊断与排除

4.1　紫外-可见检测器

表 4-1　紫外-可见检测器常见故障及解决方法对照表

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。
	检测池中有气泡	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ID0.007"×0.5~1m 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	检查氘灯设定状态； 检查灯使用时间、灯能量、开启次数； 更换氘灯。
	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。
	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。
	检测池漏液	更换检测池石英片；拧紧压紧螺母。
	检测器温度变化	系统恒温
	检测器光源故障	更换氘灯
	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。
	强吸附组分从色谱柱中洗脱	在下一次分离之前用强洗脱能力的溶剂冲洗色谱柱；使用溶剂梯度；
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；降低环境温度。
	记录仪或检测器接地不良	消除噪声来源；确保良好接地。

症状	可能原因	解决方法
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。
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	维修。
	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。
	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	改用紫外透过的溶剂；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。
检测器不工作	保险丝熔断	更换保险丝。
	电源没通电	重新通电。
氘灯指示灯不亮	氘灯到寿命	换氘灯。
	氘灯接线故障	重新接线。
	氘灯电源故障	查看电源。
	氘灯关闭	重新开启。
样品及参比端能量显示为 0	氘灯已烧坏	换氘灯。
	氘灯关闭	重新开启。

4.2 高压恒流泵

表 4-2 高压恒流泵常见故障及解决方法对照表

症状	原因	解决方法
输液不稳，并且压力波动较大	泵头内有气泡	1. 通过放空阀排出气泡。 2. 用注射器通过放空阀抽出气泡。
	原溶液仍留在泵腔内	加大流速并通过放空阀彻底更换旧溶剂。
	气泡存于溶剂过滤头的管路中	1. 振动过滤头以排除气泡。 2. 若过滤头有污物，用超声波清洗，若超声波清洗无效，更换过滤头。 3. 流动相脱气。
	单向阀不正常	清洗或更换单向阀。
	柱塞杆或密封圈漏液	1. 更换柱塞杆密封圈。 2. 更换损坏部件。
	管路漏液	1. 上紧漏液处螺丝。 2. 更换失效部分。
	管路阻塞	清洗或更换管路。
泵运行，但无溶剂输出	泵腔内有气泡	1. 通过放空阀冲出气泡。 2. 用注射器通过放空阀抽气泡。
	气泡从输液入口进入泵头	上紧泵头入口压帽。
	泵头中有空气	在泵头中灌注流动相，打开放空阀并在最大流量下开泵，直到没有气泡出现。
	单向阀方向颠倒	按正确方向安装单向阀。
	单向阀阀球阀座粘连或损坏	清洗或更换单向阀。
	溶剂贮液瓶已空	灌满贮液瓶。
实际流速低于设定值	单向阀不正常	清洗或更换单向阀。
	过滤头有污物	清洗或更换过滤头。
	系统漏液	拧紧漏液处螺丝。
不输送溶剂（泵不运行）	电源开关未开	打开电源开关。
	电源未插	插上电源线。
使用过程中流速变小	泵内气泡聚集	打开放空阀，让泵在高流速下运行，排除气泡。
	溶剂过滤杯组件阻塞	打开泵头入口压帽，如溶剂不能很快流出输液管，说明过滤杯组件堵塞，需清洗或更换。
	泵中两溶液不互溶	用过渡溶剂来溶解互不相容的溶剂。
	柱塞密封泄漏	检查并更换柱塞杆或密封圈。
	压缩补偿调节失灵	检查或更换压力转换板或压力变送器。
流速过高	流速补偿失灵	检查或更换（参见说明书）。
	P.C.板失灵	更换 P.C.板。
	压缩补偿调节失灵	检查或更换。

