

紫外 - 可见光检测器
用于岛津高效
液相色谱
SPD-20A/20AV
说明书

使用产品前请仔细阅读本说明书。
请妥善保管本说明书以备今后参考。

介绍

请在使用仪器前仔细阅读本说明书。

感谢您购买本仪器。本说明书介绍了有关：安装、操作、硬件认证、使用注意事项以及附件和选件的详细信息。请在使用仪器前仔细阅读本说明书。请根据说明书的说明使用仪器。请妥善保管本说明书以备今后参考。

重要信息

- 请勿在未完全了解本说明书的内容前使用本仪器。
- 如果仪器被转借或出售，请将本文档提供给下一位用户。
- 如果本文档或仪器上的警告标签丢失或损坏，请及时向岛津办事处更换。
- 为确保安全操作，请在使用仪器前阅读**安全说明**。

版权

- (C) 岛津公司版权所有，2004 保留所有权利。未经岛津公司书面许可，不得复制本出版物的全部或部分内容。由于岛津产品在不断地升级和改进，故本出版物中的信息如有变动恕不另行通知。对于有关任何错误或遗漏的告知，我们表示衷心的感谢。

保修和售后服务

保修

1. 有效性

有关保修范围的信息，请向岛津办事处咨询。

2. 条款

如果由于生产过程中的缺陷而造成任何的仪器不正常运转，制造商将在保修期内提供免费更换部件或免费维修。

3. 保修中不适用的条款

保修不适用于以下原因引起的故障：

- 1) 误用；
- 2) 由非制造商或未认可的公司所做的维修或修改；
- 3) 外部因素；
- 4) 在严酷条件下操作，如高温、高湿度、腐蚀性气体以及振动等；
- 5) 火灾、地震或其他自然力；
- 6) 初次安装后移动或运送仪器；
- 7) 可视为耗材的零件或部件的消耗。（例如，LCD 显示面板的使用寿命取决于实际操作条件。）

售后服务

如果此仪器发生任何故障，请按 "[6 故障排除](#)" 一章中所述进行检查并采取适当的应对操作。如果仍存在问题或症状未包含在“故障排除”一章中，请与岛津办事处联系。

更换部件的可用性

本仪器的更换部件提供至产品停产后七 (7) 年。其后，这些部件将无法获得。但是请注意，非岛津生产的部件的可用性应取决于相关的制造商。

硬件认证

应定期检查每个 LC 组件和整个 LC 系统，以确保其正常运转，否则分析数据可能不可靠。最后，有必要定期执行硬件认证并保留认证记录。硬件认证有两种类型 - 组件认证和系统认证。组件认证的目的是检查系统的单个组件的功能是否正常，而系统认证是检查整个系统（几个组件的组合）的功能是否正常。本仪器在出厂前已通过严格检查。检查结果在仪器随附的“检验证明”中加以概述。要在安装后检查仪器的性能，请重复“7 硬件认证”中描述的“硬件认证”操作。

 “7 硬件认证” P. 7-1

硬件认证合同

基于该合同，由岛津认可的合格的工程师定期执行组件和系统认证，并提供结果报告。有关该合同的详细信息，请向岛津办事处索取。

安全说明

- 为确保仪器的安全操作，请在使用前仔细阅读这些“安全说明”。
- 请遵守本节中所述的所有“警告”和“小心”信息。这些信息对安全极为重要。
- 在本说明书中，使用以下惯例表示警告和小心信息；

 警告	表示潜在的危险情形，如果不避免，将会导致中度到严重的伤害或可能死亡。
 小心	表示潜在的危险情形，如果不避免，将会导致轻度伤害或设备损坏。
注意	强调提供的附加信息，以确保本仪器的正确使用。

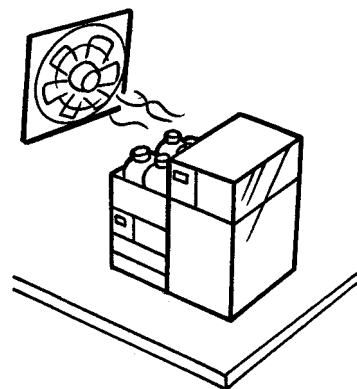
■ 应用的预防措施

 警告 此仪器是用于高效液相色谱系统的紫外 - 可见光检测器。 本仪器仅可用于指定的目的。 将本仪器用于其他任何目的都可能引发事故。
--

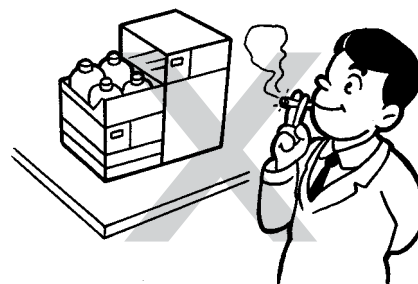
■ 安装位置注意事项

⚠ 警告

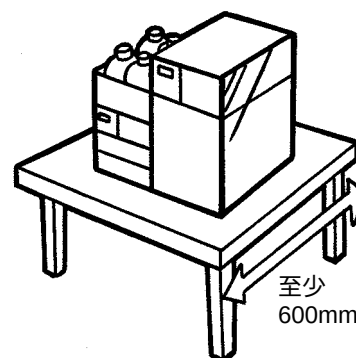
- 高效液相色谱所使用的溶剂是易燃并且有毒的。安装仪器的房间应通风良好；否则，溶剂蒸汽会引起中毒或燃烧并引起火灾。
- 高效液相色谱使用大量易燃的有机溶剂。严禁在本仪器附近使用明火。请勿在安装有仪器的同一房间内安装其他任何能发出或可能发出火花的设备，因为火花会引起火灾。
应配备灭火器防止发生火灾。



- 仪器附近应配备防护设备。
如果溶剂进入眼睛或溅到皮肤上，必须立即冲洗。配备的设备，如眼睛冲洗和安全淋浴应离仪器越近越好。

**⚠ 小心**

- 本仪器的重量为 13kg。
安装过程中，要考虑与其他 LC 组件结合使用的总重量。
用于安装本仪器的实验台应是牢固的，足以支撑 LC 系统的总重量。
实验台应是水平的、稳固的，深度至少 600mm。
否则仪器可能翻倒或掉下实验台。
- 避免在有腐蚀性气体或大量灰尘的地方安装仪器。
否则，这些不利的条件会对保持仪器性能产生影响并且缩短它的使用寿命。



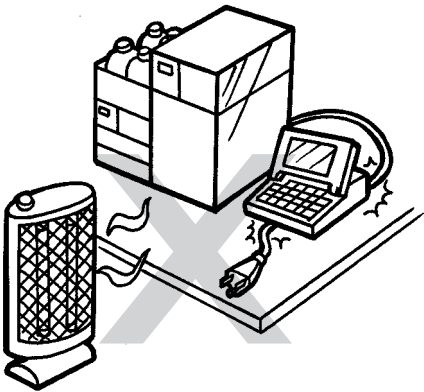
■ 安装注意事项

 警告

- **请采取措施以防止在地震或其他灾害时仪器跌落。**
强烈的振动可能导致仪器跌落而致使损坏。
- **本仪器的电源电压和功耗如下表所示。仪器的电源电压标示在仪器后部的标签上。仅能将仪器与标定电压的电源相连接；**
否则会引起火灾或电击。请检查电源电压是否稳定，电流容量是否足以使系统的所有组件正常运转。否则，仪器将不能以其额定性能正常工作。

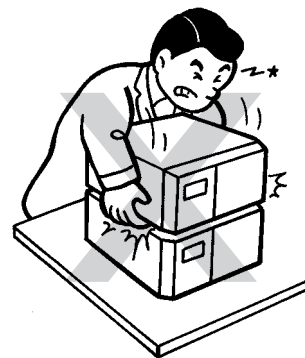
部件号		电源电压 (标注在仪器上)	电源 功耗	频率
SPD-20A	SPD-20AV			
228-45003-31	228-45004-31	AC100V (100V~)	160VA	50/60Hz
228-45003-32	228-45004-32	AC120V (120V~)	160VA	50/60Hz
228-45003-28 228-45003-38	228-45004-28 228-45004-38	AC220V-230V/AC240V (220-230/240V~)	160VA	50/60Hz

- **仪器应接地。**
仪器接地对于防止由于事故或电泄漏引起的电击是非常必要的，同时对确保仪器稳定运行也很重要。
- **请勿将重物放置在电源线上，并且使电源线远离任何发热物体。**
否则会损坏电源线而引起火灾、电击或发生故障。如果电源线损坏，请立即与岛津办事处联系。
- **请勿以任何方式改换电源线。请勿过度弯曲或拉伸电源线。**
否则会损坏电源线而引起火灾、电击或发生故障。如果电源线损坏，请立即与岛津办事处联系。



⚠ 小心

- 在安装仪器时，请小心不要让系统组件夹伤您的手指。
- 打开门时，请小心不要夹伤您的手指。



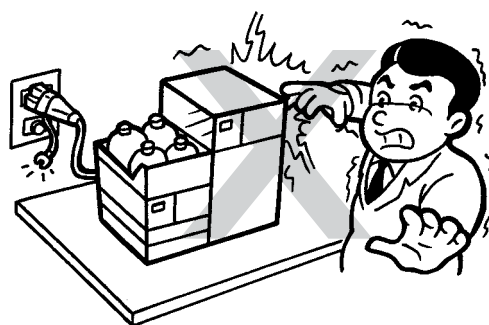
■ 操作注意事项

⚠ 警告

- 请采取全面的措施以防止静电的聚集。

 "静电的注意事项" P.IX

静电会引起火灾或爆炸。



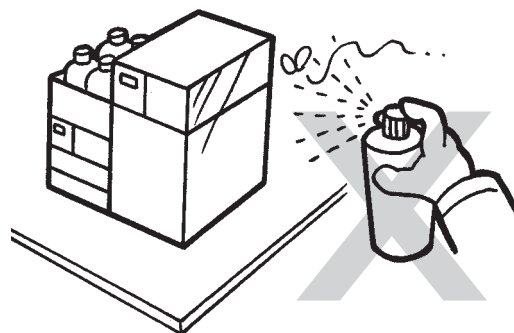
- 拿放溶剂和样品时请务必带上防护手套和护目镜。
如果溶剂溅到眼睛里会导致失明。如果溶剂溅到眼睛里，请立即用大量的水冲洗并进行医疗检查。



- 拿放任何有毒的或生物传染性样品时，请务必带上防护手套。

- 切勿使用破裂的贮液瓶。
如果使用氮脱气机，贮液瓶内部的压力可能会使瓶破裂。由此会炸裂贮液瓶并导致伤害。

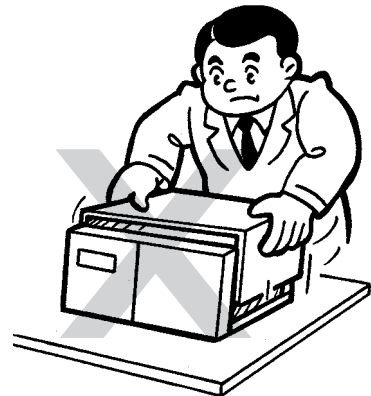
- 请勿在仪器附近使用易燃的喷雾剂（如发胶、杀虫剂等）。
它们会被点燃而引起火灾。



■ 仪器检查、维护、调节以及保养注意事项

警告

- **检查、维护或更换部件之前请先切断电源。**
否则，会发生电击或短路事故。
- **请勿取下主盖板。**
这样会导致仪器损坏或出现故障。
常规的维护、检查和调试不需要取下主盖板。如果要取下主盖板进行维修，请与岛津办事处联系。
- **应更换正确型号和容量的保险丝。**
任何其他保险丝都可能导致火灾。
- **如果有灰尘附着在电源线插头上，请将插头拔出电源插座，然后用干布擦去灰尘。**
如果灰尘堆积，会引起火灾。
- **更换的部件必须是 "1.3 组成部件" 或 "9.3 维护部件" 中所列出的规格。**
使用任何其他部件都可能导致仪器损坏或出现故障。
- **如果水进入仪器，请立即擦干以防止仪器生锈。请勿使用酒精或其他稀溶剂清洗仪器。**
它们会导致仪器表面褪色。
- **请按照管理部门的指示妥善处理废弃的液体。**



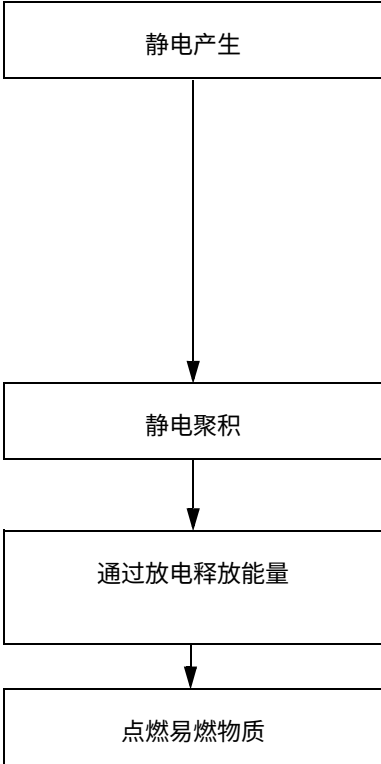
静电的注意事项

液相色谱 (LC) 使用易燃的有机溶剂作为流动相。也经常在存在大量易燃物质的环境中使用 LC 系统。因此一旦发生事故就会造成大范围的损失。所以操作员必须经常注意防止火灾或爆炸事故的发生。

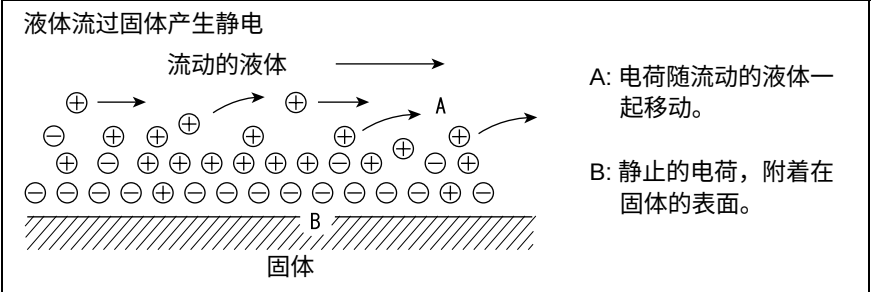
引起此类事故的主要原因就是静电。设计出预防静电的措施是很困难的，因为事故发生前的现象多样且难以检测，并且此类事故的发生是几种因素共同作用的结果。下面列出了防止静电事故的推荐方法。请根据此信息采取全面的安全措施。

■ 引发静电事故的典型原因

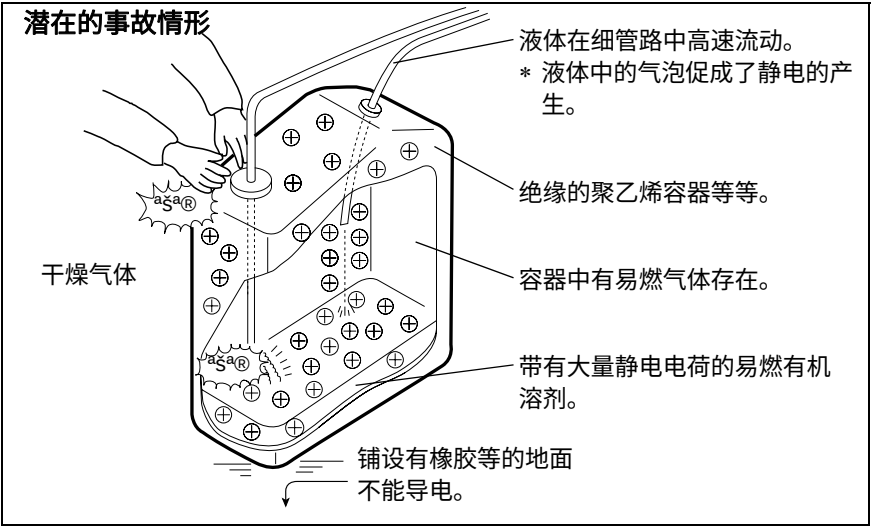
静电事故通常由下述顺序的事件引起：



当液体高速流过内径很细的管路时（如在液相色谱中），流动物质的静电电荷产生静电。



如果带有静电电荷的液体储存在一个电绝缘的容器中，电荷会逐渐增加甚至达到几千伏。如果发生此类情况并且有导体接近容器，将会发生放电，释放出热能，该热能可以点燃仪器附近任何足够密度的易燃气体。



■ 防止静电事故

防止静电事故的最佳方法就是预防静电电荷的产生和聚积。

⚠️ 小心

- 同时采取多种预防措施是非常重要的。
- 如果在大容器中存放了大量易燃溶剂，请执行下述第 1、2 和 3 条预防措施。

预防措施 1

使用金属容器存放废液，并且该容器要接地。
这样可以确保容器和液体的电荷传到地面上。

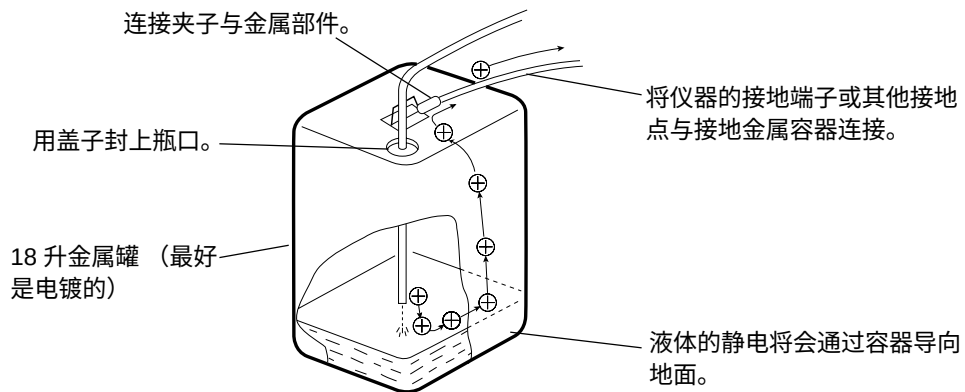
适用于此措施的附件

- | | |
|--------------|------------------|
| (1) 带夹子的接地线 | 部件号 228-21353-91 |
| (2) 18 升金属容器 | 部件号 038-00044 |
| (3) 4 升金属容器 | 部件号 038-00043-01 |

⚠️ 小心

- 请确保金属废液瓶正确接地。
如果地线未正确接地，则会在瓶中形成静电。
- 某些金属容器表面已经层积或氧化，因而不会导电。金属容器接地后，使用测试设备验证电是否导向地面。
- 如果几乎不导电 (10^{-10} S/m 或更小) 的液体排入到废液瓶中，则有必要向容器中适当地添加导电的、安全的液体。
可以事先添加这样的导电液体。

静电预防措施



预防措施 2

用盖子或其他保护性封口盖住废液瓶的进口和出口与管路之间的缝隙。这样可以防止容器外部的任何火花进入。

适用于此措施的附件

用于 18 升或 4 升容器的盖子（一套有 3 个适用直径为 3mm 开口的盖子）
部件号 228-21354-91

预防措施 3

请让带静电的物体（包括人体）远离废液瓶。

要防止人体静电，请采取以下预防措施：

- 穿抗静电的衣服和鞋。
- 用抗静电的腕带使人体接地。（为安全起见，应使用大约 $1\text{M}\Omega$ 的中间电阻连接腕带与地面。）
- 在地板上喷洒抗静电或类似的物质，以使地板具有导电性。



- 未采取任何抗静电预防措施的人在接近废液瓶前，应触摸一些已接地的金属物体，以释放静电电荷。

预防措施 4

在高流速时，请使用内径至少为 2mm 的管路作为排液管。



- 请定期检查管路连接以防止漏液。
液体中的气泡会以 20、30 或更高的倍数增加静电电荷。

预防措施 5

如果不能使用导电的废液瓶，请采取以下预防措施：

- 请确保流入管路的一端总是在容器中浸没。并且，将接地的金属物体（如与仪器相连的地线）置于液体中。



上述预防措施对于导电性较小（小于 10^{-10} S/m ）的液体而言是无效的。

- 请使用尽可能小的容器以减小发生火灾的损害。
- 请保持房间适当的湿度。
环境湿度在 65% 以上可以防止静电。

供参考

抗静电装备（抗静电服装、鞋和垫子）和电荷测量设备（电位计）均由专业的制造商销售。

选择和使用流动相的注意事项

小心

- 如果管路中使用 PEEK 树脂部件，请勿使用以下流动相。
这些流动相会软化 PEEK 树脂，从而导致管路断裂和流动相泄漏。
浓硫酸、浓硝酸、二氯乙酸和丙酮、四氢呋喃 (THF)、二氯甲烷、氯仿和二甲基亚砷 (DMSO)。

注意：短暂使用低于 0.5% 浓度的丙酮稀溶液（比如为了检查梯度性能）不会有影响。

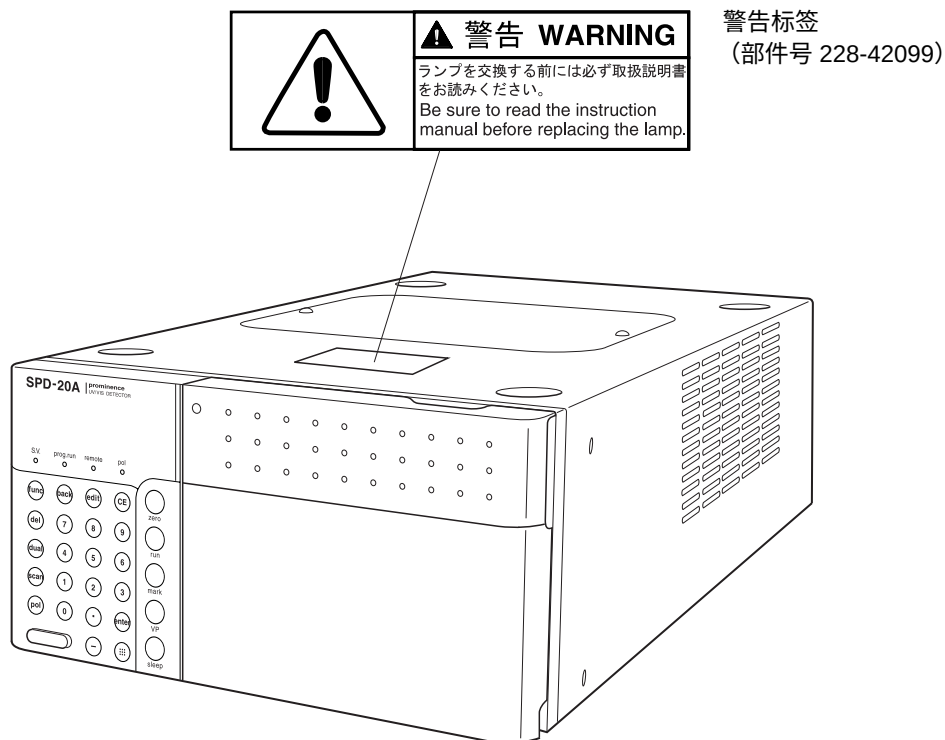
注意

- 仅可使用 HPLC 等级或相当于该级别的流动相，并在使用前用 0.45µm 滤孔或更细的过滤器过滤，以除去其中的颗粒性杂质和其他异物。
- 卤素离子可以腐蚀不锈钢材料管路 (SUS316L)，因此尽量避免使用含有卤素离子，如 KCl、NaCl 和 NH₄Cl 的流动相，或能产生卤素离子的流动相。如果必须使用此类流动相，请在分析结束后立即用蒸馏水清洗整个流路。
- 当使用 SPD 或类似的 UV 检测器作高灵敏度分析时，请务必使用低 UV 吸收的 HPLC 等级流动相。
- 要对流动相脱气，因为在溶剂混合或温度、压力改变时容易产生气泡。气泡会导致泵发生故障以及检测器信号噪音。
- 有关与使用的流动相相关的沸点、粘度以及其他数据的详细信息，请参见  "9.5 流动相特性" P. 9-40

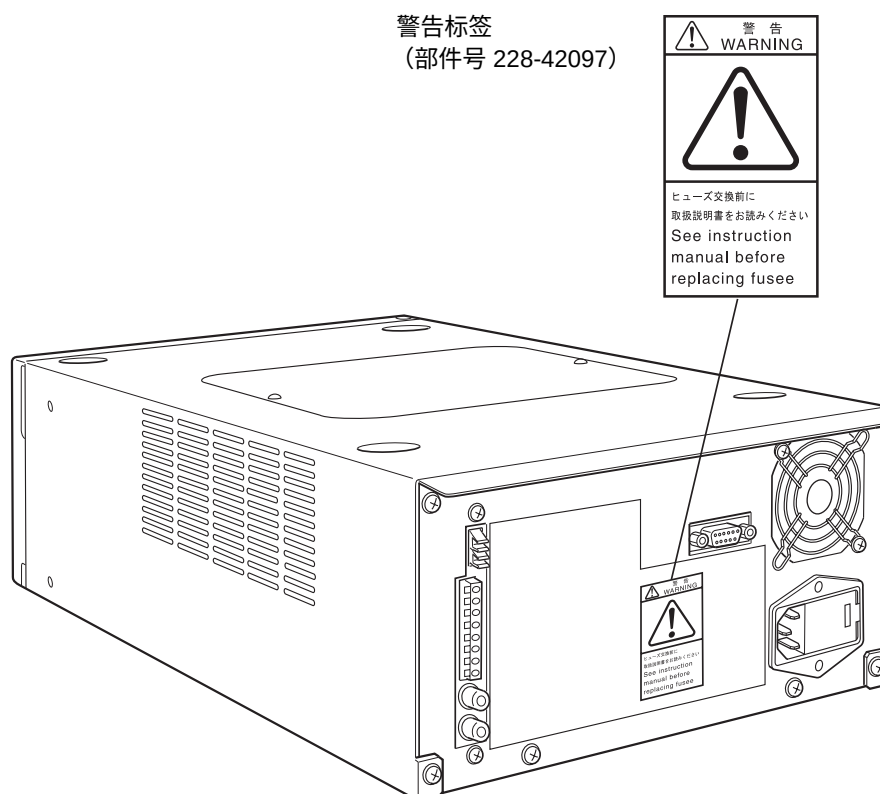
警告标签

为了安全操作，警告标签附着在醒目的地方。
如果任何警告标签脱落或损坏，请从岛津公司获得更换的标签。

(仪器前面)



(仪器后面)



处理氙 (D2) 灯和钨 (W) 灯的注意事项

■ 在丢弃灯时

如果氙 (D2) 灯和钨 (W) 灯破损或使用寿命到期，请不要将灯丢弃到一般的垃圾中。在处理岛津公司提供的氙 (D2) 灯和钨 (W) 灯时，应选择适当的方法，不要危害环境或伤害到人体。请联络您当地的政府部门获取有关正确处理方法的信息。

氙 (D2) 灯包括的材料有：

- 金属（钨，铝）
- 石英玻璃
- 陶瓷
- 塑料

钨 (W) 灯包括的材料有：

- 金属（钨，不锈钢）
- 石英玻璃
- 陶瓷
- 塑料

本页空白。

目录

介绍	I
保修和售后服务	II
安全说明	IV
■ 应用的预防措施	IV
■ 安装位置注意事项	V
■ 安装注意事项	VI
■ 操作注意事项	VII
■ 仪器检查、维护、调节以及保养注意事项	VIII
静电的注意事项	IX
■ 引发静电事故的典型原因	IX
■ 防止静电事故	X
选择和使用流动相的注意事项	XIII
警告标签	XIV
处理氙 (D2) 灯和钨 (W) 灯的注意事项	XV
■ 在丢弃灯时	XV

第 1 章 配置

1.1 概述	1-2
1.2 特性	1-2
1.3 组成部件	1-3
1.4 可选部件	1-4
■ 可选流通池	1-4
■ 溶剂循环阀	1-4
■ 空气滤清器	1-4

第 2 章 部件标识及其功能

2.1 前面板	2-2
2.2 顶盖、左侧盖以及前面板后部	2-3
2.3 右盖和底板	2-4
2.4 后部	2-5
2.5 显示器和键盘的名称及功能	2-6
2.5.1 显示面板	2-6
2.5.2 键盘	2-7
■ 任何时候都可操作的键	2-7
■ 按显示键 时可操作的键	2-7

第 3 章 准备

3.1	注意事项	3-2
	■ 开始操作前的注意事项	3-2
	■ 操作过程中的注意事项	3-2
	■ 操作完成后的注意事项	3-2
3.2	打开 / 关闭电源	3-3
	■ 错误显示示例	3-5

第 4 章 基本操作

4.1	单波长模式设定	4-2
4.1.1	设定波长 [LAMBDA 1]	4-2
	■ 示例：要将波长从 254 nm 更改为 230 nm :	4-2
4.1.2	设定范围	4-4
	■ Chromatopac 用作记录仪时：	4-4
	■ 使用条形图记录仪时：	4-5
	■ Chromatopac（积分仪）连接到 [RECORDER] 接口时	4-6
4.1.3	将条形图记录仪的输出归零	4-7
4.1.4	设定 [RESPONSE]	4-9

第 5 章 应用操作

5.1	显示面板	5-2
5.1.1	屏幕类型	5-2
5.1.2	辅助功能设定屏幕	5-3
5.1.3	VP 功能屏幕	5-7
5.2	以双波长模式操作	5-11
5.2.1	选择测量模式	5-11
5.2.2	设定通道 2 波长	5-11
5.2.3	设定输出模式	5-12
5.2.4	设定比率色谱图信号输出值	5-13
	■ 将比率色谱图发送到 Chromatopac :	5-13
	■ 设定 [RT RNG]（比率范围）	5-14
	■ 设定 [RT THR]（比率阈值）	5-15
	■ 比率色谱图中与漂移相关的变形	5-16
5.3	以光谱扫描模式操作	5-18
5.3.1	光谱扫描过程	5-18

5.3.2	设定光谱测量所需的参数	5-19
5.3.3	测量过程	5-20
5.3.4	光谱数据输出	5-21
	■ 要停止绘制：	5-22
	■ 光谱扫描所需的峰强度	5-23
5.4	建立时间程序	5-24
5.4.1	程序命令	5-24
5.4.2	设定时间程序参数	5-25
5.4.3	建立典型的时间程序	5-26
5.4.4	重复时间程序步骤 [LOOP]	5-27
5.4.5	删除步骤	5-28
5.4.6	启动时间程序	5-28
5.4.7	停止时间程序	5-29
5.5	辅助功能中的参数	5-30
5.5.1	辅助功能列表	5-30
5.5.2	显示辅助功能屏幕	5-32
5.5.3	参数设定组	5-33
	■ [LAMBDA 1]	5-33
	■ [LAMBDA 2]	5-33
	■ [RESPONSE]	5-34
	■ [LAMP]	5-34
	■ [AUX RANGE]	5-35
	■ [RANGE]	5-35
	■ [REC MODE]	5-35
	■ [BL OFS ITG]	5-36
	■ [BL OFS REC]	5-36
	■ [CELL TEMP]	5-36
	■ [EVENT]	5-37
	■ [RT RNG]	5-37
	■ [RT THR]	5-37
	■ [SV LEVEL]	5-37
	■ [DELAY TIME]	5-38
5.5.4	控制设定组	5-38
	■ [WAVE CHECK]	5-38
	■ [W POWER]	5-39
	■ [SCAN FILE]	5-39
	■ [SCAN BGN]	5-39
	■ [SCAN END]	5-40
	■ [SCAN STEP]	5-40
	■ [PLOT SPD]	5-40
	■ [SPC PLOT]	5-41

5.5.5	系统设定组	5-41
	■ [LOCAL]	5-41
	■ [LINK ADRS]	5-42
	■ [KEY CLOSE]	5-42
	■ [BRIGHTNESS]	5-42
	■ [EXT-S]	5-43
	■ [MONIT-TIME]	5-43
	■ [BEEP MODE]	5-43
5.5.6	监视显示组	5-44
	■ [SMPL EN, REF EN]	5-44
	■ [D2 TIME]	5-44
	■ [W TIME]	5-44
	■ [CELL TEMP]	5-44
5.6	VP 功能	5-45
5.6.1	VP 功能列表	5-45
	■ 产品信息组	5-45
	■ 维护信息组	5-45
	■ 有效性支持组	5-45
	■ 校正支持组	5-46
5.6.2	显示 VP 功能	5-47
5.6.3	产品信息组	5-48
	■ [SERIAL NUMBER]	5-48
	■ [S/W ID]	5-48
5.6.4	维护信息组	5-48
	■ [TOTAL OP TIME]	5-48
	■ [D2 LAMP USED]	5-49
	■ [W LAMP USED]	5-49
	■ [PART REPLACEMENT]	5-49
	■ [MAINTENANCE LOG]	5-49
	■ [OPERATION LOG]	5-50
	■ [ERROR LOG]	5-50
5.6.5	有效性支持组	5-50
	■ [DATE]	5-51
	■ [TIME]	5-51
	■ [AUTO CHECK]	5-51
	■ [LEAK SENSOR TEST]	5-52
5.6.6	校正支持组	5-53
	■ [Input PASSWORD]	5-53
	■ [WAVE CALIB]	5-53
	■ [D2 TIME]	5-53
	■ [D2 ENERGY]	5-54
	■ [W TIME]	5-54
	■ [W ENERGY]	5-54
	■ [ABS CALIB]	5-54

■ [ABS COMP]	5-55
■ [LINEAR CALIB]	5-55
■ [LEAK CALIB]	5-55
■ [LEAK THR]	5-55
■ [RNG DISP MODE]	5-55
■ [OP MODE]	5-56
■ [INITIALIZE PARAM]	5-56
■ [CHANGE PASSWORD]	5-56
■ [CBM PARAMETER]	5-57
5.7 通过 CBM-20A/20Alite 系统控制器控制	5-62
5.7.1 准备	5-62
5.7.2 基本参数	5-62
5.8 通过 SCL-10Avp 或 SCL-10A 系统控制器控制	5-63
5.8.1 准备	5-63
5.8.2 基本参数	5-63
5.8.3 注意	5-64
5.9 连接外部输入 / 输出端子	5-65
5.9.1 外部输入 / 输出端子	5-65
5.9.2 事件电缆的连接	5-66

第 6 章 故障排除

6.1 故障排除和应对措施	6-2
6.2 错误信息	6-4

第 7 章 硬件认证

7.1 硬件认证概述	7-2
7.1.1 硬件认证	7-2
7.1.2 硬件认证的类型	7-2
7.2 硬件认证的实施	7-3
7.2.1 定期认证	7-3
7.2.2 日常检查	7-3
7.2.3 维护时的认证	7-3
7.3 认证的注意事项	7-4
7.3.1 环境	7-4
7.3.2 安装位置	7-4

7.4	认证所需的设备	7-5
	■ 测试设备	7-5
	■ 认证所用的标准试剂	7-6
	■ 硬件测试所需物品	7-6
7.5	认证：检测器	7-7
7.5.1	检查条件	7-7
7.5.2	初始化检查和 ROM / RAM 自检	7-7
	■ 目的	7-7
	■ 检查步骤	7-7
7.5.3	固件版本检查	7-8
	■ 目的	7-8
	■ 检查步骤	7-8
7.5.4	光源使用时间检查	7-9
	■ 目的	7-9
	■ 检查步骤	7-9
7.5.5	波长准确度检查	7-10
	■ 目的	7-10
	■ 检查所需的物品	7-10
	■ 准备	7-10
	■ 检查步骤	7-10
	■ 关于波长准确度测量方法	7-11
7.5.6	灯强度检查	7-12
	■ 目的	7-12
	■ 检查步骤	7-12
	■ 定期认证的设定接受标准（管理标准）	7-15
7.5.7	线性范围	7-16
	■ 目的	7-16
	■ 检查所需的物品	7-16
	■ 准备	7-16
	■ 检查步骤	7-16
7.5.8	检查显示的吸光度值与输出电压的对比	7-18
	■ 目的	7-18
	■ 检查所需的物品	7-18
	■ 准备	7-19
	■ 检查步骤	7-19
7.5.9	漂移 / 噪音检查	7-21
	■ 目的	7-21
	■ 检查所需的物品	7-21
	■ 连接测试部件	7-21
	■ 检查步骤	7-22
	■ 建立定期认证的接受标准	7-32
7.5.10	漏液传感器测试	7-33
	■ 目的	7-33

■ 检查步骤	7-33
7.6 系统认证	7-34
7.6.1 等度 LC 系统认证	7-34
■ 目的	7-34
■ 认证所需的物品	7-34
■ 检查和准备 LC 系统	7-35
■ 认证步骤	7-36
■ 等度系统认证的参数设定	7-37
7.6.2 认证梯度 LC 系统	7-38
■ 目的	7-38
■ 认证所需的物品	7-38
■ 检查和准备 LC 系统	7-38
■ 认证步骤	7-39
■ 梯度系统认证的参数设定	7-41
7.7 如果认证失败	7-42
7.8 参考材料	7-43
7.8.1 自动波长校正功能：参考数据	7-43
■ 波长自动校正	7-43
7.8.2 自动波长准确度检查功能：参考数据	7-44
7.8.3 手动波长准确度检查	7-45
■ 目的	7-45
■ 检查所需的物品：	7-45
■ 准备	7-45
■ 检查步骤	7-45
■ 检查后续步骤	7-49
■ 补充说明	7-49
7.8.4 使用咖啡因的最大吸光度波长检查 UV 波长准确度	7-50
■ 目的	7-50
■ 检查所需的物品	7-50
■ 准备	7-50
■ 检查步骤	7-50
■ 检查后续步骤	7-52
■ 补充说明	7-52
7.8.5 检查空气池的漂移和噪音	7-53
■ 目的	7-53
■ 检查所需的物品	7-53
■ 准备	7-53
■ 检查步骤	7-54

第 8 章 维护

8.1 定期检查与维护	8-2
-------------------	-----

8.1.1	检查和维护之前	8-2
8.1.2	定期检查和维护清单	8-2
8.1.3	检查和维护后的漏液检查	8-3
8.2	流通池的检查和基本清洗	8-4
8.2.1	取下并检查流通池	8-4
	■ 流通池部件的名称	8-4
8.2.2	清洗流通池	8-5
8.2.3	重新安装流通池	8-7
8.3	流通池拆卸 / 清洗和更换	8-8
8.4	灯的更换	8-11
8.4.1	取下顶盖和散热片组件	8-12
8.4.2	氙灯的更换	8-13
	■ 重新设定灯操作时间	8-14
8.4.3	钨灯的更换（仅适用于 SPD-20AV）	8-15
	■ 重新设定灯操作时间	8-16
	■ 设定亮度	8-17
8.5	保险丝的更换	8-19
8.6	波长准确度校正	8-21
8.7	吸光度准确度校正	8-23
8.8	吸光度线性度校正	8-27
8.9	外部清洁	8-29

第 9 章 技术信息

9.1	安装	9-2
9.1.1	安装地点	9-2
	■ 合适的地点和准备工作	9-2
	■ 所需的安装空间	9-3
9.1.2	安装	9-4
	■ 取下装运用螺丝	9-4
	■ 安装	9-4
	■ 堆叠支架	9-5
9.1.3	电源连接	9-6
	■ 有关 200V 系统的注意事项	9-7
	■ 连接电源插座	9-8
	■ 接地	9-8
9.1.4	安装管路之前	9-9
	■ 管路和接口的类型	9-9

■ 切割管	9-9
■ 连接管	9-10
■ 堵头	9-12
9.1.5 管路	9-13
■ 废液瓶的准备	9-14
■ 池进口	9-14
■ 有关管操作的警告	9-16
■ 池出口	9-16
■ 支撑管	9-17
■ 连接漏液排液管	9-18
■ 安装前面板	9-21
9.1.6 安装手动进样器和色谱柱	9-22
9.1.7 流路的管路连接	9-23
■ 手动进样器管路连接	9-23
■ 泵和手动进样器之间的管路	9-25
■ 手动进样器和色谱柱之间的管路	9-26
9.1.8 接线	9-27
■ 接口	9-27
■ 连接光纤线	9-28
■ 连接系统控制器	9-29
■ 连接 Chromatopac	9-30
■ 连接记录仪	9-31
■ (可选的) 溶剂循环阀连接	9-32
9.2 规格	9-33
9.3 维护部件	9-35
9.3.1 易损部件	9-35
9.3.2 更换部件	9-35
■ 光学系统	9-35
■ 流通池, 管部件	9-36
■ 电子部件	9-36
9.4 HPLC 系统介绍	9-37
9.4.1 简易 (等度) 系统的示例	9-37
■ 溶剂流程图	9-37
■ 组件的功能	9-37
9.4.2 自动进样器系统示例 (1)	9-38
■ 溶剂流程图	9-38
■ 组件的功能	9-38
9.4.3 自动进样系统示例 (2)	9-39
■ 溶剂流程图	9-39
■ 组件的功能	9-39
9.5 流动相特性	9-40

1

配置

目录

1.1	概述	1-2
1.2	特性	1-2
1.3	组成部件	1-3
1.4	可选部件	1-4

1.1 概述

岛津 SPD-20A 和 SPD-20AV 是高效的、多功能的、紫外 - 可见光检测器，用于高效液相色谱分析。

SPD-20A 使用氙灯作为光源，主要用于紫外线区域的分析。

SPD-20AV 结合了氙灯和卤钨灯。在 SPD-20A 中氙灯用于紫外线区域，而钨灯将分析能力扩展到可见光区。

每个仪器都有三种测量模式 - 单波长、双波长和波长扫描。

双波长模式同时检测两种波长，可以提供两种波长的色谱图，或是一个波长的色谱图和一个比率色谱图。在波长扫描模式中，测量出样品紫外吸收光谱。波长扫描模式旨在用于液流停止的情况。

1.2 特性

- 出色的信噪比性能

改进的光学系统及高性能数字过滤器使 SPD-20A/C 具有更高的仪器信噪比。增强的波长准确度、重现性和更宽的波长测量范围提升了仪器的基本性能。

- 高级功能

双波长模式同时提供了两种波长的色谱图和比率色谱图，而波长扫描模式提供了样品紫外吸收光谱。还具有全套的时间程序功能。

- 更换灯时无需光学校正

在更换灯时不需要进行光学校正调整。
仪器记录了灯已经使用的总时间。

- 标准配备流通池温控单元

通过此功能可以维持固定的流通池温度，因而即使使用的流动相其吸光度易于受温度的变化而产生波动，也可以获得更高的基线稳定性。
对于易于受温度的变化而产生吸光度波动的样品，这种特性有助于改善分析的重现性。

1.3 组成部件

1

此仪器由下列标准部件组成。打开包装后，请对照此清单检查各个部件。

部件	部件号	数量	备注
SPD-20A/20AV	—	1	
信号电缆	228-39306-91	2	
电源线（适用于 100V、120V）	071-60825-01	1	用于 100V、120V 地区
电源线（适用于 220-240V）	071-60825-51	1	用于 220-240V 地区
光纤线	070-92025-51	1	
适配器 KPR-1	071-60813	1	仅 100V
注射器	046-00001	1	
注射器适配器	228-15672-91	1	
螺栓 PEEK	228-18565	5	
PEEK 管	670-10324-01	1	50cm，I.D. 0.25mm
连接管	228-18495-06	1	2m
池垫圈	228-35097-01	10	易损部件（备用）
说明书（中文版）	465-02108	1	用于 220-240V 地区
事件电缆	228-28253-91	1	
排液 OUT	228-42205	1	
排液 CTO	228-42206	1	
直管接口	228-28163	1	
排液适配器	228-42204	1	
硅胶管	228-25162-03	1	1m
锁扣	037-60177-05	1	用于固定管路
FEP 管	016-37722-06	1	用于保护 PEEK 管，50cm

1.4 可选部件

■ 可选流通池

如果下述的可选流通池代替标准流通池，检测器可以在更广的应用范围内使用，包括半微量液相色谱 (LC)、制备液相色谱、惰性液相色谱和快速液相色谱。

选件	部件号	特性
流通池 (SPD-20A / SPD-20AV 标准流通池)	228-37440-94	SPD-20A / SPD-20AV 标准流通池 光学距离：10mm 容量：12 μ L 回流熔湿材料：SUS316L，PFA，石英 提供温度调节功能
用于半微量 LC 的温度控制流通池	228-45605-91	光学距离：5mm 容量：2.5 μ L 提供温度调节功能
制备 LC 流通池	228-23406-91	光学距离：0.5mm（固定）。制备 LC 低流路阻力流通池。
制备 LC 流通池 (0.5mm)	228-23405-91	制备 LC 流通池具有可变的池长度。光学距离根据填料的变化而变化。圆括号中是厂家设定的光学距离。
制备 LC 流通池 (0.2mm)	228-23405-92	
制备 LC 流通池 (0.1mm)	228-23405-93	
快速 LC 流通池	228-23407-91	光学距离：3mm 流通池容量：2.4 μ L
高压池	228-23403-91	流通池最大承受压力 400kgf/cm ² (39 MPa) 在使用 SFC（填充柱）时使用。
惰性 LC 流通池	228-33338-91	作为接触液体的部件，流通池由非金属树脂制成。 光学距离：10mm 流通池容量：16 μ L
微量 LC 流通池	228-25293-92	微量 LC 流通池 安装此流通池需要由维修技术人员对 SPD-20A/20AV 仪器做一些改动。 光学距离：3mm 流通池容量：210 μ L