症状	原因	解决方法
系统压力过高	管路阻塞	逐段排查系统的每一段管路找到堵塞部分，更换堵塞管路或切掉堵塞部分。
	管路内径太小	更换合适内径的管路。
	在线过滤器阻塞	清洗或更换过滤器钢筛板。
	色谱柱阻塞	更换色谱柱。
显示压力为“0”或压力升不高	储液瓶中无流动相	重新加入流动相。
	放空阀未拧紧	重新拧紧放空阀。
	泵压力传感器故障	检查或更换压力传感器。
	管路连接处有泄漏	a) 拧紧泄漏处螺丝或刃环。 b) 更换失效部分。
	密封圈处漏液	清洗或更换密封圈。
	两泵头均有气泡	同“流速变小”中1的排除方法。
泵有嗡声，不能正常启动	马达失灵	停泵检查。
	相电压过低	增加相电压。
泵不吸液	泵头内有气泡聚集	排除气泡（参见上述）。
	入口单向阀堵塞	检查更换之。
	出口单向阀堵塞	检查或更换。
	单向阀方向颠倒	按正确方向安装单向阀。
运行中停泵	压力超过高压限定	a) 重新设定最高限压。 b) 更换色谱柱。 c) 更换合适内径管路。
	停电	a) 检查电源。 b) 关闭总电源，检查保险丝。
开泵后有柱压，但没有流动相从检测器中流出	系统中严重漏液	修理进样阀或泵与检测器之间的管路和紧固件。
	流路堵塞	清除进样器口，进样阀或柱与检测器之间的连接毛细管或检测池的微粒。
	柱入口端被微粒堵塞	清洗或更换柱入口过滤片；需要的话另换一根柱子；过滤所有样品和溶剂。
柱压升高，流量减少	色谱柱，保护柱或保护柱部分堵塞	清洗或更换柱入口过滤片；需要的话更换色谱柱。
	检测池或检测器的入口管部分堵塞	拆卸并清洗检测池和管路。

第5章　部件与材料清单

5.1　消耗部件

编号	描述	存货编码
1	流动相储液瓶，透明，500mL	33110001
2	流动相储液瓶，透明，1000mL	33110002
3	流动相储液瓶，透明，2000mL	33120004
4	流动相储液瓶，棕色，透明，500mL	33130008
5	流动相储液瓶，棕色，透明，1000mL	33130009
6	流动相储液瓶，棕色，透明，2000mL	33130017
7	四氟管 OD1/16″～ID0.03″	13010031
8	1/8″四氟管路	13010018
9	过滤杯组件	18040009
10	3/16 " Y 型三通	33120232
11	VM-1002部件夹	14992427
12	扁型线夹	14992562
13	Green Flangeless-Nuts	3215P-305X
15	Yellow Flangeless-Ferrules	3215P-300X
16	3/16″-32不锈钢连接螺丝	14510027
17	1/16″不锈钢刃环	14990070
18	OD1/16 " ～ID0.02 " 不锈钢管	12010007
19	A 型号码管	19000072
20	B 型号码管	19000073
21	电源线	17000001
22	485 通讯线	18990075
23	T1.25A/250V 保险丝	15080015
24	PEEK 刃环	14990128
25	色谱柱夹	14992584
26	扁型线夹	14992562
27	部件夹	14992427
28	黑色十字槽盘头螺丝	14992209
29	硅胶管	13010033

编号	描述	存货编码
30	T1.0A/250V 保险丝管	15080014
31	氖灯	16010008
32	10×10试管架	33120776
33	12-14扳手	19000135
34	耳机插口连线(左短，地线)	18080182
35	接线端子	15070238
36	变径二通	14990121
37	试管	31980032
38	USB 数据线	17000045
39	PTFE 管	13010094
40	自黏式扎带固定座	15500082
41	微量进样器(锁紧头)	33070018
42	PTFE(聚四氟乙烯)滤膜	33120806
43	PEEK 变径两通	14990120
44	L 型直通	33120268

5.2 更换部件

编号	描述	存货编码
1	O 型密封圈 Φ3.5x1.8	14992280
2	柱塞杆	14010215
3	单向阀组件	14010012
4	一级密封圈	14990076
5	二级密封圈	14990074