■ 溶剂循环阀

选件	部件号	特性
溶剂循环阀组件	228-45080-91	用于循环流动相溶剂。由仪器控制。

■ 空气滤清器

选件	部件号	特性
空气滤清器	228-45603-91	用于防止灰尘吸入仪器内部的过滤器。它安装在仪器右侧的空气入口。

2

部件标识及其功能

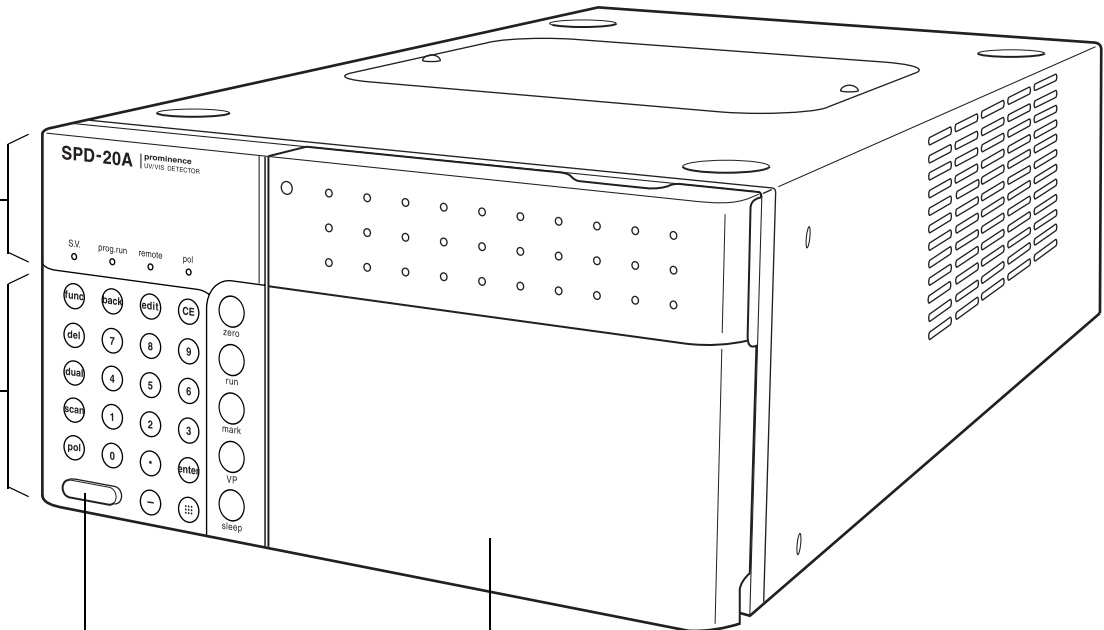
目录

2.1	前面板	2-2
2.2	顶盖、左侧盖以及前面板后部	2-3
2.3	右盖和底板	2-4
2.4	后部	2-5
2.5	显示器和键盘的名称及功能	2-6

2.1 前面板

● **操作键**
用来操作和配置设定。
按  显示操作键。

● **显示面板**
由显示屏和 LED 指示灯组成，显示操作的设定。



SPD-20A | prominence
UVVIS DETECTOR

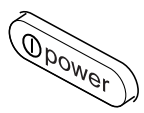
SV
prog.run
remote
pol

tune back edit CE
del 7 8 9
4 5 6
scan 1 2 3
0 . enter
-  sleep

zero
run
mark
VP
sleep

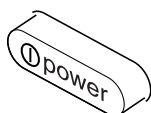
● **前面板**
打开前面板安装 / 取出流通池，或连接管路。分析期间必须关闭。

● **电源开关**
打开 / 关闭电源。
按下开关以打开电源。
再按一次则关闭电源。



按下
(打开电源)

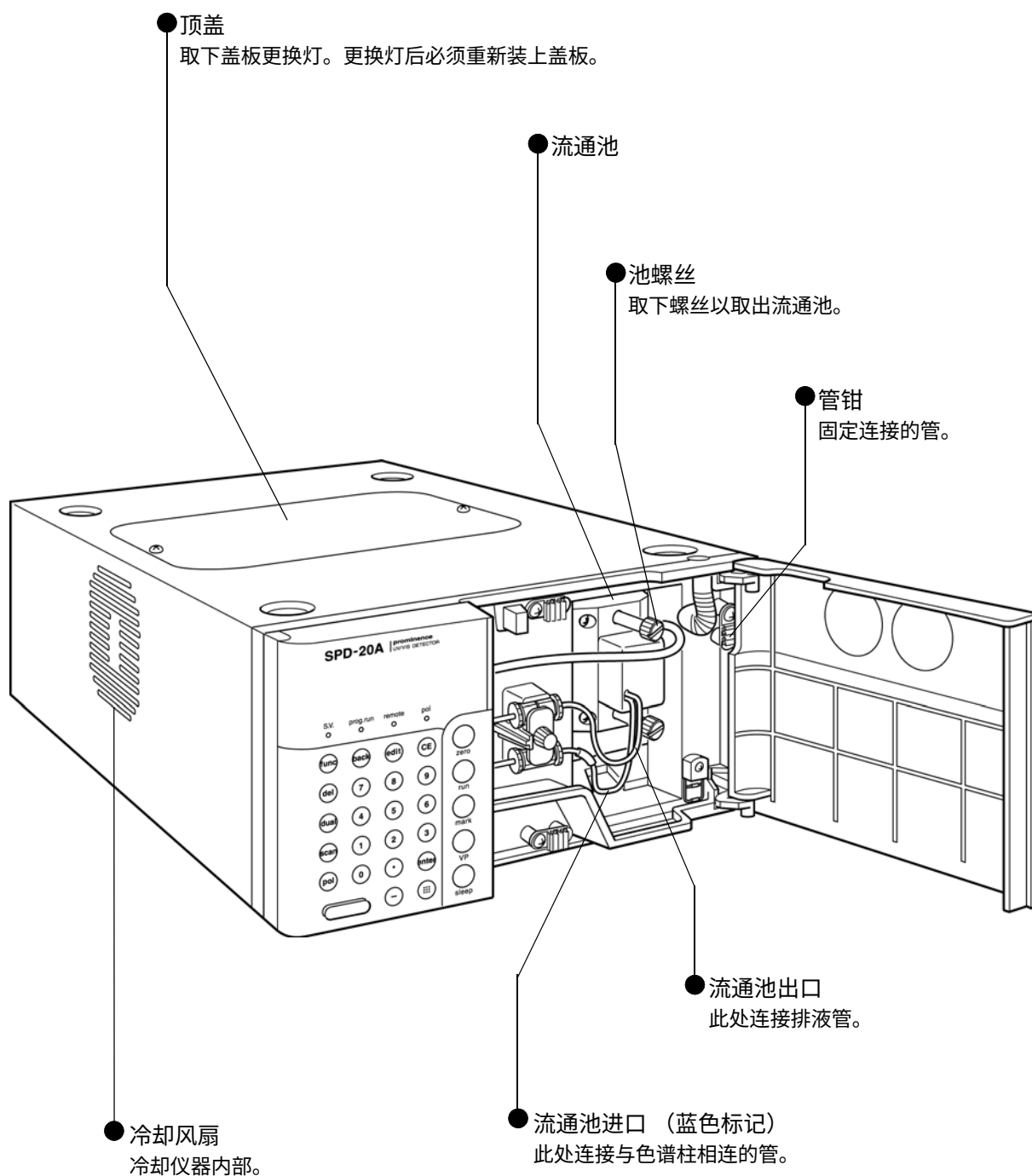
按下



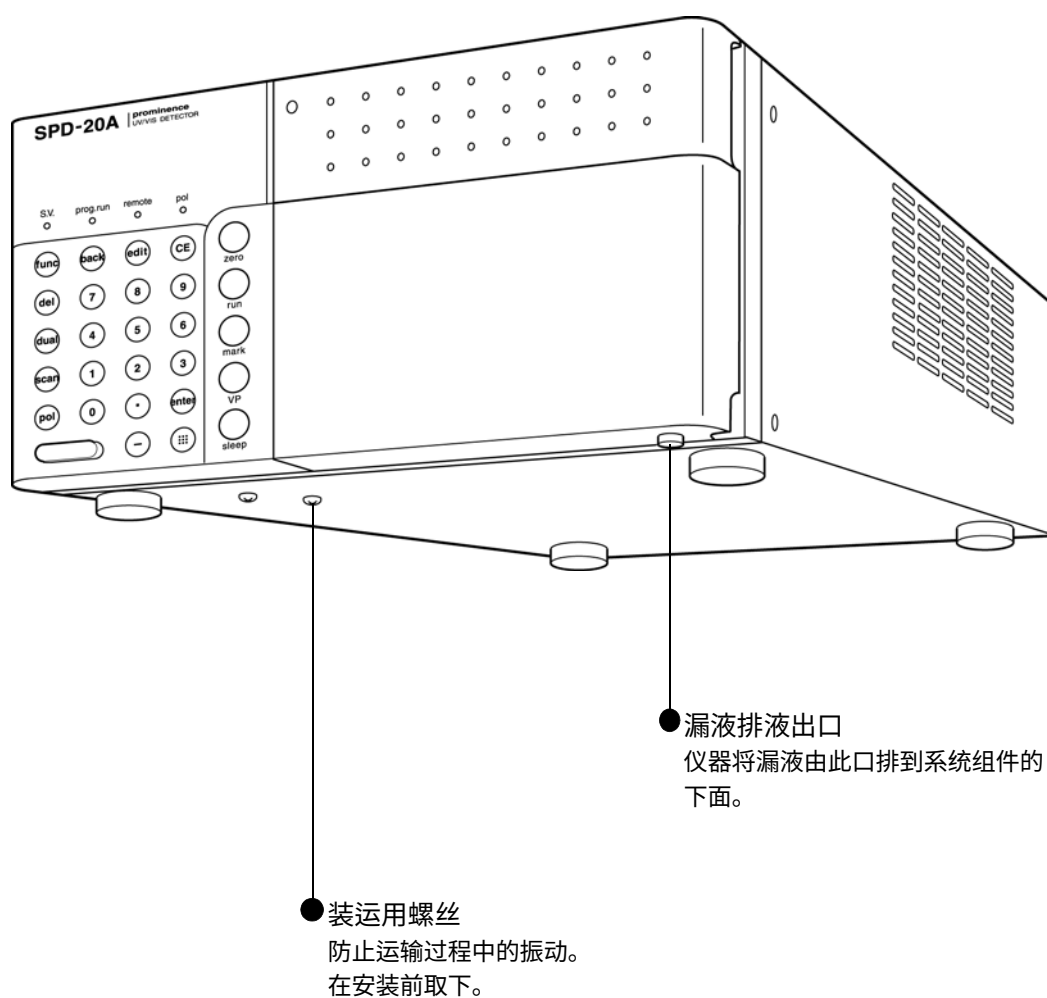
再次按下
(关闭电源)

2.2 顶盖、左侧盖以及前面板后部

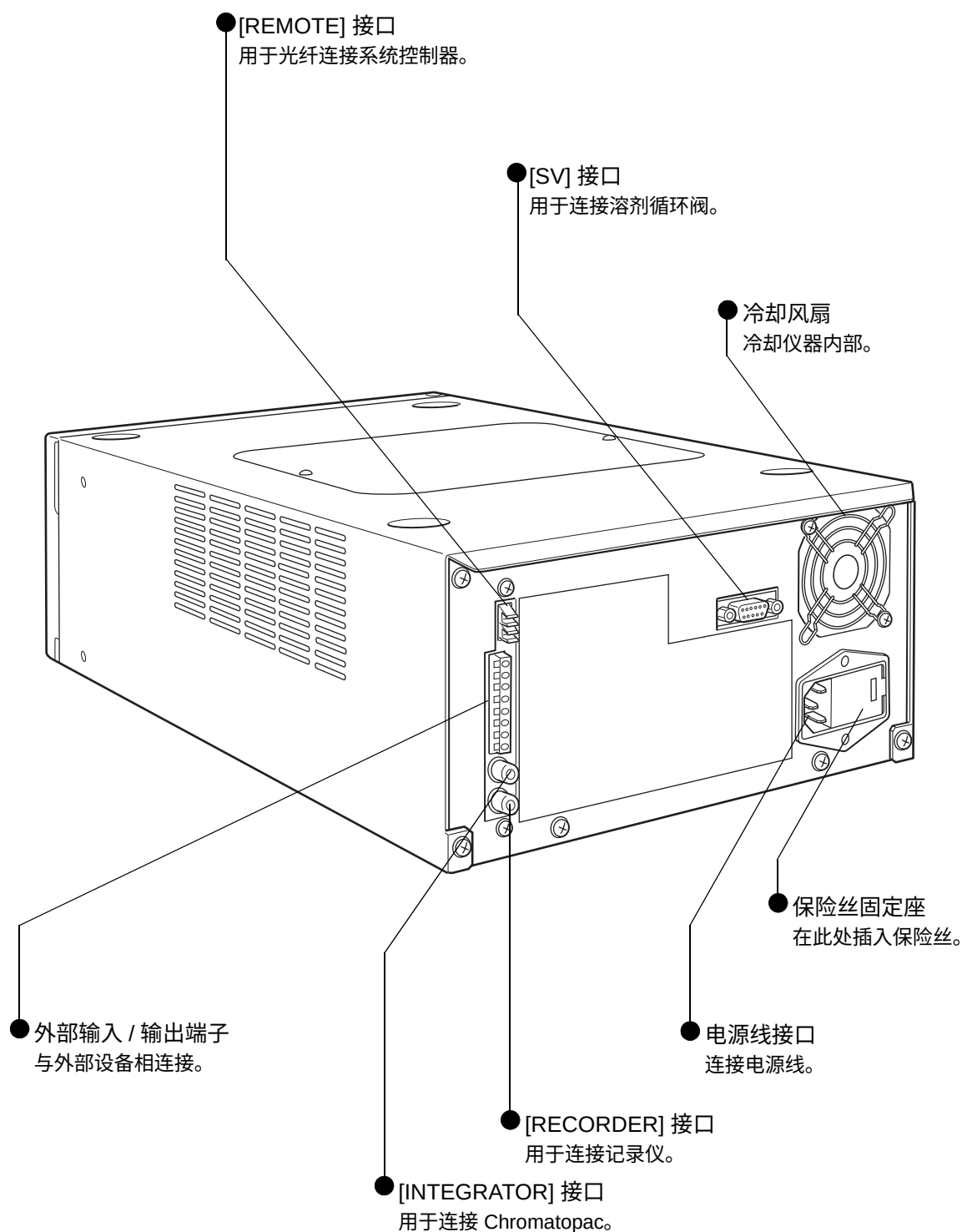
2



2.3 右盖和底板



2.4 后部

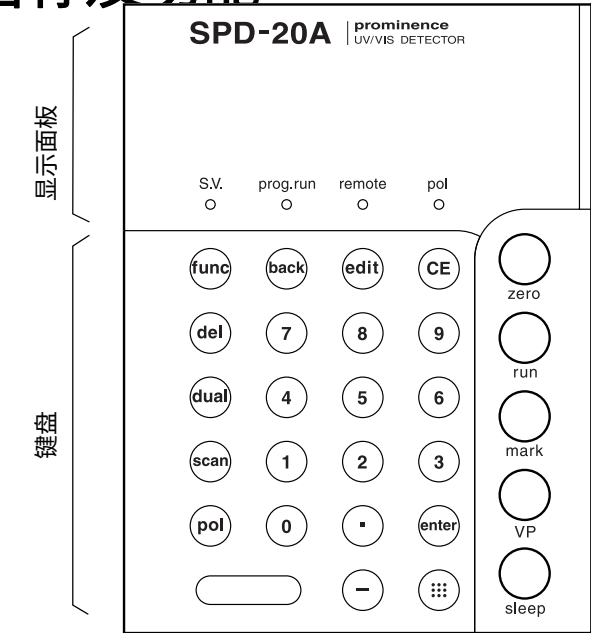


2.5 显示器和键盘的名称及功能

通过键盘来控制仪器。
显示器可以验证仪器的状态。

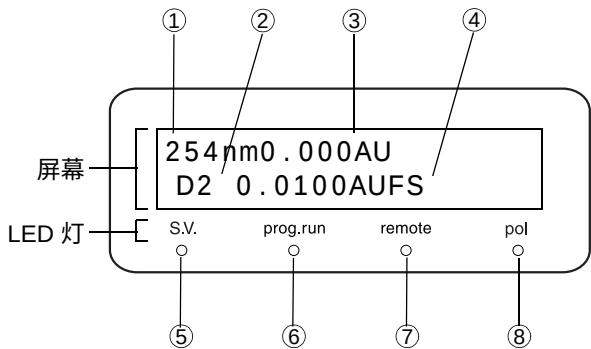
注意

使用过程中显示屏会变热。



2.5.1 显示面板

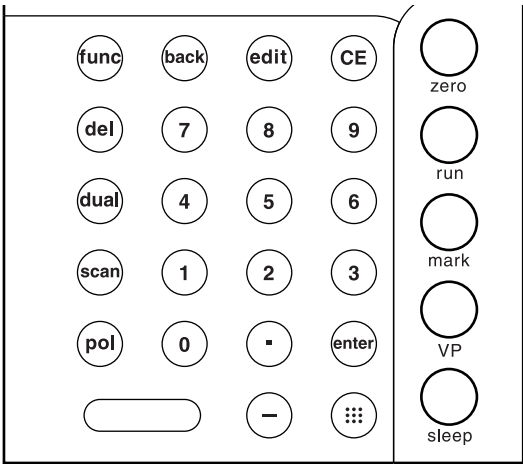
显示面板包括显示屏和 LED 指示灯。
下面列出了显示屏的名称、功能和指示灯。



编号	显示或指示灯	功能
①	λ	显示测量波长（单位为 nm）。
②	灯	显示 [D2] 或 [W]，表示 D2/W 灯亮。 当氘 (D2) 灯亮时，显示 [D2]。当钨 (W) 灯亮时，显示 [W]。当氘灯和钨灯都亮时，显示 [D2/W]。[D2]、[W] 和 [D2/W] 指示是可选的。
③	abs	显示吸光度（单位为 AU）。
④	范围	显示信号输出到记录仪端子的全量程值（单位为 AUFS）。也可以显示通过 VP 功能信号输出到积分仪端子的全量程值（单位为 AU/V）。
⑤	SV	溶剂循环阀指示灯。 溶剂循环阀排液时点亮。
⑥	prog.run	时间程序指示灯。 时间程序运行时点亮。
⑦	remote	受控制模式指示灯。 当仪器由系统控制器控制时点亮。
⑧	pol	极性指示灯。 处于反向极性输出模式时点亮。

2.5.2 键盘

键盘上有 27 个键用于操作。
仪器和设定参数。这些键分组为以下所述的两类。



■ 任何时候都可操作的键

键	说明	功能
	显示键	用来显示操作键。
	自动归零键	调节记录仪零点位置，将基线恢复到在参数设定组中 (P.5-36) [BL OFS ITG] 和 [BL OFS REC] 设定的归零位置。
	运行键	启动和停止时间程序。
	标记键	在记录仪图纸上绘制标记。 对积分仪输出没有影响。
	VP 键	从初始屏幕切换到 VP 模式。
	休眠键	关闭显示屏。 对操作没有影响。

■ 按显示键 时可操作的键

键	说明	功能
	编辑键	激活时间程序编辑模式（从初始屏幕）。
	双波长键	在双和单波长模式之间切换。
	极性键	切换记录仪输出的极性。 [pol (-)] 指示灯亮表示 (-) 极性。
	扫描键	激活波长扫描功能。
-	数字键	使用这些键输入数字。
	输入键	确认输入。
	清除键	- 初始化屏幕。 - 取消自最后按下 后所输入的值。 - 清除错误信息并取消报警（但不提供错误来源）。

2. 部件标识及其功能

键	说明	功能
	删除键	删除显示屏幕上的时间程序的单独行（编写时间程序时）。
	功能键	- 向前滚动辅助功能。重复按直至出现期望的参数。 - 编辑时间程序时，滚动时间编程功能列表。
	返回键	- 向后滚动辅助功能。重复按直至出现期望的参数。 - 编辑时间程序时，向后滚动时间程序功能列表。
	减号键	输入负值。

3

准备

目录

3.1	注意事项	3-2
3.2	打开 / 关闭电源	3-3

3.1 注意事项

■ 开始操作前的注意事项

- 打开电源开关前，必须在检测器中安装流通池。

如果没有安装流通池而打开电源开关，则不能检测到主位置并且不能正确设定波长。如果发生这样的情况，请关闭电源开关，安装流通池，然后打开电源。出现初始屏幕后便可以取出流通池。

- 打开电源开关之前，在流通池内部执行以下任意操作：

- 用不吸收 230nm 或以上（如水、乙腈或甲醇）波长范围光的流动相清洗流通池。
- 使用上述流动相注入流通池。
- 使用空气或氮气吹扫流通池，确保流通池干燥。

打开电源时，仪器执行自动波长准确度检查。自动波长检查使用氘灯 (656nm) 和水银灯 (254nm) 的发射谱线波长的强度作为参照。如果使用吸收这些波长的样品，或流通池中留有气泡，则发射光的量会变得非常少。这会阻碍执行准确的波长检查并会产生错误。

- 当需要进行高灵敏度分析时，需要考虑基线稳定所需的时间，并在此时间之前打开灯。

打开灯后，需要近 1 小时才能达到稳定状态以获得最佳性能。

- 检查以确定流通池和连接管路中没有漏液。

■ 操作过程中的注意事项

分析过程中请关闭前面板。

在高灵敏度分析过程中，打开或关闭前面板都将导致基线波动。如果前面板打开，则噪音级别会增加。

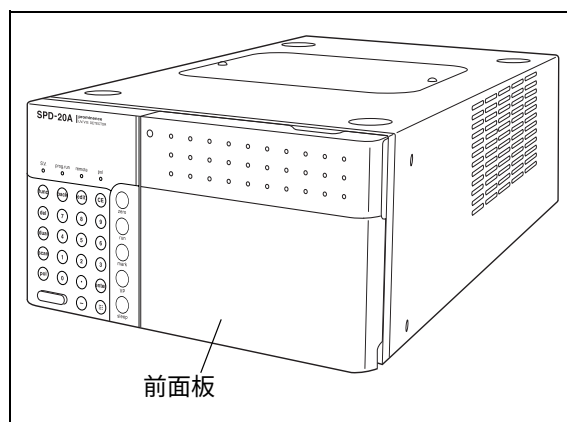


图 3.1

■ 操作完成后的注意事项

要防止流通池堵塞：

流通池被污染或堵塞是检测器最常见的故障。分析高浓度的样品后，使用大量流动相彻底清洗流通池。使用缓冲溶液作为流动相时，在完成分析后首先用水清洗流通池。缓冲溶液同有机溶剂接触时会结晶，堵塞流通池和管路。

3.2 打开 / 关闭电源

1 按下电源开关 “打开” 电源。再次按下电源开关 “关闭” 电源。

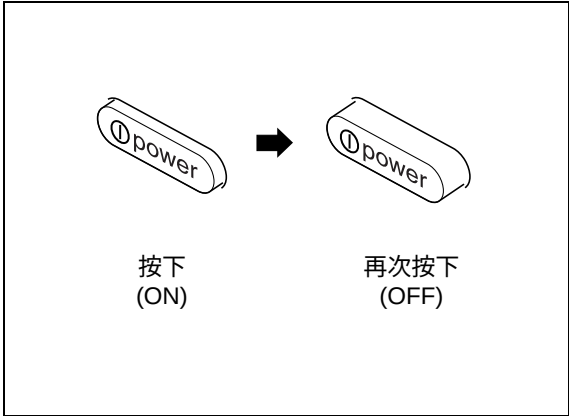
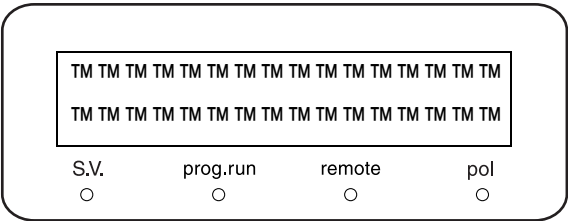


图 3.2

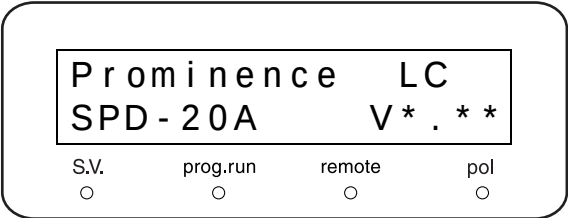
2 打开电源时，仪器按下列顺序进行一系列操作：
① 打开电源

② 显示区域内的所有光点及所有指示灯亮。

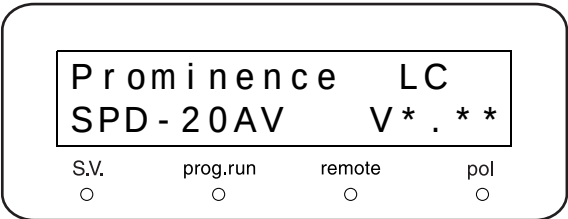
③ 自动检查仪器内存，并立即显示控制程序的版本号。（下面示例屏幕中的 [*.*.*] 表示 ROM 版本。）



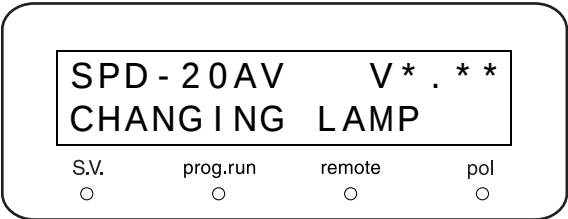
SPD-20A



SPD-20AV

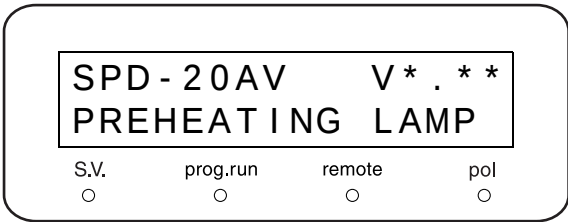


④ 仪器检查灯开关功能。

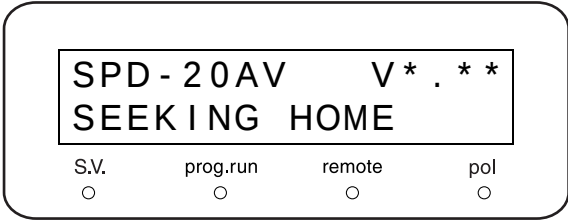


3. 准备

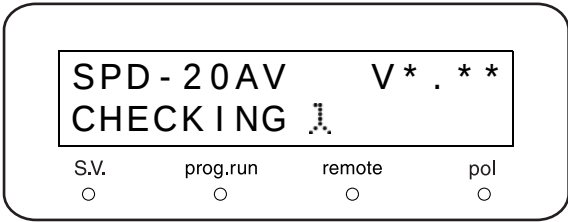
⑤ 灯预热约 30 秒。



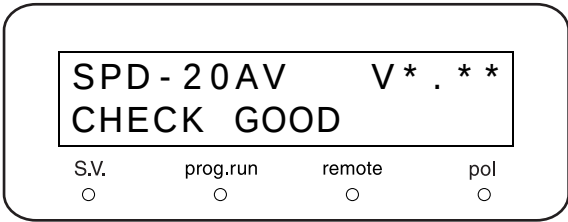
⑥ 仪器初始化需要大约 1 分钟。



⑦ 波长准确度检查需要大约 20 秒（使用水银灯的 254nm 发射谱线和 D2（氘）灯的 656nm 发射谱线。）

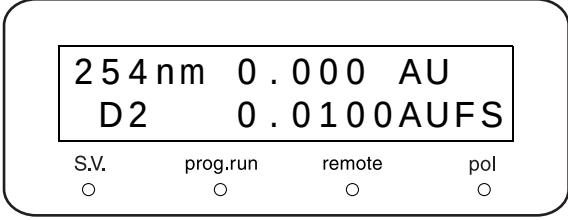


⑧ 如果没有检测到错误，则出现右边的信息。此屏幕保持几秒钟，然后紧接着显示第 ⑨ 步中所显示的初始屏幕。



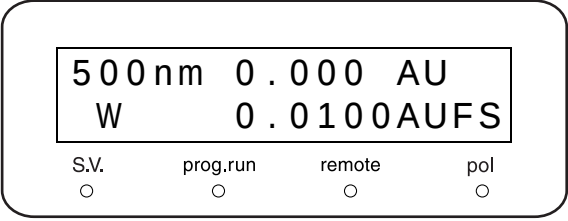
⑨ 如果已经选择 D2（氘）灯，则出现右边所示的初始屏幕。此时仪器处于初始化状态，可以执行操作。这是初始化状态。

如果已选择 D2（氘）灯



⑩ 如果仪器是 SPD-20AV，并且已经选择 W（钨）灯，则在此时检查该仪器。这是初始化状态。

如果已经选择 W（钨）灯
(SPD-20AV)



■ 错误显示示例

注意

- 如果发出报警声，则屏幕上会显示 [CHECK NO GOOD] 信息：

① 在 656nm 或 254nm 前后的 1nm 内没有检测到峰。
要停止报警，按 **CE**。

② 确认流通池已正确安装。

 "8.2.3 重新安装流通池" P. 8-7

③ 检查以确定流通池中是否有气泡，并且流通池中是否有残留可吸收接近 254nm 或 656nm 光的流动相或样品。波长校正功能 [WAVE CALIB] 和波长准确度检查功能 [WAVE CHECK] 测量传输通过流通池的光（在 D2（氙）灯和水银灯的 656nm 和 254nm 发射谱线相邻范围）强度。仪器即基于这些强度值操作。因此，如果池中留有吸收紫外线或可见光的样品，或如果产生大的气泡，则传输的光的量会非常少并且仪器也不能正常运行。

使用不吸收可见光和紫外线光的流动相清洗的或装有该流动相的流通池，或已使用空气或氮吹扫过、完全干燥的流通池进行操作。

④ 有关执行波长校正的详细信息，请参见 5.6 节 VP 功能中的 [WAVE CALIB]。

 "[WAVE CALIB]" P. 5-53

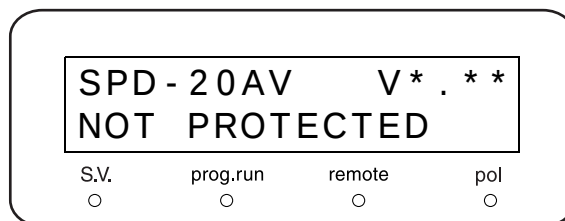
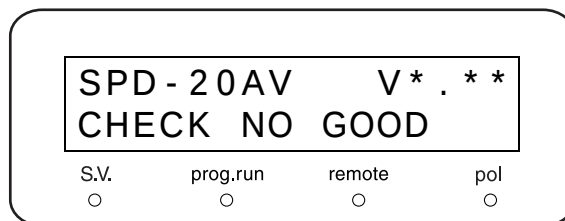
⑤ 校正完成时，将自动运行 [WAVE CHECK] 以重新检查波长的准确度。如果再次出现 [CHECK NO GOOD]，请关闭仪器电源，然后与距离您最近的岛津办事处或经销商联系。

- 如果发出报警声，且屏幕上显示 [NOT PROTECTED] 信息：

按 **CE** 清除报警。当显示此信息时，将初始化（使用缺省值替换）时间程序、[LAMBDA]（波长）和某些其他参数。

- 如果显示其他错误信息：

 "6.2 错误信息" P. 6-4



本页空白。

4

基本操作

目录

4.1 单波长模式设定	4-2
-------------------	-----

4.1 单波长模式设定

下面描述于此检测器最简单的测量模式 - 单波长模式。有关双波长模式和波长扫描模式的信息，请参见后面的章节。

-  "5.2.2 设定通道 2 波长 " P. 5-11
-  "5.3 以光谱扫描模式操作 " P. 5-18

4.1.1 设定波长 [LAMBDA 1]

按照以下步骤设定波长。

■ 示例：要将波长从 254 nm 更改为 230 nm：

- 按 **CE**。
出现初始化屏幕。
- 按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。
- 按 **enter**。
出现 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。
* 波长参数输入字段闪烁，提示用户输入波长值。
- 输入 **2**、**3** 和 **0** 然后按 **enter**。
这样便更改了设定。

254nm 0.000 AU

D2 0.0100AUFS

S.V. prog.run remote pol

○ ○ ○ ○

PARAMETER

Enter to Select

S.V. prog.run remote pol

○ ○ ○ ○

LAMBDA 1 TM54

Input 190 - 370

S.V. prog.run remote pol

○ ○ ○ ○

LAMBDA 1 23 TM

Input 190 - 370

S.V. prog.run remote pol

○ ○ ○ ○

输入字段

注意

- 有效设定范围
显示在屏幕的最下面一行的有效设定范围根据使用的型号和灯不同而异。右面的表中给出了设定范围。不接受超出此设定范围的值。

型号		设定范围
SPD-20A		190nm - 700nm
SPD-20AV	用 D2 灯	190nm - 370nm
	用 W 灯	371nm - 900nm
	D2 和 W 灯同时打开	190nm - 900nm

- 检测器有两个信号输出接口：[RECORDER] 接口和 [INTEGRATOR]（积分数据处理器）接口。
Chromatopac 或可变范围记录仪可以连接到两个接口中任意一个，但是 Chromatopac 通常应该连接到 [INTEGRATOR] 接口。固定范围记录仪必须连接到 [RECORDER] 接口，以便可以使用仪器记录仪范围设定功能调节其记录范围。如果 Chromatopac 连接到 [RECORDER] 接口，则 Chromatopac 的输入全量程将等于记录仪范围设定的吸光度值的 100 倍。因此，设定的吸光度值范围应该约为期望的最大峰吸光度的 1/80。
- 当更改波长时：
[RECORDER] 接口信号输出级别更改到 0V，保持 4 秒钟，然后返回到前一信号级别。波长更改值会在色谱图上留有一个标记。但是，由于这样会干扰面积计算，所以 [INTEGRATOR] 接口输出设计为在 4 秒钟期间保持其信号级别不发生改变。

-  "连接 Chromatopac" P. 9-30
-  "连接记录仪 " P. 9-31
-  "使用条形图记录仪时：" P. 4-5
-  "Chromatopac（积分仪）连接到 [RECORDER] 接口时 " P. 4-6

4.1.2 设定范围

■ Chromatopac 用作记录仪时：

- 岛津 Chromatopac 通常连接到 [INTEGRATOR] 接口。
- 在检测器上设定大约的范围设定是很有必要的，因为检测器的动态范围非常广泛。可以通过设定检测器的 [AUX RANGE] 参数值完成此操作。
 "[AUX RANGE]" P. 5-35
(通常使用 Chromatopac 时，使用 Chromatopac 的 [ATTEN] 设定来设定范围。)
- 为 [AUX RANGE] 设定的值和 [INTEGRATOR] 接口输出之间的关系如右表所示。
- 由各种 [AUX RANGE] 和 [ATTEN] 设定生成的 Chromatopac 绘图全量程如下表所示。

[AUX RANGE] 设定	[INTEGRATOR] 接口输出
1	0.5 AU/V
2	1.0 AU/V
3	2.0 AU/V
4	4.0 AU/V
5	1.25 AU/V
6	2.5 AU/V

[AUX RANGE] 和 [ATTEN] 设定之间的关系和全量程绘图（单位：AU）

ATTEN	AUX RANGE					
	1	2	3	4	5	6
0	0.0005	0.001	0.002	0.004	0.00125	0.0025
1	0.001	0.002	0.004	0.008	0.0025	0.005
2	0.002	0.004	0.008	0.016	0.005	0.01
3	0.04	0.008	0.016	0.032	0.01	0.02
4	0.008	0.016	0.032	0.064	0.02	0.04
5	0.016	0.032	0.064	0.128	0.04	0.08
6	0.032	0.064	0.128	0.256	0.08	0.16
7	0.064	0.128	0.256	0.512	0.16	0.32
8	0.128	0.256	0.512	1.024	0.32	0.64
9	0.256	0.512	1.024	2.048	0.64	1.28
10	0.512	1.024	2.048	4.096	1.28	2.56

■ 使用条形图记录仪时：

- 将记录仪连接到 [RECORDER] 接口。
- 应将记录仪范围设定为期望最大峰的 120%。这样会生成带有最大峰的色谱图，其范围是记录仪全量程的 80%。

按照下列步骤设定记录仪范围。

示例： 要将范围从 0.001AUFS 更改为 0.01AUFS。

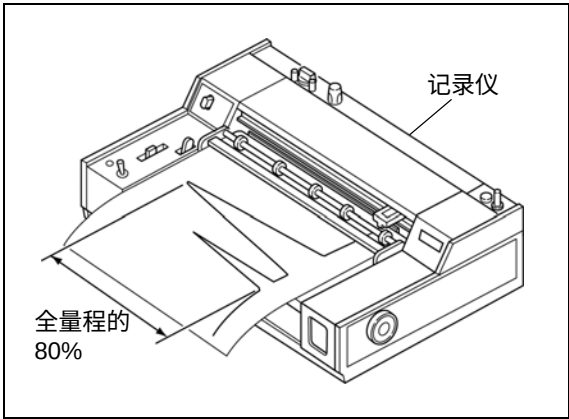
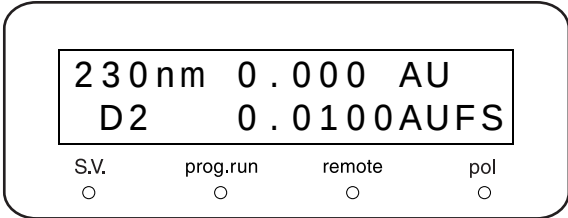
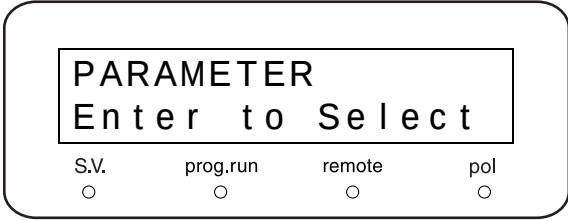


图 4.1

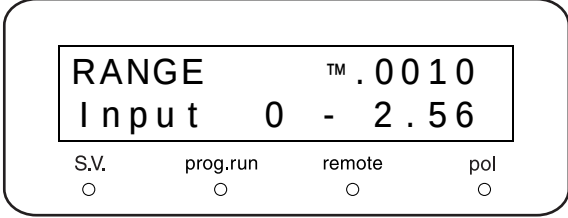
1 按 **CE**。
出现初始屏幕。



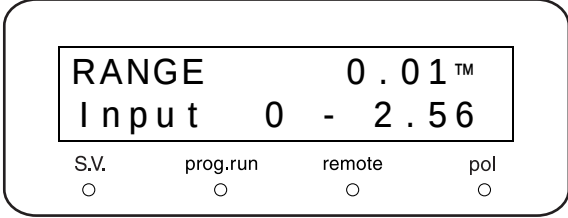
2 按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。



3 按 **enter**，然后按 **func** 几次。
出现 [RANGE] 及其当前设定。

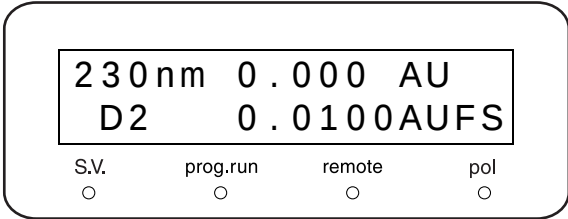


4 输入 **0**、**.**、**0** 和 **1**，
然后按 **enter**。



* 按 **CE** 两次显示初始屏幕。

初始屏幕



4. 基本操作

■ Chromatopac （积分仪）连接到 [RECORDER] 接口时

- 将 Chromatopac （积分仪）连接到 [RECORDER] 接口。
- 可以记录大约为范围的 100 的峰。在测量过程中，将范围设定为期望最大峰吸光度的 1/80 左右。通常，应将记录仪范围设定为大约 0.005-0.04 AUFS，然后使用 Chromatopac 的 [ATTEN] 衰减控制调节全量程绘图。
- 按照绘图全量程，范围和 Chromatopac 的 [ATTEN] 设定（当 Chromatopac 连接到 [RECORDER] 接口时）之间的关系如下所示：

$$\text{绘图全量程吸光度} = \text{范围} \times 2^{\text{ATTN}} / 10$$

示例：如果范围 = 0.01 AUFS 并且 ATTN = 2，则：
绘图全量程吸光度 = 0.01 AUFS × 2²/10 = 0.004 AUFS

注意

Chromatopac 对两个通道的同时处理：
在双波长模式中，可以同时记录每个波长的色谱图。链接到 [INTEGRATOR] 接口（较短的波长一端）的波长视为通道 1，链接到 [RECORDER] 接口（较长的波长一端）的波长视为通道 2。通过使用右表中显示的 [RANGE] 设定值和 [AUX RANGE]，两个通道的输出电压比率信号是相等的。

 "5.2.3 设定输出模式" P. 5-12

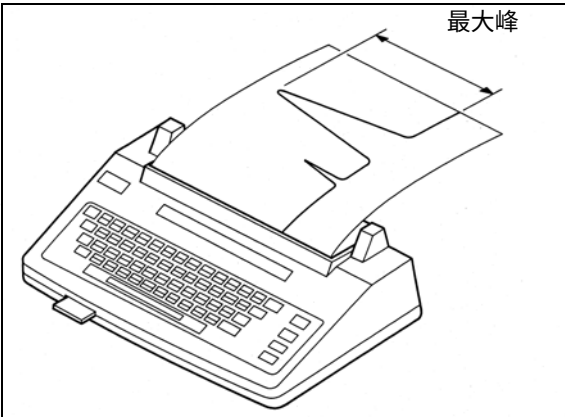


图 4.2

AUX RANGE	RANGE
1 (0.5AU/V)	0.005 AUFS
2 (1AU/V)	0.01 AUFS
3 (2AU/V)	0.02 AUFS
4 (4AU/V)	0.04 AUFS
5 (1.25AU/V)	0.0125 AUFS
6 (2.5AU/V)	0.025 AUFS

4.1.3 将条形图记录仪的输出归零

在开始分析前，按下列步骤调节记录仪的归零位置。

- 1 按 **CE**。
出现初始屏幕。
- 2 按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。
- 3 按 **enter**，然后按 **func** 几次。
出现 [RANGE]（范围设定）。
- 4 按 **0**，然后按 **enter**。
此操作将记录仪输出设定为 0mV。
- 5 使用记录仪的描笔位置调节旋钮，将描笔移至期望的 0 或基线级别。
- 6 将检测器的测量范围复位到用于分析的正确范围。
 "4.1.2 设定范围" P. 4-4

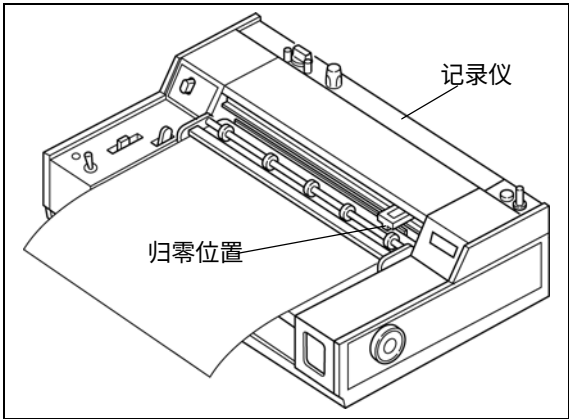
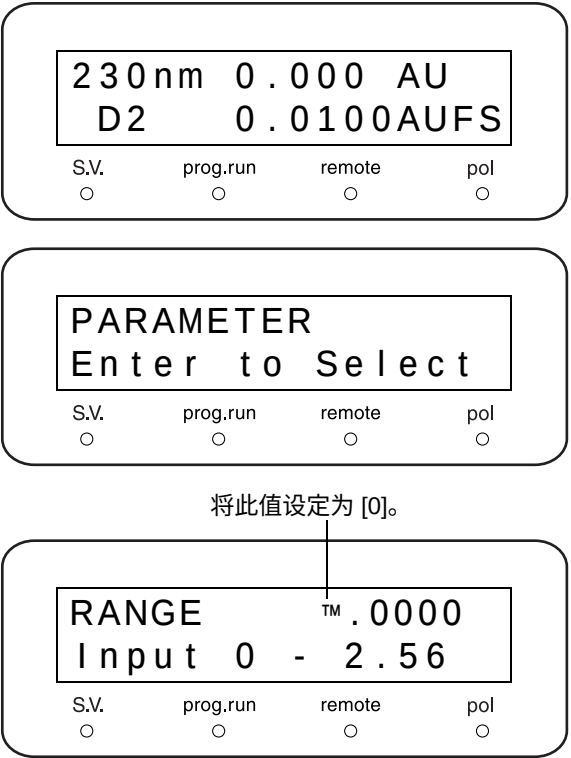


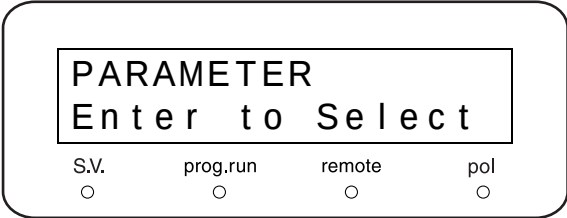
图 4.3

4. 基本操作

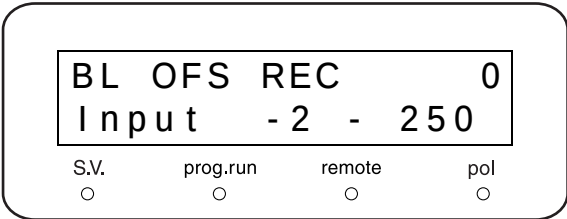
7 按 **zero**。
描笔将返回到接近选定的基线位置。

要替换基线，执行下面第 8 步到第 10 步。

8 在初始屏幕上按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。



9 按 **enter**，然后按 **func** 几次。
出现 [BL OFS REC]。



10 使用数字键盘输入基线偏移值，然后按 **enter**。
可接受的值从 -2 到 250 （单位量为 1mV）。
 "[BL OFS REC]" P. 5-36