附录

系统可选配置

客户在购买仪器之前，可以根据实际需要选择不同配置的仪器，并与大连依利特分析仪器有限公司或当地经销商联系销售商联系需要配置名单。具体可选配置如下：

序号	名称	单位	数量	备注
1	ST1100托盘	个	1	标配
2	D1100紫外-可见检测器 （配SC3100（GPC）检测池）	台	1	标配
3	P1100高压恒流泵	台	1	标配
4	VB1100阀支架	个	1	标配
5	3725i-038/7725i进样阀	个	二选一	标配
6	系统工具包（3725i-038/7725i）	套	二选一	标配
7	馏分收集器	台	1	选配
8	ZJ-5柱支架	个	1	选配
9	Bio-Beads S-X3色谱柱	支	1	选配

一些典型官能团的吸收特性

名称	原子团	λ_{max}	ε_{max}	λ_{max}	ε_{max}	λ_{max}	ε_{max}
醚	-O-	185	1000				
硫醚	-S-	194	4600	215	1600		
胺	$-NH_2$	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				
亚砜	>S→O	210	1500				
硝基	$-NO_2$	210	强				
亚硝酸脂	-ONO-	220-230	1000-2000				
	(无环)						
	$-(C=C)_3-$	260	25000				
	$-(C=C)_4-$	300	52000				
	$-(C=C)_6-$	330	118000				
	$-(C=C)_8-$	230-260	3000-8000				
	(有环)						
	C=C-C≡C	219	6500				
	C=C-C=N	220	23000				
	C=C-C=O	210-250	10000-20000				
	$C=C-NO_2$	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 ε_{max} 最大者为佳。

高效液相色谱常用有机溶剂特性

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℃	沸点 ℃	粘度 cP,25℃	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	-.25 -.25 -.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	苄醚			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
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	

	溶剂* 7<.5cP,<45	来源	UV Cutoff	R.I. 25℃	沸点 ℃	粘度 cP,25℃	p’	ea	w%	e	p’+ 0.25e
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	二甲基亚砜	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		
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(≤45℃)，粘度低(≤0.5cp)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℃时的示差折光指数。