按 **zero** 将恢复在此步骤中设定的基线。

4.1.4 设定 [RESPONSE]

本检测器使用数字噪音过滤器改进信噪 (S/N) 比。过滤时间常数增加时，噪音减少；过滤时间常数减少时，噪音增加。

[RESPONSE] 参数有 11 个可用的过滤时间常数 [RESPONSE] 值。下面的表中显示了模拟过滤器的 [RESPONSE] 值和相应的时间常数。

设定值	模拟过滤器的 相应时间常数	半高处最小峰宽度 (参见 “ 注意 ”)
0	0.02sec	0.08sec
1	0.05sec (FAST)	0.2sec
2	0.1sec	0.4sec
3	0.5sec (STD)	2.2sec
4	1.0sec	4.8sec
5	1.5sec (SLOW)	7.2sec
6	3.0sec	13sec
7	6.0sec	26sec
8	8.0sec	36sec
9	10.0sec	45sec
10	2.0sec	9sec

注意

当在双波长模式中操作时， [RESPONSE] 的值 4 或以下值不会增加时间常数；使用 5 或以上值。

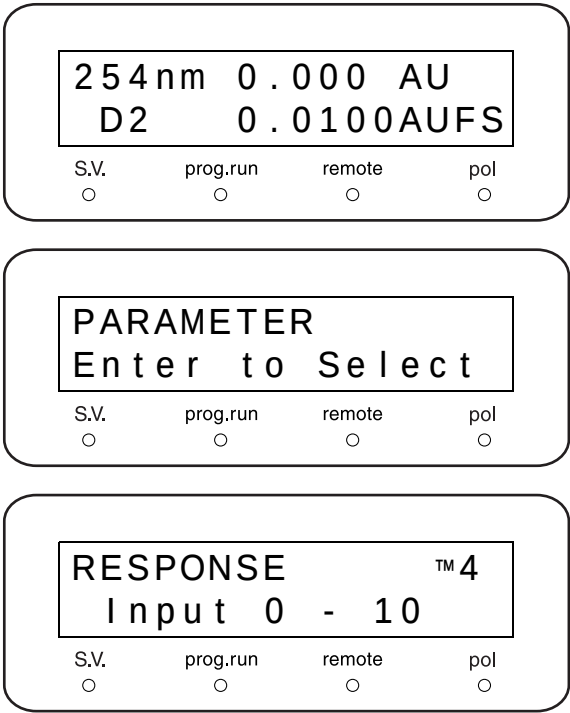
- 1

按 **CE**。
出现初始屏幕。
- 2

按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。
- 3

按 **enter**，然后按 **func** 一次。
[RESPONSE] 值已激活，并可以进行更改。
- 4

使用数字键输入 [RESPONSE] 值。
P.4-9 上的表中给出了设定范围。



4. 基本操作

5 按 **enter**。

6 按 **CE** 两次返回初始屏幕。

注意

当 [RESPONSE]（时间常数）增加时，数据处理器灵敏度降低并且峰高减小。峰宽（半高）越小，峰高的减小值就越大。
建议如此设定 [RESPONSE]，对于给定的半高宽，峰高下降值不超过 10%。右图表示响应时间、峰半高宽和峰高减少之间的关系。使用它确定正确的 [RESPONSE] 值。

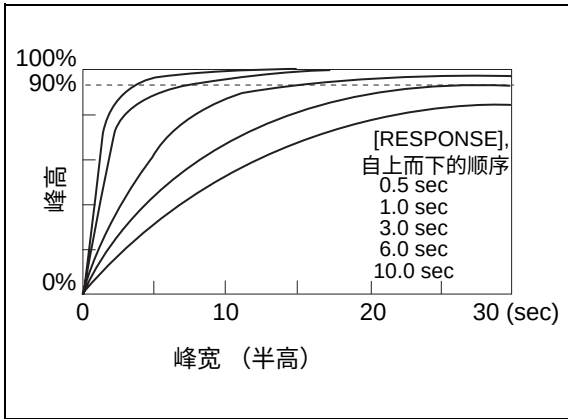
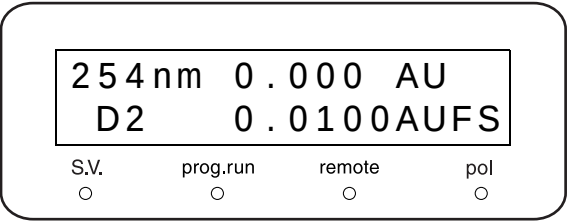


图 4.4

注意，[RESPONSE] 不影响峰面积。即使当低的 [RESPONSE] 值使峰变宽时，峰面积也不会发生变化。

5

应用操作

目录

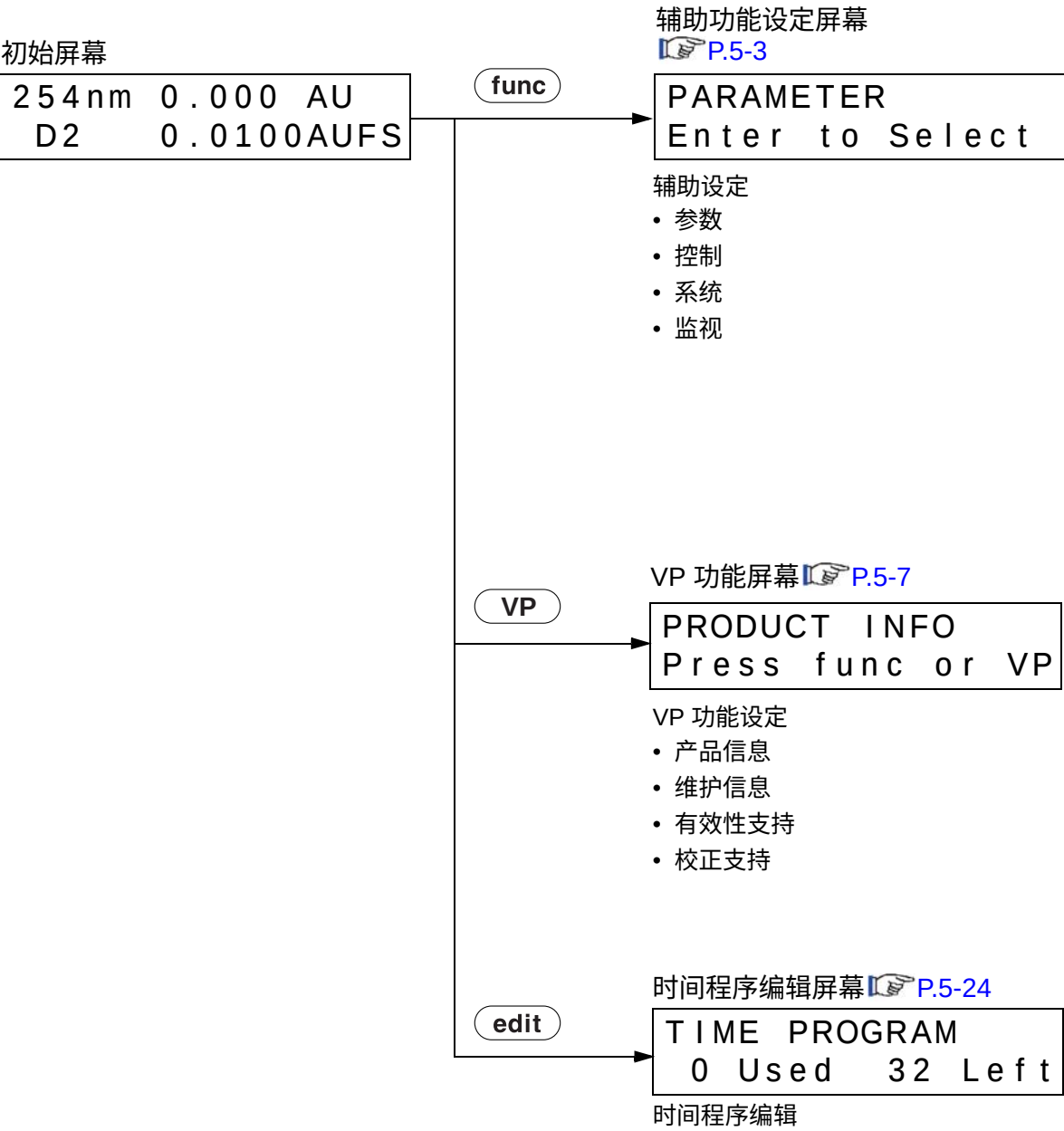
5.1	显示面板	5-2
5.2	以双波长模式操作	5-11
5.3	以光谱扫描模式操作	5-18
5.4	建立时间程序	5-24
5.5	辅助功能中的参数	5-30
5.6	VP 功能	5-45
5.7	通过 CBM-20A/20Alite 系统控制器控制	5-62
5.8	通过 SCL-10Avp 或 SCL-10A 系统控制器控制	5-63
5.9	连接外部输入 / 输出端子	5-65

5.1 显示面板

5.1.1 屏幕类型

打开电源开关，出现初始屏幕。
通过按 **func**、**VP** 和 **edit** 键，可以将初始屏幕切换为下列三个屏幕之一。

- 辅助功能屏幕
- VP 功能屏幕
- 时间程序编辑屏幕



5.1.2 辅助功能设定屏幕

在本节中，在下面的流程图中说明了辅助功能设定屏幕。

对于每一屏幕，按 **func** 显示下一屏幕，按 **back** 返回。

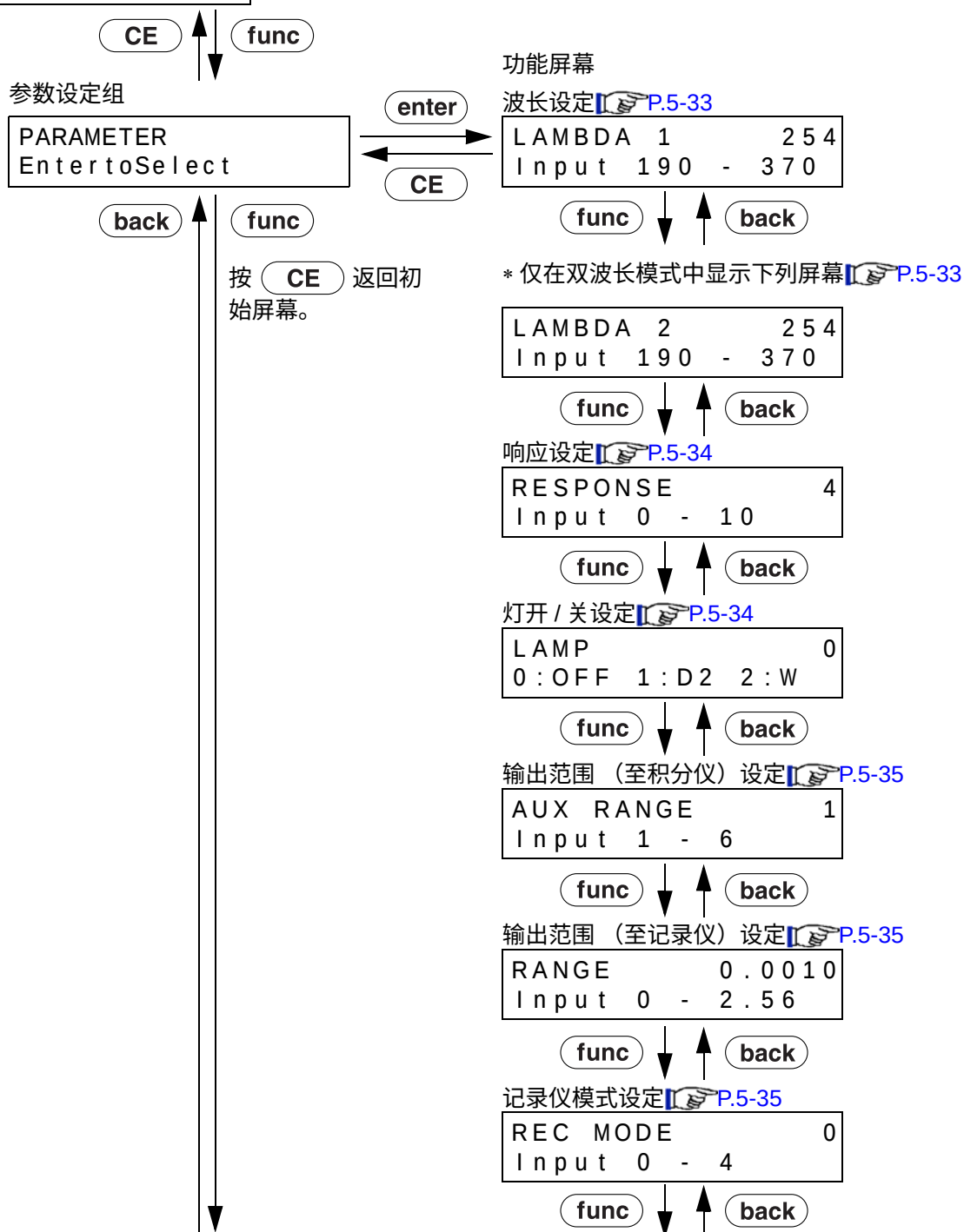
在辅助功能组屏幕，按 **enter** 进入每个组。

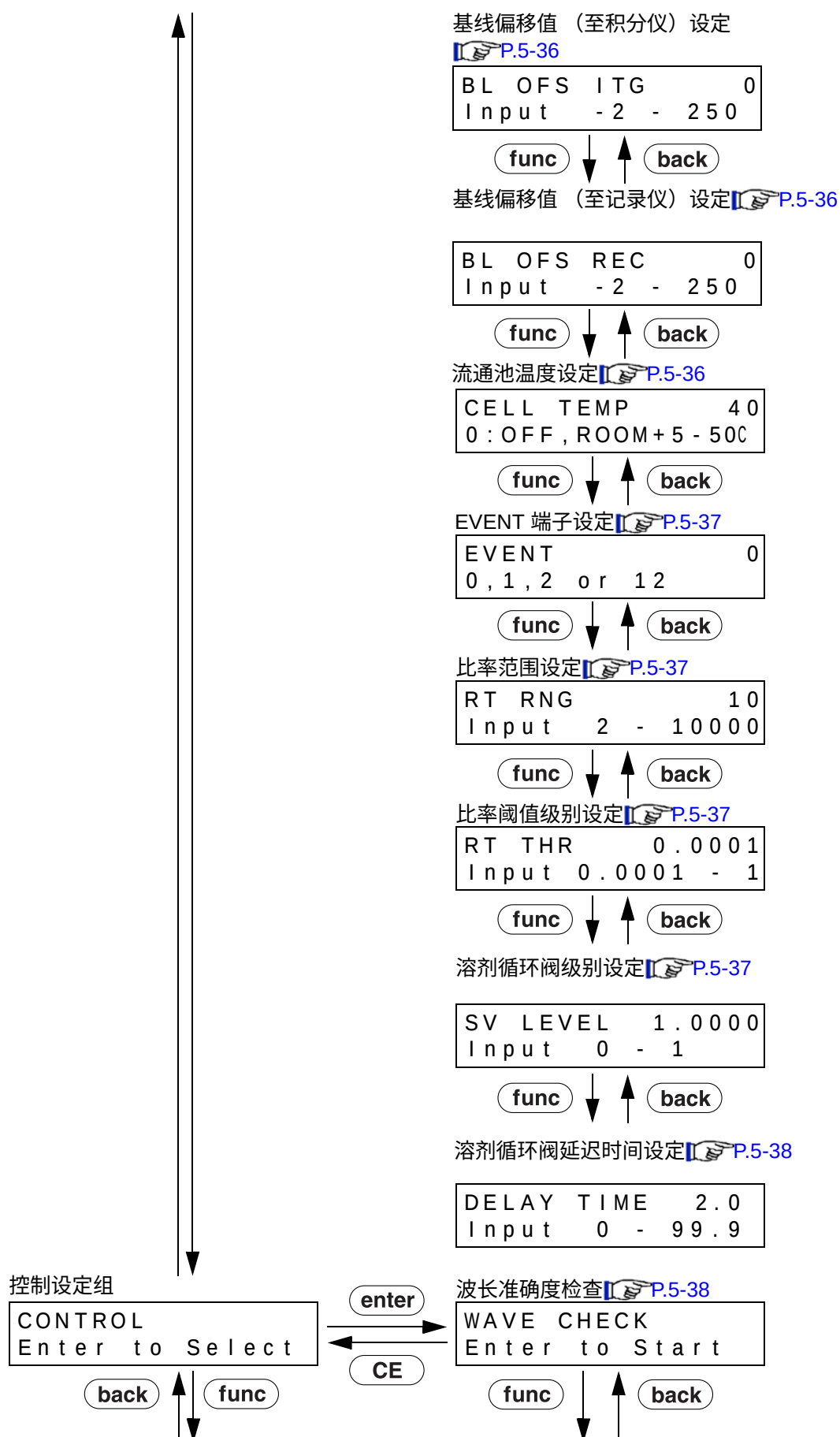
按 **CE** 返回初始屏幕。

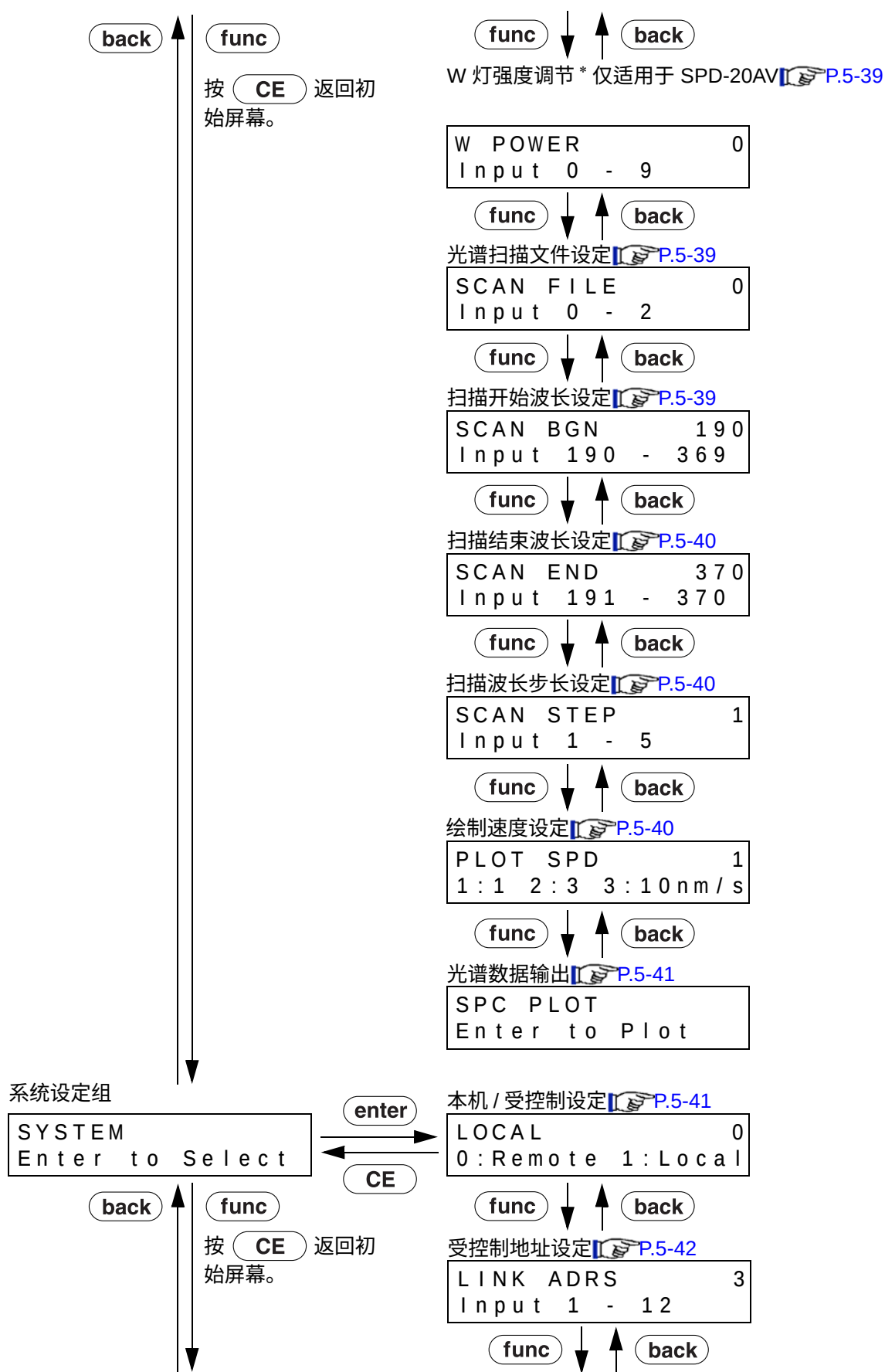
* 在下面的图中，使用 SPD-20AV 的屏幕示例显示设定范围等信息（在底部的行中显示的）。