5．“p’”是流动相极性参数。

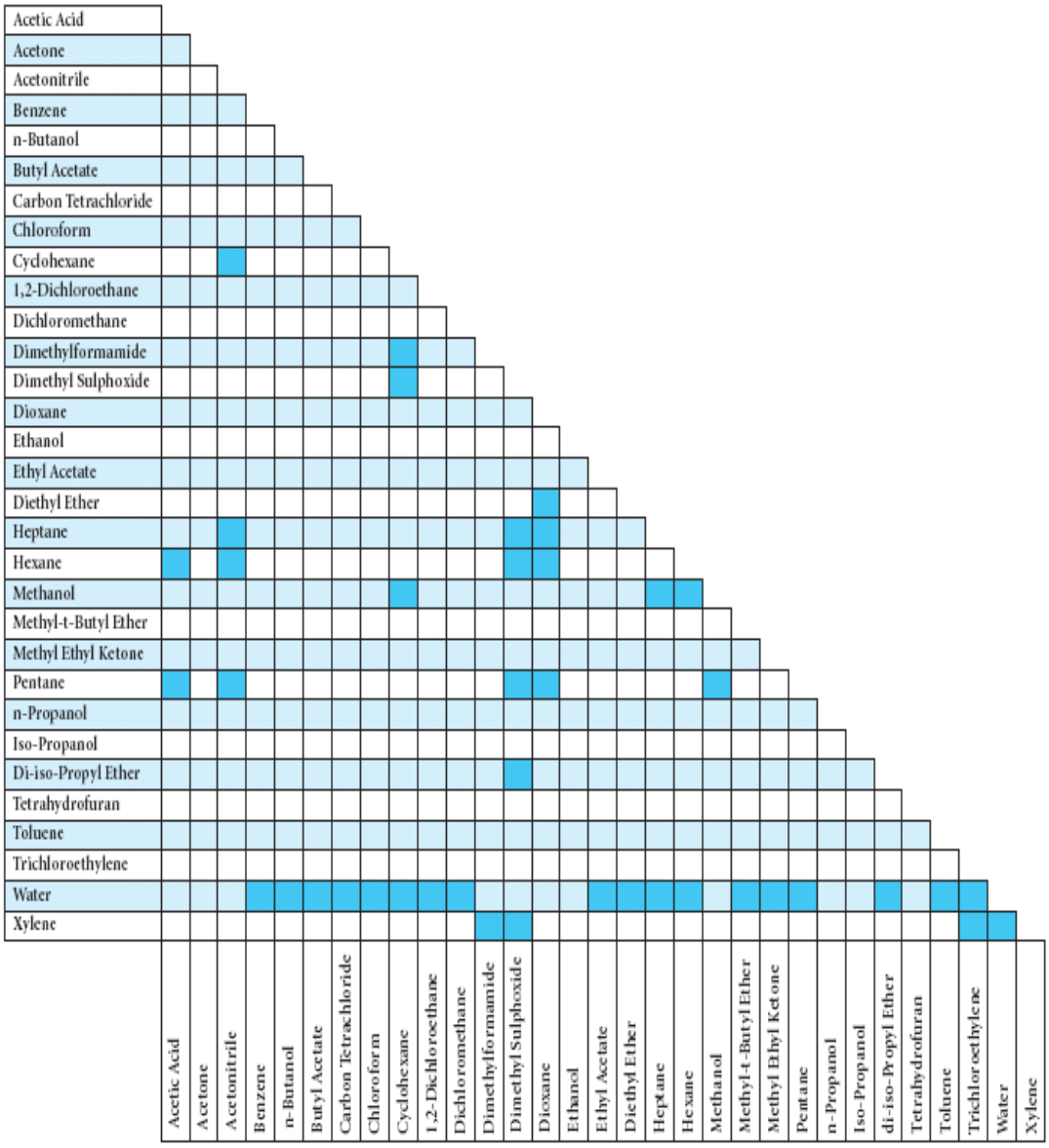
6．“ea”是用氧化铝作液－固吸附时的流动相强度参数。

7．“w%”是20℃时流动相作液—固吸附水的溶解度(Water Solubility w% in 20℃ Solvent)。

8．“e”是介解常数(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。

液相色谱常用溶剂的相溶性



有机微孔滤膜化学相容性

化学品名		聚四氟乙烯	聚偏氟乙烯	聚丙烯	聚醚砜	尼龙
醇类	戊醇	R	R	R	R	R
	苯甲醇 100%	R	R	R	R	R
	丁醇	R	R	R	R	R
	乙醇	R	R	R	R	R
	乙二醇	R	R	R	R	R
	丙二醇	R	R	R	R	R
	异丙醇	R	R	R	R	R
	正丙醇	R	R	R	R	R
	异丁醇	R	R	R	_	R
	甘油	R	R	R	R	R
	甲醇	R	R	R	LR	R
醚类	乙醚	R	R	LR	R	R
	戊烷	R	R	R	_	R
	正己烷	R	R	R	_	R
	异丙醚	R	R	R	–	–
	二恶烷	R	R	R	–	R
	石油醚	R	R	LR	_	R
	四氢呋喃(THF)	R	NR	LR	NR	R
芳烃	苯	R	R	R	NR	R
	甲苯	R	R	R	NR	R
	硝基苯	R	R	R	_	R
	二甲苯	R	R	R	LR	R
乙二醇类	亚乙基二醇	R	_	R	R	R
	甘油	R	R	R	R	R
	丙二醇	R	R	R	NR	R
卤烃	四氯化碳	R	LR	R	LR	R
	乙烷	R	R	R	R	R
	二氯甲烷	R	NR	R	NR	LR
	三氯甲烷	R	LR	R	NR	LR
	三氯乙烷	R	R	R	NR	R