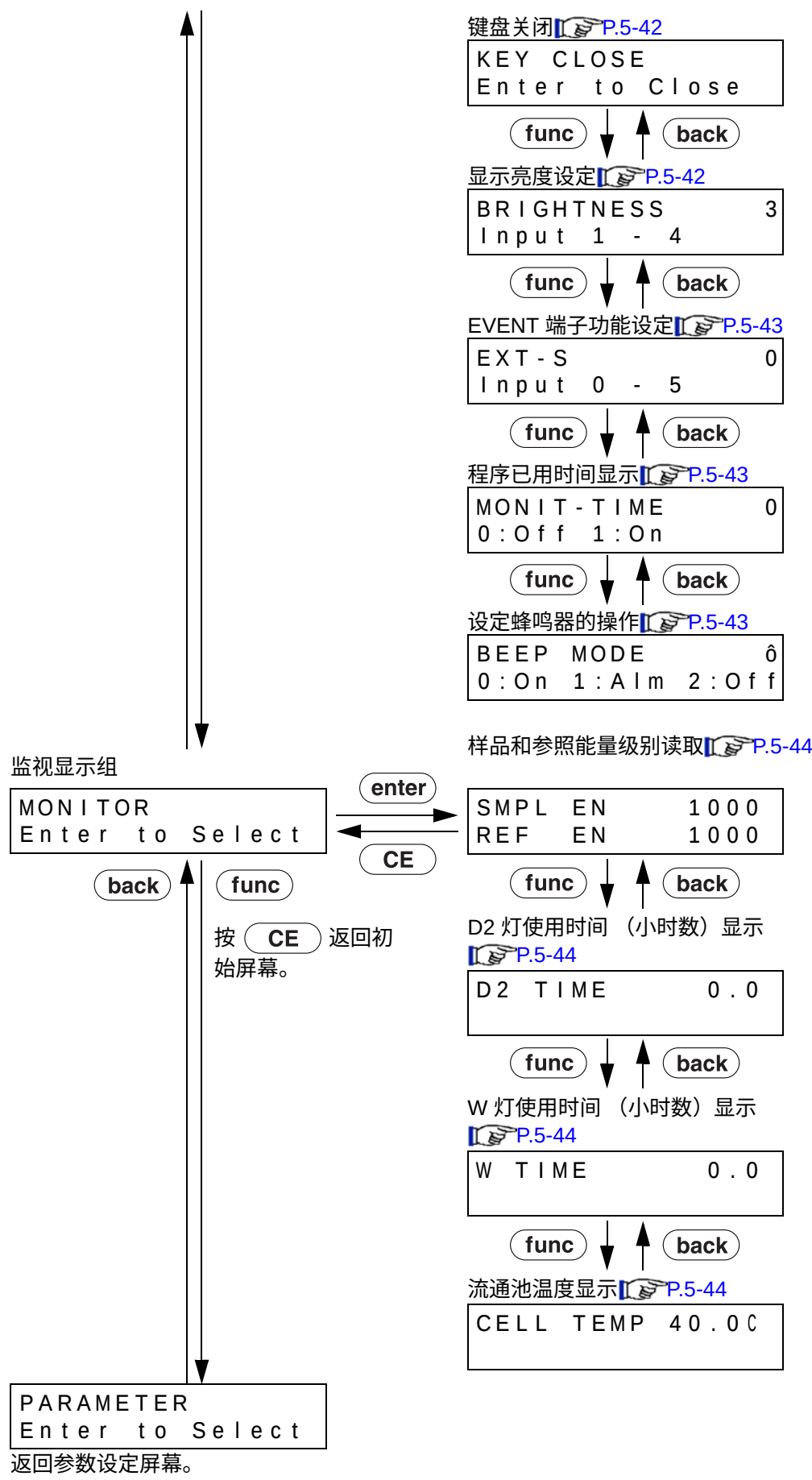
初始屏幕

254 nm	0.000	AU
D2	0.0100	AUFS









5.1.3 VP 功能屏幕

在本节中，下面的流程图中显示了 VP 功能屏幕。

VP 功能分为四组 - 产品信息、维护信息、有效性支持和校正支持。

在初始屏幕上按 **VP** 显示每组屏幕。

按 **CE** 返回初始屏幕。

按 **func** 或者 **back** 在 **VP** 选定的组之间切换设定屏幕。

按 **CE** 返回该组的初始屏幕。

初始屏幕

```
254 nm 0.000 AU
D2      0.0100AUFS
```

产品信息组

```
PRODUCT INFO
Press func or VP
```

序列号显示  [P.5-48](#)

```
SERIAL NUMBER
L20140000000
```

ROM 版本显示  [P.5-48](#)

```
S / W ID: V * . * *
SPD - 20AV
```

维护信息组

```
MAINTENANCE
Press func or VP
```

单元总操作时间显示  [P.5-48](#)

```
TOTAL OP TIME
0 (h)
```

D2 灯累计操作时间和更换报警时间显示  [P.5-49](#)

```
D2 LAMP USED
0 / 2000
```

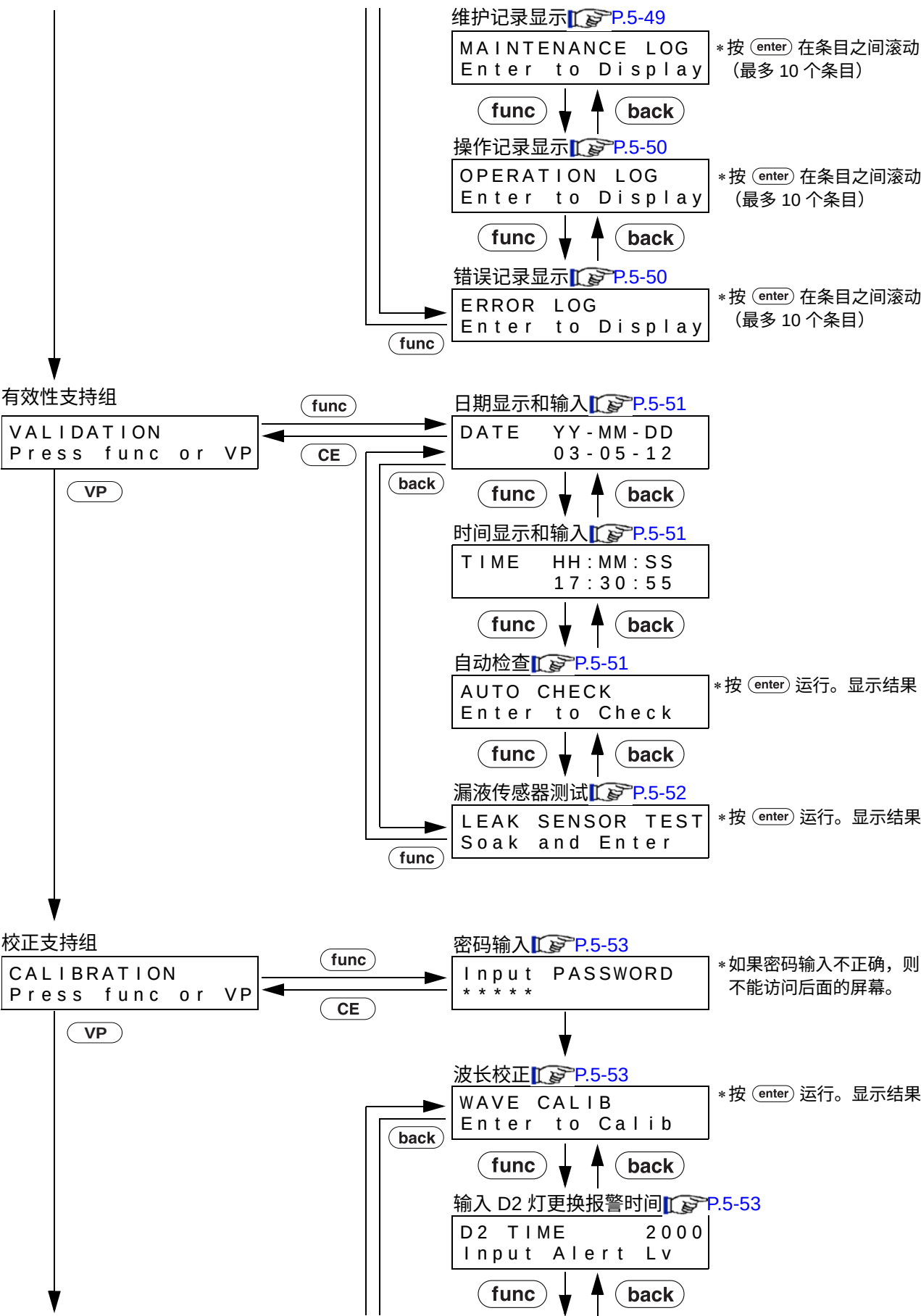
W 灯累计操作时间和更换报警时间显示  [P.5-49](#)

```
W LAMP USED
0 / 2000
```

更换部件号输入  [P.5-49](#)

```
PART REPLACEMENT
P / N : - -
```

* 更换部件时输入部件号



输入 D2 灯更换报警能量级别

P.5-54

D2 ENERGY	800
Input Alert Lv	

func ↓ ↑ back

输入 W 灯更换报警时间

P.5-54

W TIME	2000
Input Alert Lv	

func ↓ ↑ back

输入 W 灯更换报警能量级别

P.5-54

W ENERGY	1000
Input Alert Lv	

func ↓ ↑ back

吸光度校正 P.5-54

ABS CALIB	
Enter to Calib	

func ↓ ↑ back

吸光度补偿系数输入 P.5-55

ABS COMP	1.000
Input 0.8 - 1.2	

func ↓ ↑ back

线性校正 P.5-55

LINEAR CALIB	
1: BG 2: 4AU	

func ↓ ↑ back

漏液传感器自动校正 P.5-55

LEAK CALIB	
Enter to Calib	

func ↓ ↑ back

漏液传感器激活阈值输入 P.5-55

LEAK THR	150
ActLv 100 / 150	

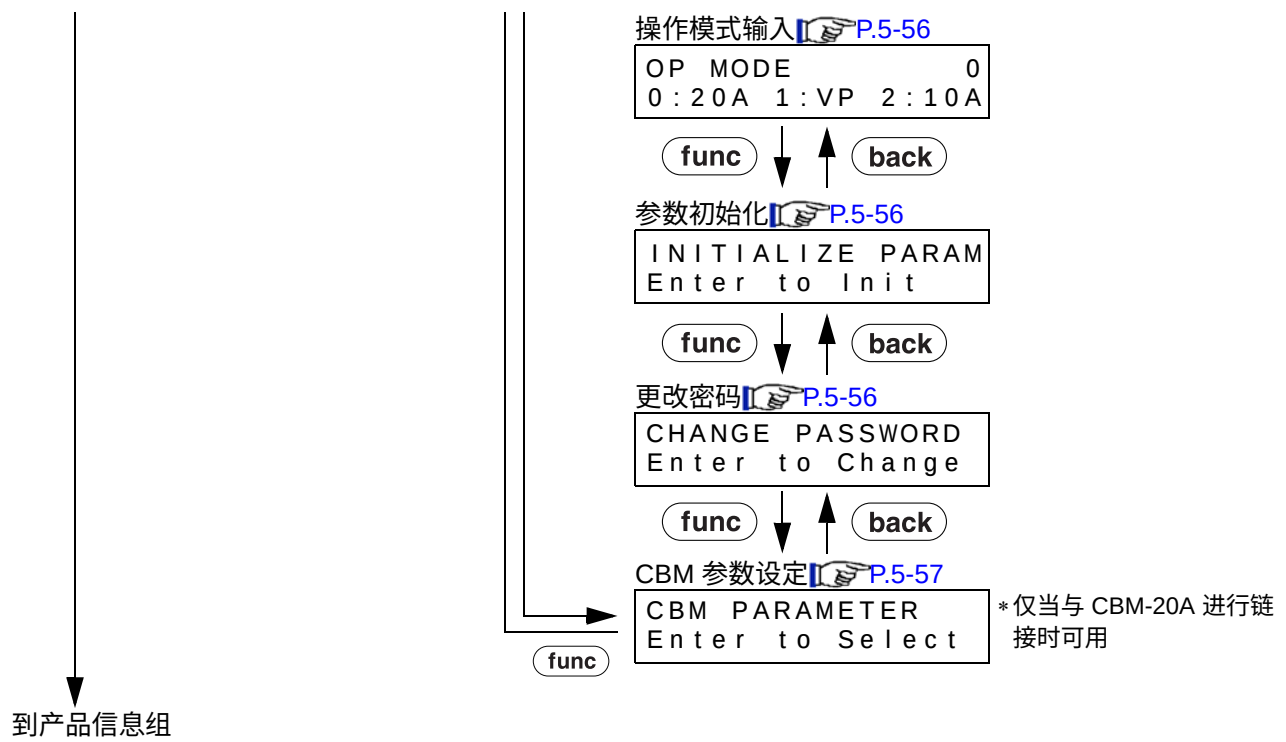
func ↓ ↑ back

选择要显示的吸光度全量程

P.5-55

RNG DISP MODE	0
0: REC 1: ITG	

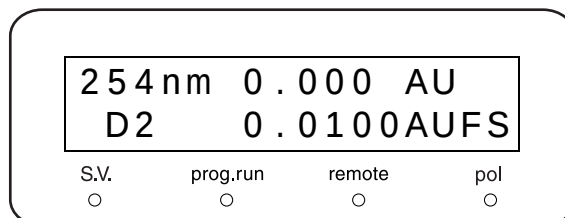
func ↓ ↑ back



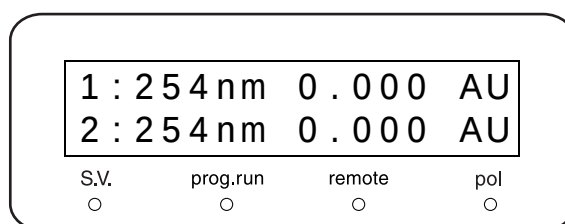
5.2 以双波长模式操作

5.2.1 选择测量模式

- 1 按 **CE**。
出现初始屏幕。



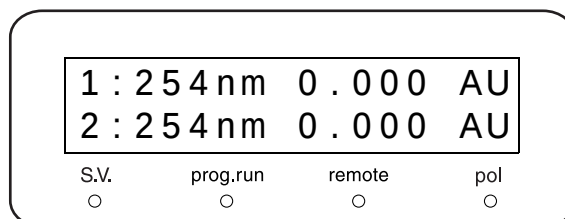
- 2 按 **dual**。
通过按 **dual**，检测器在单波长与双波长两种模式之间切换。
在双波长模式中，在顶部行中显示通道 1 的波长和吸光度，在底部行中显示通道 2 的波长和吸光度。
* 要从双波长模式切换回单波长模式，按 **dual**。



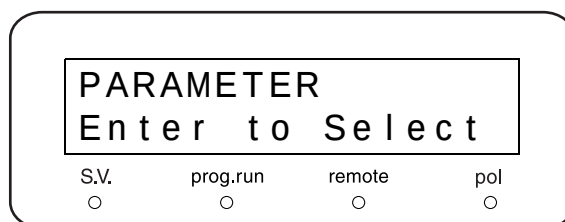
5

5.2.2 设定通道 2 波长

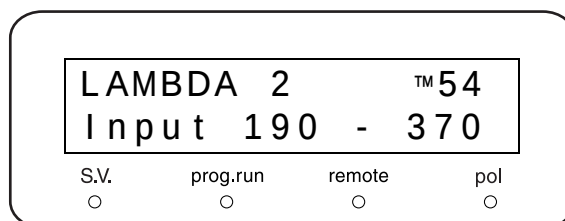
- 1 按 **CE**。
出现初始屏幕。



- 2 按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。



- 3 按 **enter** 并重复按 **func** 直到显示 [LAMBDA 2]。



- 4 使用数字键盘，在屏幕底部行中指定的范围内输入通道 2 的波长。
按 **enter** 接受该值。

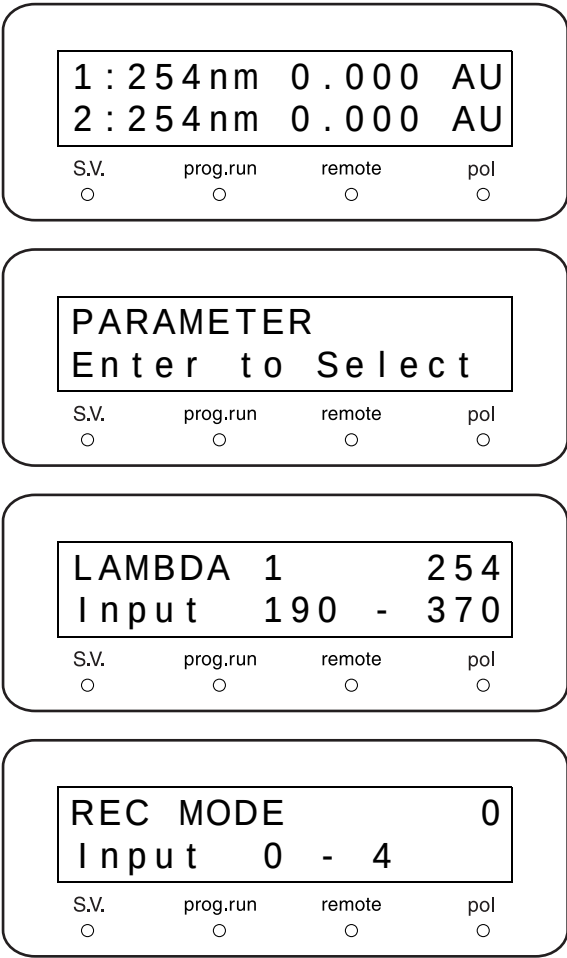
注意

在双波长模式中，通过按顺序扫描光栅收集数据，这会破坏很尖的峰的重现性。对于半高宽度为 5 秒或更多（C.V. 值小于 0.1%）的峰，使用双波长模式非常可靠。

5.2.3 设定输出模式

双波长模式允许 (a) 同步记录两个波长的色谱图，或者 (b) 同步记录通道 1 波长的色谱图和通道 2 两个波长的比率色谱图。在这种模式下，将信号同步输出到 [INTEGRATOR] 和 [RECORDER] 接口。通道 1 吸光度信号总是输出到 [INTEGRATOR] 接口。信号输出到 [RECORDER] 接口，取决于 [REC MODE] 功能设定：

- 1 按 **CE**。
出现初始屏幕。
- 2 按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。
- 3 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。
- 4 重复按 **func** 直到显示 [REC MODE]（记录仪模式设定）。



5 从右面的表中选择所需的值，并使用数字键输入该值。

设定	输出模式
0	通道 1 吸光度输出
1	在双波长模式中，通道 2 吸光度输出
2	在双波长模式中，比率色谱图信号输出到 [RECORDER] 接口
3	在双波长模式中，比率色谱图信号输出到 [INTEGRATOR] 接口
4	温度调节池的温度输出 (100°C/10mV)

5.2.4 设定比率色谱图信号输出值

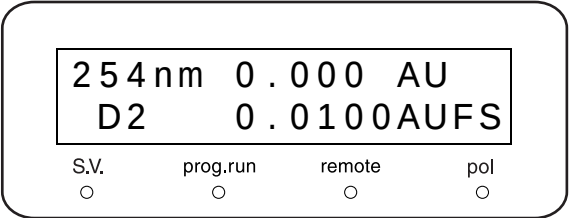
如下所示，计算比率信号的输出值：

$$R(t) = \frac{A_{\lambda 1}(t)}{A_{\lambda 2}(t)} - 1 \quad (\text{当 } A_{\lambda 1}(t) > A_{\lambda 2}(t) \text{ 时})$$
$$R(t) = 1 - \frac{A_{\lambda 1}(t)}{A_{\lambda 2}(t)} \quad (\text{当 } A_{\lambda 1}(t) \leq A_{\lambda 2}(t) \text{ 时})$$

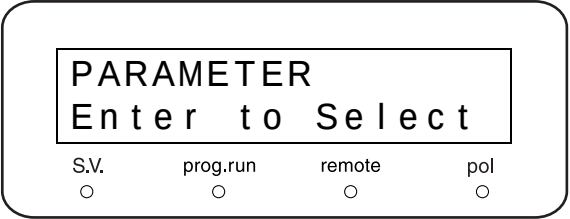
* Aλ1(t) 和 Aλ2(t) 分别表示通道 1 吸光度和通道 2 吸光度。

■ 将比率色谱图发送到 Chromatopac：

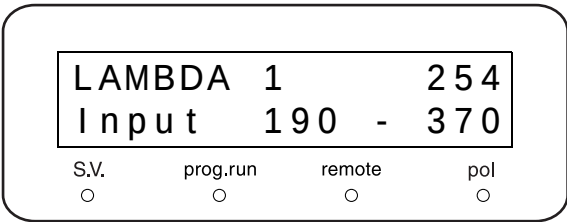
1 按 **CE**。
出现初始屏幕。



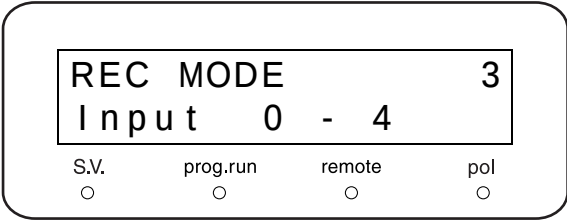
2 按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。



3 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。



4 重复按 **func** 直到显示 [REC MODE]（记录仪模式设定）。
 "[REC MODE]" P. 5-35



5 按 **3**。

6 将 Chromatopac [ATTEN] 参数设定为零。

当输出比率色谱图信号时，基线自动移至检测器记录仪输出范围的中间点（例如，对于 10mV 记录仪终端，基线移至 +5mV 处）。基于此中间点，如果通道 1 吸光度超过通道 2 吸光度，则图上升，反之则下降。

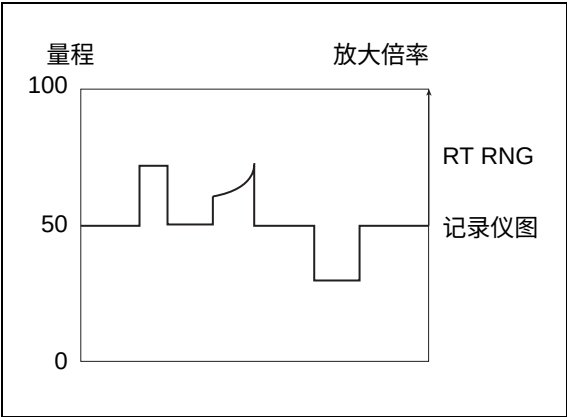
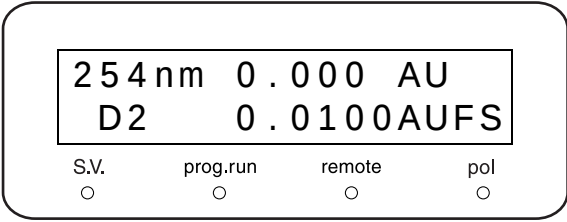


图 5.1

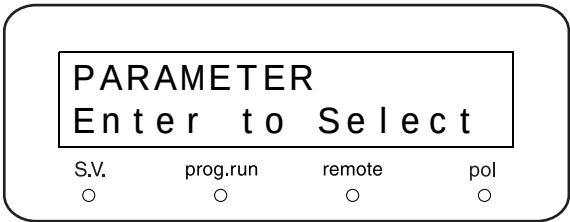
■ 设定 [RT RNG]（比率范围）

[RT RNG] 功能设定比率色谱图的范围。如果 [RT RNG]（比率范围）设定为 10，则可以显示 ± 10 的比率，+5 的比率将使比率色谱图利用正向量程的一半，如下图所示。

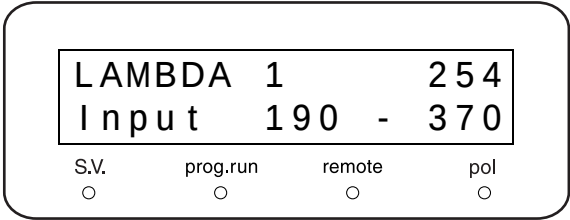
1 按 **CE**。
出现初始屏幕。



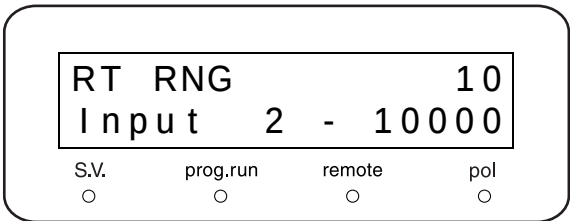
2 按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。



3 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。



4 重复按 **func** 或 **back** 直到显示 [RT RNG]。



5 按 **1** 然后按 **0**。
* 设定范围为 2-10000。

$$R(t) = \frac{A_{\lambda 1}(t)}{A_{\lambda 2}(t)} - 1$$

例如，吸光度为 $A_{\lambda 1}=0.6AU$ 和 $A_{\lambda 2}=0.1AU$ 的峰比率应为 5。

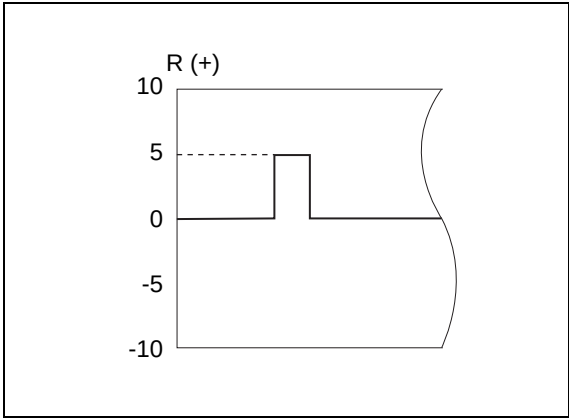
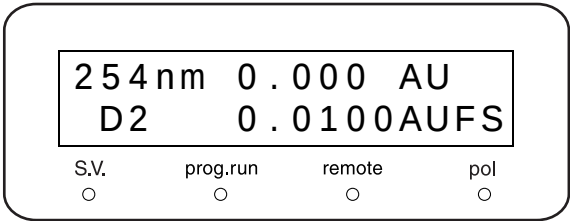


图 5.2

■ 设定 [RT THR]（比率阈值）
使用 [RT THR] 设定用以控制是否输出比率的阈值。

1 按 **CE**。
出现初始屏幕。



5. 应用操作

- 2 按 **func** 一次。
出现 [PARAMETER]。

PARAMETER
Enter to Select

S.V.

prog.run

remote

pol

☐

☐

☐

☐

- 3 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。

LAMBDA 1 254
Input 190 - 370

S.V.

prog.run

remote

pol

☐

☐

☐

☐

- 4 重复按 **func** 或 **back** 直到显示 [RT THR]。

- 5 使用数字键输入所需的值。
* 设定范围为 0.0001-1.0 (AU)。

RT THR 0.0001
Input 0.0001 - 1

S.V.

prog.run

remote

pol

☐

☐

☐

☐

仅当通道 1 和通道 2 信号同时超出 [RT THR] 的设定值时，才输出比率色谱图。

假定没有基线漂移，应将 [RT THR] 设定为等于测量范围（范围值）全量程的 1-5% 的值。如果基线漂移，例如在梯度分析中，执行时间程序中的自动归零操作后立即对目标峰进行洗脱，并将 [RT THR] 设定为大于期望的漂移的值。

注意

请确保在每一分析开始时都执行自动归零功能。比率计算中使用的吸光度值与自动归零点相关。

■ 比率色谱图中与漂移相关的变形

使用下面的公式导出比率色谱图，其中 $A_{\lambda 1}(t)$ 和 $A_{\lambda 2}(t)$ 分别表示吸光度的变化，与波长 λ_1 和 λ_2 的自动归零点分别对应。

$$R(t) = \frac{A_{\lambda 1}(t)}{A_{\lambda 2}(t)} - 1 \text{ (in case that } A_{\lambda 1}(t) > A_{\lambda 2}(t))$$

但是，由于实际 $A_{\lambda 1}(t)$ 和 $A_{\lambda 2}(t)$ 中还包含基线漂移 $D_{\lambda 1}$ 和 $D_{\lambda 2}$ ，因此可以使用下列公式更准确地导出比率色谱图：

$$R(t) = \frac{A_{\lambda 1}(t) + D_{\lambda 1}}{A_{\lambda 2}(t) + D_{\lambda 2}} - 1$$

如果漂移为零，则纯峰的 R 保留为常数值，则比率色谱图显示平顶峰。如果 R 中有漂移，则色谱图扭曲，如右图所示。

要使比率色谱图中的扭曲最小化：

- 将 [RT THR] 的值设定约为漂移的 10 倍。
- 峰吸光度最大值 $AMAX_{\lambda 1}$ 和 $AMAX_{\lambda 2}$ 至少应为 [RT THR] 值的两倍。
- 选择两个波长，使它们能被样品有效吸收，而不易被流动相吸收。

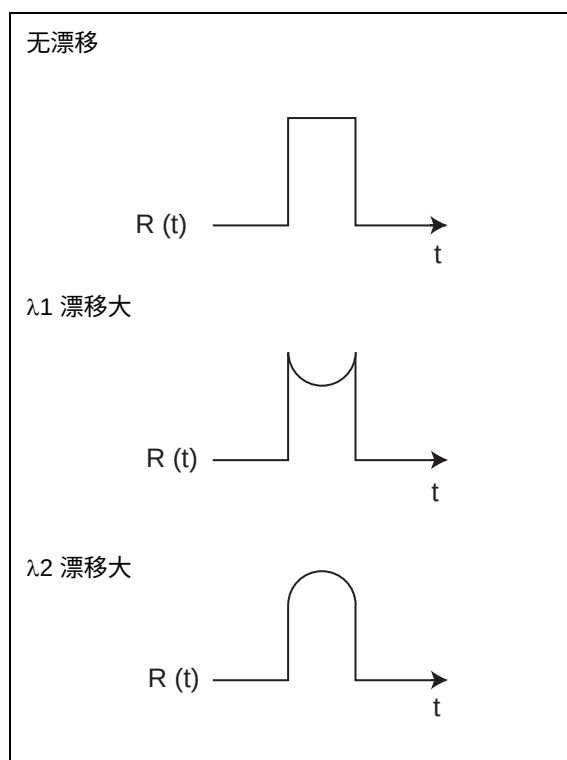


图 5.3

5.3 以光谱扫描模式操作

本仪器包含光谱扫描功能，在扫描过程中会使流动相停止流动。
仪器能够采集并存储两个样品光谱和一个背景光谱。

5.3.1 光谱扫描过程

在扫描过程中，检测器池中的液体必须静止。要实现这一点，一个技巧是当选定的峰开始上升时停止送液。如果使用这种方法，操作人员应该补偿停止泵与检测器中停止流动之间的时间。
还有一个方法是使用高压 6 通阀截断流路，如下图所示。在扫描过程中，从名义上 6 通阀的流路（由实线表示）切换为由虚线表示的流路，由此截住检测器流通池中的分析物。

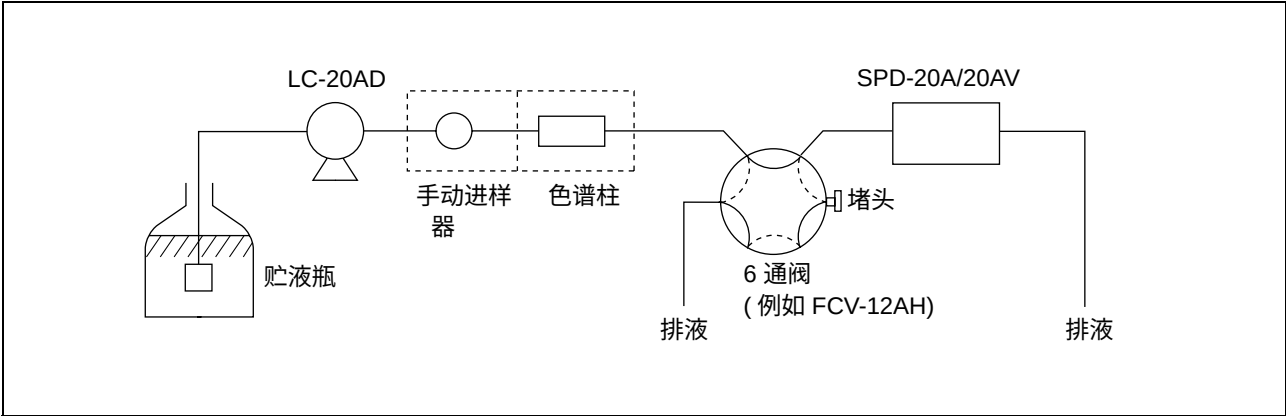


图 5.4

注意

不要通过打开泵排液阀停止流动。由此导致的压力冲击会缩短色谱柱的使用寿命。

执行下面章节中描述的步骤，设定执行 SCAN 测量所需的参数。

5.3.2 设定光谱测量所需的参数

- 1 按 **CE**。
出现初始屏幕。

254nm 0.000 AU			
D2 0.0100AUFS			
S.V.	prog.run	remote	pol
☐	☐	☐	☐

- 2 按 **func** 两次。
出现 [CONTROL]。

CONTROL			
Enter to Select			
S.V.	prog.run	remote	pol
☐	☐	☐	☐

- 3 按 **enter**。
出现波长检查屏幕。

WAVE CHECK			
Enter to Start			
S.V.	prog.run	remote	pol
☐	☐	☐	☐

- 4 重复按 **func** 直到显示 [SCAN FILE] (光谱扫描文件)。然后按 **0**。

注意

必须将 [SCAN FILE] 0 用于存储背景光谱，文件 1 和 2 用于存储样品光谱。在处理过程中，自动将文件 0 从文件 1 和 2 的扫描数据中扣除。在池中注入流动相之前，将 [SCAN FILE] 设定为 [0]。

SCAN FILE			0
Input 0 - 2			
S.V.	prog.run	remote	pol
☐	☐	☐	☐

- 5 设定扫描开始波长。
① 重复按 **func** 直到显示 [SCAN BGN] (扫描开始波长设定)。

- ② 使用数字键输入所需的波长。

 "[SCAN BGN]" P. 5-39

SCAN BGN			190
Input 190 - 369			
S.V.	prog.run	remote	pol
☐	☐	☐	☐

- 6 ① 按 **func**。
出现 [SCAN END] (扫描结束波长设定)。

- ② 使用数字键输入所需的波长。

 "[SCAN END]" P. 5-40

SCAN END			350
Input 191 - 370			
S.V.	prog.run	remote	pol
☐	☐	☐	☐

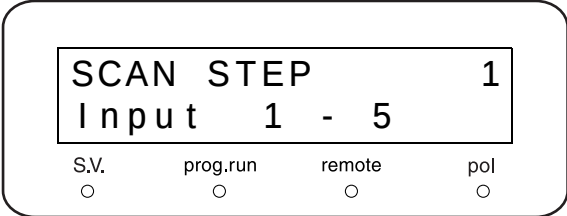
5. 应用操作

注意

根据使用的灯型号和类型不同（D2 或 W），扫描开始和结束波长的设定范围也不同。

型号		波长设定范围	
		开始波长	结束波长
SPD-20A		190 - 699nm	(开始波长 + 1) - 700nm
SPD-20AV	使用 D2 灯	190 - 369nm	(开始波长 + 1) - 370nm
	使用 W 灯	371 - 899nm	(开始波长 + 1) - 900nm
	当 D2 和 W 灯为开时	190 - 899nm	如果开始波长小于或等于 369nm： (开始波长 + 1) - 370nm 如果开始波长为 371nm 或更长： (开始波长 + 1) - 900nm

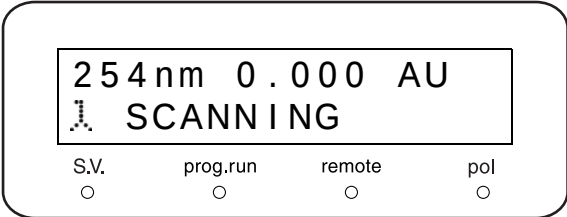
- 7 设定扫描波长步长。
- ① 按 **func**。
- 出现 [SCAN STEP]（扫描波长步长设定）。
- ② 使用数字键输入所需的值。
- "[SCAN STEP]" P. 5-40



- 8 按 **CE** 返回初始屏幕。

5.3.3 测量过程

- 1 流通池中充满流动相时，按 **scan** 从背景 ([SCAN FILE] = 0) 开始扫描。
在扫描过程中，出现初始屏幕（如右图所示），在左上方的行中显示的波长依次更新。保存扫描。
- 2 运行泵。
- 3 进样。
- 4 在目标峰开始洗脱时停止泵。



- 5 当基线稳定时，在 [CONTROL] 组中显示 [SCAN FILE]，并按 **1** 或 **2**。

- 6 按 **scan**。
开始扫描。

注意

- 不能为背景 ([SCAN FILE] = 0) 和样品 ([SCAN FILE] = 1/2) 编程不同的扫描条件 ([SCAN BGN], [SCAN END], [SCAN STEP])。这会妨碍准确地采集光谱数据。
- 梯度分析过程中的背景扫描操作略有不同：
 1. 执行梯度运行而不进样。（执行上述第 1 步到第 5 步）
 2. 运行泵。
 3. 在峰开始洗脱时停止流动。
 4. 执行背景光谱扫描。（如上述第 6 步）

SCAN FILE			1
Input 0 - 2			
S.V. ○	prog.run ○	remote ○	pol ○

5.3.4 光谱数据输出

将当前扫描文件中包含的光谱数据发送到记录仪终端并在记录仪上的进行绘制。首先，设定绘制速度：

- 1 按 **CE**。
出现初始屏幕。

254nm 0.000 AU			
D2 0.0100AUFS			
S.V. ○	prog.run ○	remote ○	pol ○

- 2 按 **func** 两次。
出现 [CONTROL]。

CONTROL			
Enter to Select			
S.V. ○	prog.run ○	remote ○	pol ○

- 3 按 **enter**。
出现波长检查屏幕。

WAVE CHECK			
Enter to Start			
S.V. ○	prog.run ○	remote ○	pol ○

- 4 重复按 **func** 直到显示 [PLOT SPD]。

PLOT SPD			1
1:1 2:3 3:10nm/s			
S.V. ○	prog.run ○	remote ○	pol ○

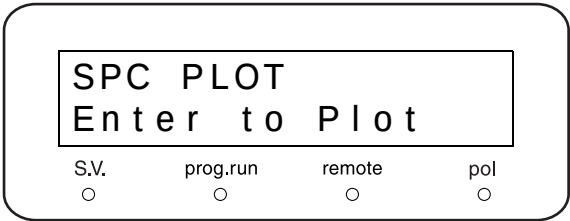
5. 应用操作

5 选择绘制速度。
使用数字键输入速度。
* 右面的表中给出了适合的设定。

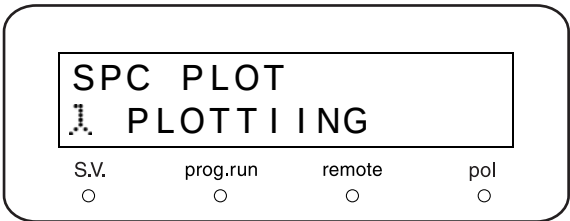
[PLOT SPD] 设定	绘制速度
1	1nm/sec
2	3nm/sec
3	10nm/sec

6 按 **func**。
出现 [SPC PLOT]。

7 按 **enter**。
开始绘制。



■ 要停止绘制：
当显示右侧的屏幕时，按 **enter**。



仅将归一化的光谱数据发送到 [RECORDER] 端子，因此以约指定波长范围峰全量程的 70% 绘制吸光度。
对于 Chromatopac，设定绘制的 [ATTEN] 为 [3] 或 [4]。

输出示例
输出周期 T 如下所示：

$$T = (\text{SCAN END} - \text{SCAN BGN}) / \text{PLOT SPEED}$$

(1、3 或 10nm/sec)

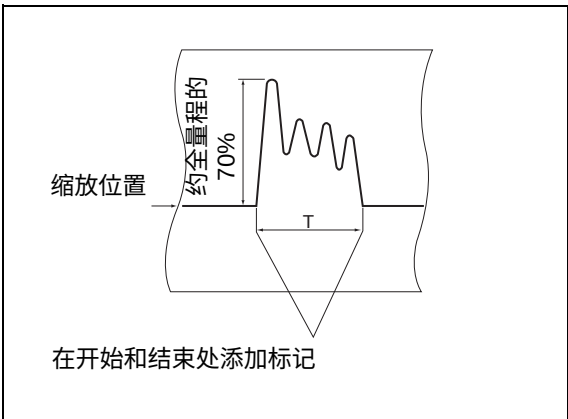


图 5.5

例如，要以 3nm/sec (PLOT SPD = 2) 的绘制速度绘制 200nm 到 350nm 范围时：

$$T = (350 - 200) \text{ nm} / 3\text{nm/sec} = 50\text{sec}$$

注意

- 不能绘制不包含扫描数据的文件。如果指定的是空文件，将显示 [DATA NOT EXIST] 信息。同样地，如果背景文件中没有数据 ([SCAN FILE] = 0)，也不能进行绘制。
- 如果扫描范围包括 370nm（在 SPD-20A 中）或 700nm（在 SPD-20AV 中），则会在这些波长中出现由于插入次级衍射过滤器而导致的噪音。
- 不能将光谱数据输出到 [INTEGRATOR] 接口。
- 当检测器关闭时，光谱数据丢失。
- 更改扫描开始时使用的扫描条件 ([SCAN BGN], [SCAN END], [SCAN STEP]) 会妨碍正确地绘制数据。

■ 光谱扫描所需的峰强度

当流动相的吸光度通过扫描波长范围而完全改变时，仪器的波长重现性错误（最大 0.2nm）对于光谱数据的影响会很明显。要使这种影响最小，目标峰的吸光度值应尽可能高。特别是，目标峰在最大吸光度波长处的吸光度应约为流动相（在扫描波长范围内以每 0.2nm 增量）吸光度变化的 100 倍。

示例

在下面所示的流动相吸光度光谱中，每波长的吸光度变化在 210nm 到 220nm 这一区间是最大的。本区间每毫米的变化率为 $(1.0 - 0.5) / (220 - 210) = 0.05 \text{ AU/nm}$ 。因此，可能由波长重现性错误引起的最大光谱错误为 $0.2 \text{ nm} \times 0.05 \text{ AU/nm} = 0.01 \text{ AU}$ 。要获得能够忽略此错误的光谱，目标峰的吸光度最大值应约为可能错误的 100 倍，或约为 1 AU。

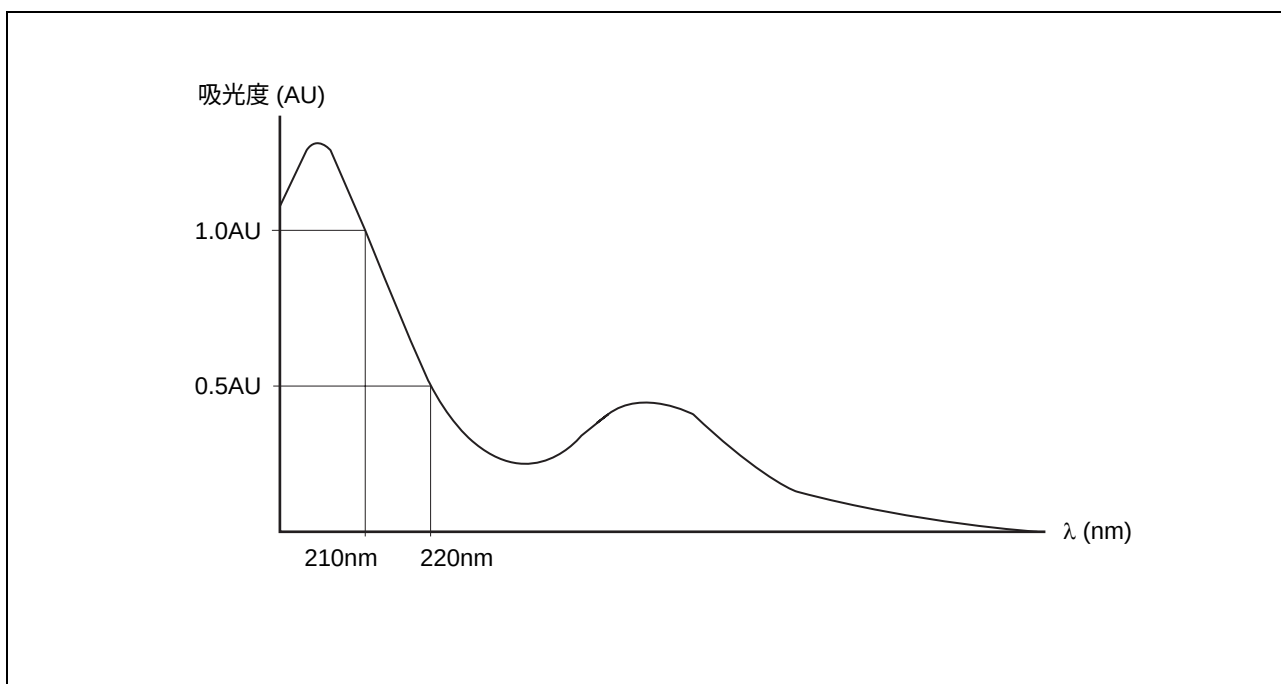


图 5.6

5.4 建立时间程序

在分析过程中，使用时间程序来规划要仪器自动执行的特定功能；当关闭电源后，时间程序被保留在内存中。

5.4.1 程序命令

下面列出了用于时间程序的命令。

命令	说明	设定范围	备注
$\lambda 1, \lambda 2$	波长 1，波长 2	请参见 P.5-25 上的表中的设定范围。	
ZERO	执行检测器自动归零	无	
MARK	标记记录仪输出	无	
RANG	设定记录仪终端的全量程输出范围	0 -2.56	单位：AUFs。记录仪端子的 0 短接范围阻止信号的输出。
RESP	设定检测器时间响应	0 -10	请参见 P.4-9
SCAN	执行波长扫描	0 -2	指定要存储数据的文件号的值。
EVNT	设定 EVENT 输出开启 / 关闭	0, 1, 2, 12	在 4 个可用值中设定一个。 请参见 P.5-37
LAMP	打开 / 关闭 D2/W 灯	0: 关闭 1: D2 灯打开 2: W 灯打开 3: D2 和 W 灯打开	仅在 SPD-20AV 中可以使用 W 灯。
POL	设定检测器输出的极性	0: 正极性 1: 相反的极性	
CELT	设定流通池温度	0: 关闭 室温 + 5°C - 50°C	
LOOP	按指定的次数重复先前的时间程序步骤	0 - 255 0: 重复程序 256 次	
STOP	停止时间程序	无	