	氯仿	R	LR	R	NR	LR
	氯苯	R	R	R	NR	R
	全氯甲烷	R	R	R	_	R
	二氯乙烯	R	R	LR	NR	R
	氟利昂 TF	R	R	LR	NR	LR
	氟利昂 TMC	R	_	LR	NR	LR
	全氯乙烯	R	_	LR	NR	—
	三氯乙烯	R	R	LR	NR	R
	醋酸	R	R	R	R	LR
酸	冰醋酸	R	R	R	NR	NR
	甲酸	R	R	R	R	NR
	盐酸(浓)	R	R	R	R	NR
	盐酸 6N	R	R	R	R	LR
	硝酸(浓)	R	LR	NR	NR	NR
	硝酸 6N	R	LR	R	LR	NR
	磷酸 6N	R	R	R	LR	NR
	磷酸(浓)	R	_	R	—	NR
	硫酸 6N	R	R	R	LR	NR
	硫酸(浓)	R	LR	NR	NR	NR
	硼 酸	R	R	R	R	LR
	三氯乙酸	R	R	R	_	NR
	氢氟酸 6N	R	_	NR	—	NR
	醋酸戊酯	R	R	R	—	LR
酯类	醋酸丁酯	R	R	LR	—	LR
	醋酸纤酯	R	R	R	R	—
	醋酸乙酯	R	R	LR	LR	LR
	醋酸异丙酯	R	R	R	R	—
	氢氧化铵 3N	R	R	R	R	R
碱	氢氧化铵 6N	R	R	R	R	R
	氢氧化钾 3N	R	R	R	R	R
	氢氧化钠 3N	R	R	R	R	R
	氢氧化钠 6N	R	R	R	R	R
	He	R	R	R	R	R

气体	H_2	R	R	R	R	R
	N_2	R	R	R	R	R
	棉籽油	R	R	—	—	R
油类	润滑油	R	R	R	NR	R
	花生油	R	R	R	—	R
	溶剂油	R	R	LR	_	R
	硅油	R	R	R	_	R
	芝麻油	R	R	R	NR	R
	环已酮	R	NR	R	NR	NR
酮	丙酮（二甲基酮）	R	NR	R	NR	R
	丁酮	R	LR	R	NR	LR
	甲基乙基酮	R	LR	R	NR	LR
	甲基异丁基酮	R	NR	R	NR	LR
	苯胺	R	_	LR	NR	LR
其它	甲醛 37%	R	R	R	R	R
	乙醛	R	R	R	_	R
	臭氧	R	NR	_	NR	NR
	臭氧 10PPM	R	LR	NR	NR	NR
	H2O2, 3%	R	R	NR	_	R
	DMAC(二甲基乙酰胺)	R	NR	R	NR	NR
	DMF（二甲基甲酰胺）	R	NR	R	_	NR
	盐水(海水)	R	R	R	_	R
	二甲基亚砜(DMSO)	R	NR	R	_	NR
	汽油	R	R	R	NR	LR
	煤油	R	R	R	R	—
	苯酚	R	R	R	NR	R
	吡啶	R	R	R	NR	R
	松节油	R	R	LR	R	—
	水	R	R	R	R	R
	乙腈	R	_	LR	R	LR
	硫酸镍溶液	R	_	R		R

注解：

(1) R(Resistant)表示能耐受此化学试剂；LR(Limited Resistance)表示能有限耐受；NR(Not Resistant)表示不能耐受此化学试剂。

(2) 此表仅供参考。

安全信息

一般安全信息

在仪器操作、维护和维修的各个阶段都必须遵循以下一般安全事项。不遵循本手册中其他位置的特殊警告事项，将违反仪器设计、制造和使用的安全标准，大连依利特分析仪器有限公司对用户不遵守这些要求所造成的损失不承担任何责任。

安全标准

本仪器为 I 级安全设备（即提供保护接地端），并按国家安全标准制造与检测。

标志	说明
	对于标有此标志的设备，用户应参阅说明手册，以免对操作员造成伤害及仪器受到损害。
【警告】	警告您可能导致伤亡的情况。除非您已经充分理解并满足要求的条件，否则请勿超越警告范围进行操作。
【小心】	警告您可能导致数据丢失或者设备损害的情况，除非您已经充分理解并满足要求的条件，否则请勿超越小心范围进行操作。
【注意】	提醒您可能导致实验数据不理想或仪器无法正常工作，除非您已经充分理解并满足要求的条件，否则请勿超越注意范围进行操作。

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

公司传真：0411-84732323

公司邮箱：info@elitehplc.com

公司网址：http://www.eliteHPLC.com

©DEAIC@Jun.18,2019-A/0