λ1 和 λ2 的设定范围

在单波长模式下	SPD-20A	190 - 700nm
	SPD-20AV (D2 灯)	190 - 370nm
	SPD-20AV (使用 W 灯)	371 - 900nm
	SPD-20AV (同时使用 D2 和 W 灯)	190 - 900nm
在双波长模式下	SPD-20A	190 - 370nm 或 371 - 700nm
	SPD-20AV (使用 D2 灯)	190 - 370nm
	SPD-20AV (使用 W 灯)	371 - 700nm 或 701 - 900nm
	SPD-20AV (同时使用 D2 和 W 灯)	190 - 370nm、 371 - 700nm 或 701 - 900nm

5.4.2 设定时间程序参数

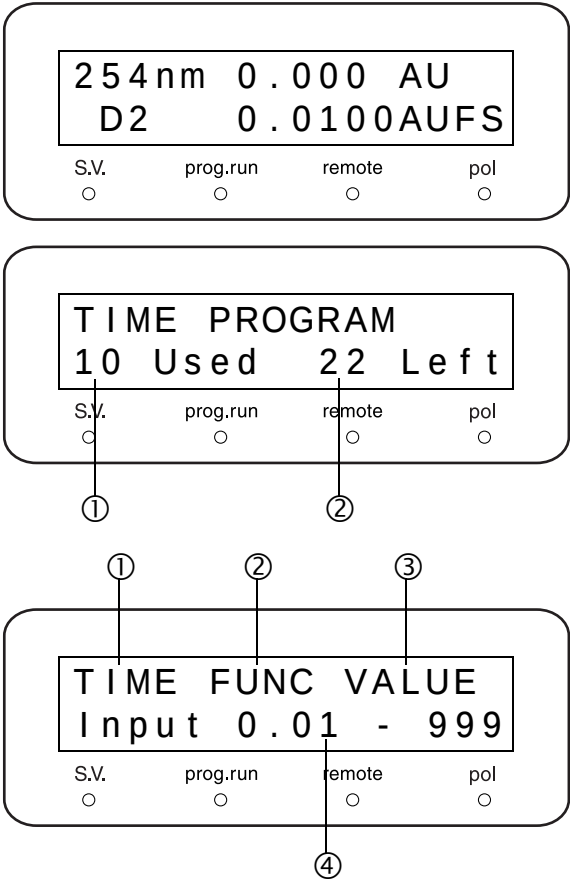
要写入或编辑时间程序，按下列方式进入编辑模式。请注意，在编辑模式下，显示屏幕上的标签不适用于显示中的信息。

- 1

按 **CE**。
出现初始屏幕。
- 2

按 **edit**。
出现时间程序编辑屏幕。
① 已设定的步骤数
② 剩余的步骤数
此例中显示已使用了 10 个步骤，还剩余 22 个步骤用于编程。
- 3

按 **enter**。
设定程序已用时间。
① 自程序开始后的已用时间（分）
② 命令
③ 设定值
④ 每一参数的可能范围（对于时间，此处显示为 0.01 - 999 分钟）
* 闪烁的 TIME 字段表明可以输入新步骤。
输入所需的值并按 **enter**。



- 4

按 **func** 显示所需的命令（功能），并按 **enter**。

5. 应用操作

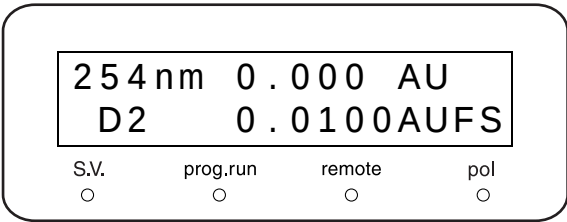
5 使用数字键输入命令的所需值（[ZERO]、[MARK] 和 [STOP] 没有与之相关联的值），并按 **enter**。

6 按 **CE** 返回初始屏幕。

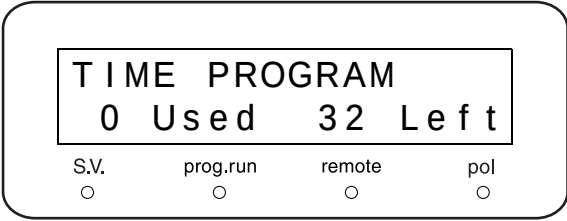
5.4.3 建立典型的时间程序

下面的例子表明建立时间程序所包含的步骤，该时间程序将在分析开始五分钟时执行光谱扫描。将在文件号为 2 的文件中存储扫描的光谱数据。

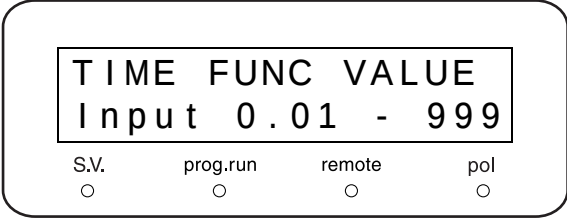
1 按 **CE**。
出现初始屏幕。



2 按 **edit**。
屏幕显示时间程序的步骤数。



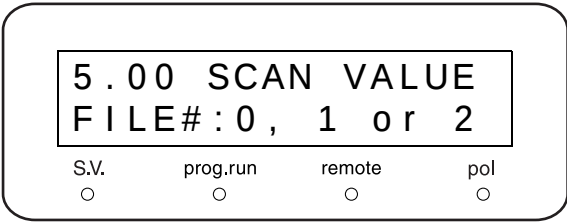
3 按 **enter**。
出现时间（分）设定屏幕。



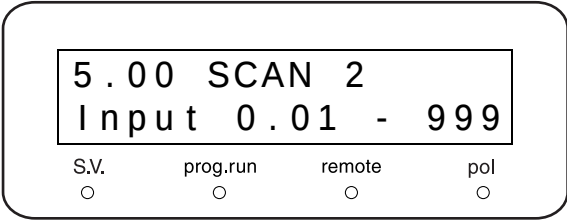
4 按 **5** 然后按 **enter**。

5 重复按 **func** 直到显示 [SCAN]。

6 按 **enter**。

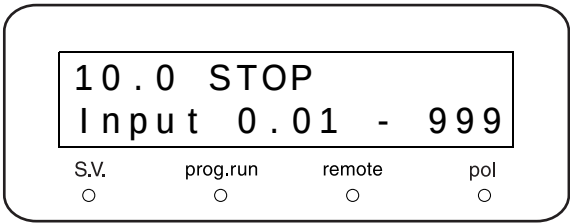


7 输入要存储数据的文件号。
按 **2** 然后按 **enter**。



8 要输入下面的程序步骤，重复第 4 步到第 7 步。

- 9 要输入最后一步，该步骤将在 10 分钟时停止程序，首先输入时间，然后按 **enter**。
- 10 重复按 **func** 直到显示 [STOP]。
- 11 按 **enter**。
- 12 按 **CE** 退出时间程序模式并返回初始屏幕。



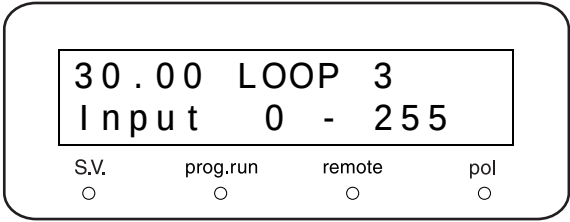
注意

- 当设定几个步骤时，它们自动按顺序排列。
- 请始终以 [STOP] 命令结束程序，除非是不确定地运行程序且要手动停止程序。
- 选择命令时，按 **back** 显示前一个命令。

5

5.4.4 重复时间程序步骤 [LOOP]

[LOOP] 功能可以储存时间程序的循环次数。



参照右面表中的示例设定。将以 30 分钟的间隔重复三次第 ① 步和第 ② 步。在第三个循环结束后，时间程序停止。

	TIME	FUNC	VALUE
①	15.00	λ1	210
②	20.00	λ1	220
③	30.00	LOOP	3

注意

- [LOOP] 命令的值可以设定为 255。设定为 [0] 时，时间程序将重复 256 次。
- [LOOP] 命令后的步骤将被忽略。

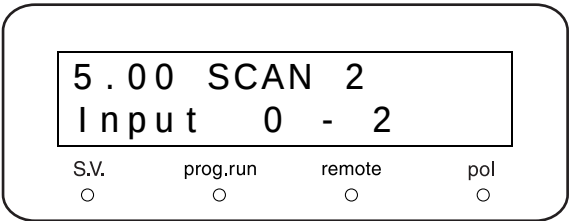
5. 应用操作

5.4.5 删除步骤

提出这些步骤并按 **del**。

示例：删除在 "5.4.3 建立典型的时间程序 " P. 5-26 中设定的程序的第 1 步。

- 1
- 显示要删除的步骤。
要显示该步骤，请遵循与建立程序相同的过程。
* 要删除随后的步骤，重复按 **enter** 直到所需的步骤出现。



- 2
- 按 **del**。
将删除显示的步骤。显示随后的步骤（如果有）。

5.4.6 启动时间程序

完成时间程序设定之后，有两种方式开始时间程序：

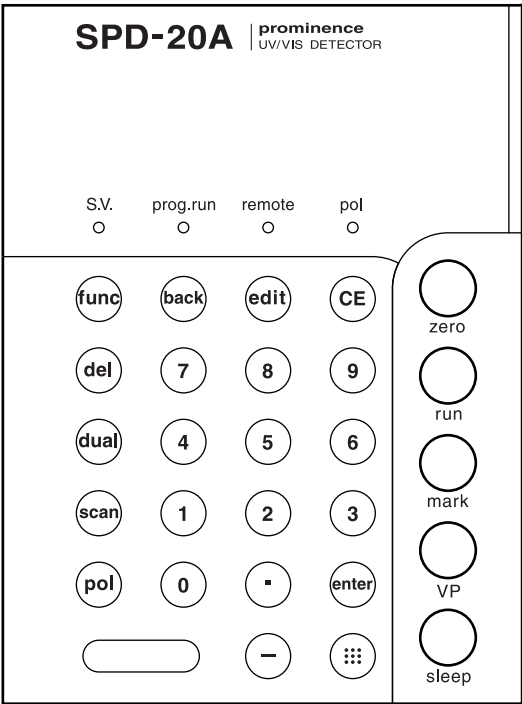
- 按 **run**。
- 通过外部输入 / 输出端子接收到一个触点闭合信号。

 "5.9 连接外部输入 / 输出端子 " P. 5-65

无论哪一种情况，都会启动时间程序，显示上的时间程序灯打开。

注意

在时间程序运行时，如果有参数发生了变化，新参数都会在时间程序运行过程中生效。时间程序结束后，时间程序运行时更改的参数会被设定为时间程序开始前输入的以前的值。



5.4.7 停止时间程序

有三种方式停止时间程序：

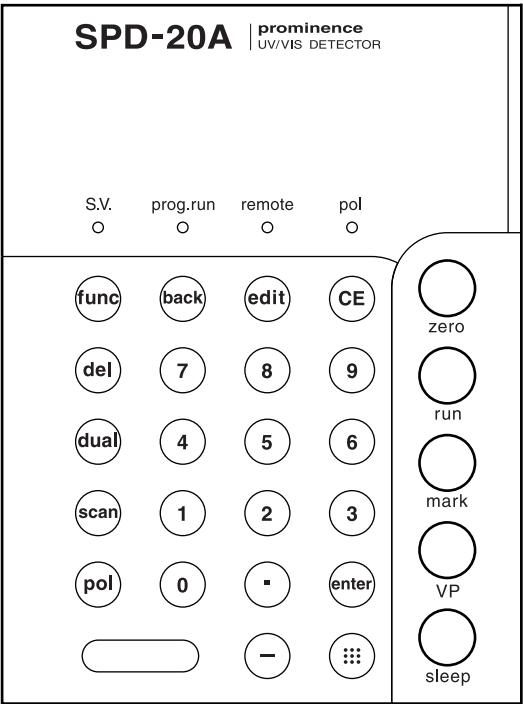
- 按 **run** 强制正在执行的程序停止。
- 通过外部输入 / 输出端子接收到一个触点闭合信号。
- 使用 [STOP] 命令强制正在执行的程序停止。

通过在程序中插入 [STOP] 命令停止时间程序。

 "5.4.3 建立典型的时间程序 " P. 5-26

使用触点信号停止程序

 "5.9 连接外部输入 / 输出端子 " P. 5-65



5.5 辅助功能中的参数

有四个辅助功能组：
参数设定、控制、系统设定和监视显示。

5.5.1 辅助功能列表

下表列出了辅助功能。
 "5.1.2 辅助功能设定屏幕 " P. 5-3

子菜单	命令	操作	功能	页码
PARAMETER	LAMBDA 1	数字键盘	设定波长。	P.5-33
	LAMBDA 2	数字键盘	设定双波长模式中通道 2 的波长。	P.5-33
	RESPONSE	数字键盘	设定 [RESPONSE]。	P.5-34
	LAMP	数字键盘	设定灯开 / 关。	P.5-34
	AUX RANGE	数字键盘	设定积分仪输出范围。	P.5-35
	RANGE	数字键盘	设定记录仪输出范围。	P.5-35
	REC MODE	数字键盘	设定记录仪输出模式。	P.5-35
	BL OFS ITG	数字键盘	设定积分仪归零位置调节的基线偏移值。	P.5-36
	BL OFS REC	数字键盘	设定记录仪归零位置调节的基线偏移值。	P.5-36
	CELL TEMP	数字键盘	设定流通池温度调节的温度。	P.5-36
	EVENT	数字键盘	设定外部事件端子状态。	P.5-37
	RT RNG	数字键盘	设定比率色谱图输出的范围。	P.5-37
	RT THR	数字键盘	设定比率色谱图输出的阈值。	P.5-37
	SV LEVEL	数字键盘	设定切换溶剂循环阀的阈值级别。	P.5-37
	DELAY TIME	数字键盘	设定溶剂循环阀延迟时间。	P.5-38
CONTROL	WAVE CHECK		检查波长准确度。	P.5-38
	W POWER*	数字键盘	设定钨灯强度。	P.5-39
	SCAN FILE	数字键盘	设定要存储扫描的数据的文件号。	P.5-39
	SCAN BGN	数字键盘	设定扫描开始波长。	P.5-39
	SCAN END	数字键盘	设定扫描结束波长。	P.5-40
	SCAN STEP	数字键盘	设定扫描波长步长。	P.5-40
	PLOT SPD	数字键盘	设定将光谱数据输出到记录仪的速度。	P.5-40
	SPC PLOT		将光谱数据输出到记录仪。	P.5-41

子菜单	命令	操作	功能	页码
SYSTEM	LOCAL	数字键盘	选择由本机控制还是由系统控制器控制。	P.5-41
	LINK ADRS	数字键盘	设定由系统控制器控制时的地址。	P.5-42
	KEY CLOSE		锁定键输入。	P.5-42
	BRIGHTNESS	数字键盘	设定显示亮度。	P.5-42
	EXT-S	数字键盘	用于与事件端子一起控制外部事件。	P.5-43
	MONIT-TIME	数字键盘	执行时间程序时控制已用时间的显示。	P.5-43
	BEEP MODE	数字键盘	设定蜂鸣器的操作。	P.5-43
MONITOR	SMPL EN	显示	显示样品池光强度。	P.5-44
	REF EN	显示	显示参照池光强度。	P.5-44
	D2 TIME	显示	显示氙灯的累计操作时间。	P.5-44
	W TIME*	显示	显示钨灯的累计操作时间。	P.5-44
	CELL TEMP	显示	显示温度调节池的监视温度。	P.5-44

* 仅在 SPD-20AV 中使用 W（钨）灯。

* 表头中的操作表示下面描述的操作类型。

显示 : 检查监视。

 : 按  激活功能。

数字键盘 : 按  -  输入值，然后按  接受该值。

5.5.2 显示辅助功能屏幕

- 1

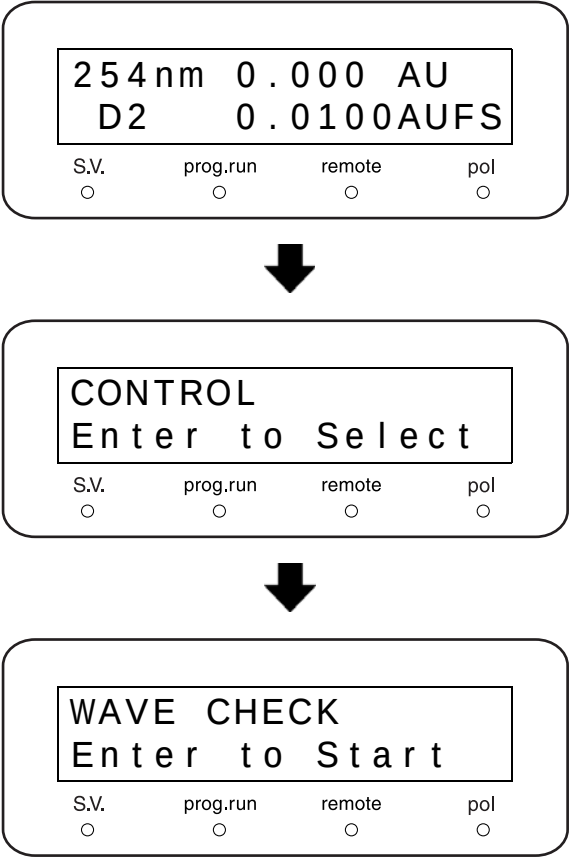
按 **CE**。
出现初始屏幕。
- 2

重复按 **func**。
辅助功能组按 [PARAMETER]、[CONTROL]、
[SYSTEM] 和 [MONITOR] 的顺序进行变更。
- 3

选择所需的组并按 **enter**。
出现选定组的第一项。
- 4

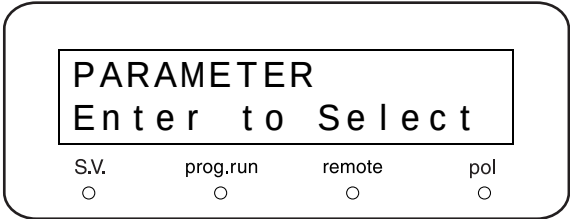
重复按 **func** 或 **back** 移动到其他功能。
- 5

按 **CE** 显示组屏幕。
按 **CE** 返回初始屏幕。



5.5.3 参数设定组

该组用于设定检测器参数。

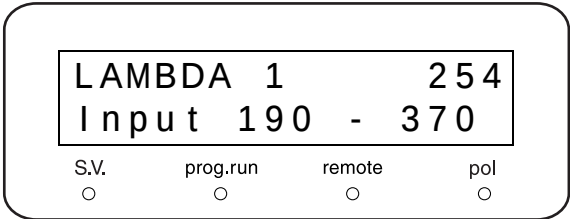


■ [LAMBDA 1]

"4.1.1 设定波长 [LAMBDA 1]" P. 4-2
通过数字键输入波长，并按 **enter**。

型号		设定范围
SPD-20A		190nm - 700nm
SPD-20AV	使用 D2 灯	190nm - 370nm
	使用 W 灯	371nm - 900nm
	当 D2 和 W 灯打开时	190nm - 900nm

* 在双波长模式中，[LAMBDA 1] 与 [LAMBDA 2] 可用的设定范围相同。

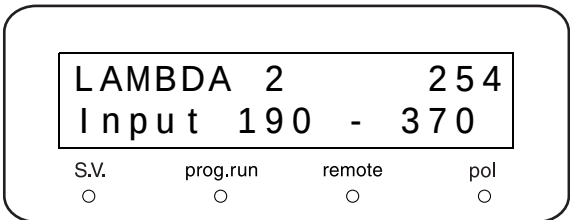


5

■ [LAMBDA 2]

设定双波长模式中通道 2 的波长。
 "5.2.2 设定通道 2 波长" P. 5-11
通过数字键输入波长，并按 **enter**。

型号		设定范围
SPD-20A		190nm - 370nm 或 371nm - 700nm
SPD-20AV	使用 D2 灯	190nm - 370nm
	使用 W 灯	371nm - 700nm 或 701nm - 900nm
	当 D2 和 W 灯都打开时	190nm - 370nm、371nm - 700nm 或 701nm - 900nm

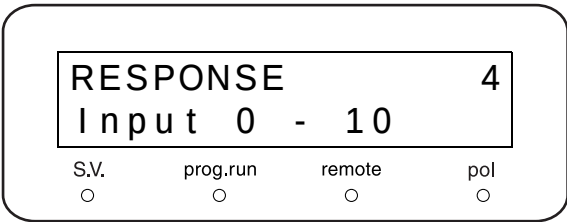


■ [RESPONSE]

 "4.1.4 设定 [RESPONSE]" P. 4-9

通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定值	模拟过滤器的对应时间常数
0	0.02sec
1	0.05sec
2	0.1sec
3	0.5sec
4	1.0sec
5	1.5sec
6	3.0sec
7	6.0sec
8	8.0sec
9	10.0sec
10	2.0sec



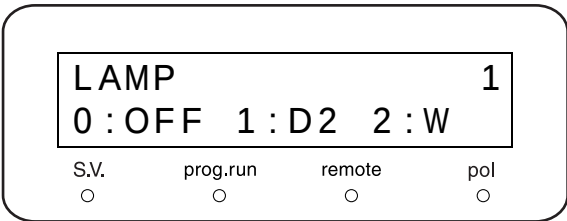
■ [LAMP]

灯开 / 关。

通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

* 仅为 SPD-20AV 设定下面的值 [2] 和 [3]。

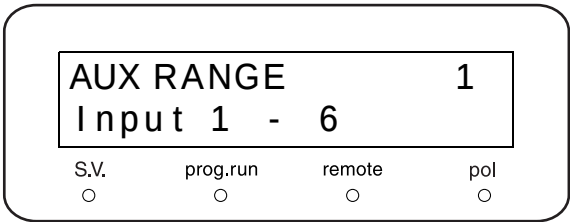
设定值	灯状态
0	关
1	氙灯开
2	钨灯开
3	氙灯开 / 钨灯开



■ [AUX RANGE]

使用 Chromatopac 作为记录仪时设定此参数。
☞ "Chromatopac 用作记录仪时：" P. 4-4
通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定值	范围
1	0.5 AU/V
2	1.0 AU/V
3	2.0 AU/V
4	4.0 AU/V
5	1.25 AU/V
6	2.5 AU/V

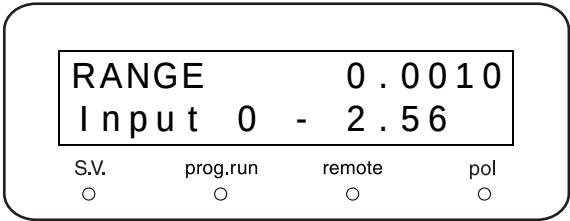


■ [RANGE]

☞ "使用条形图记录仪时：" P. 4-5
通过数字键盘选择一个范围，然后按 **enter**。

设定范围
0 - 2.5600 AU/10mV

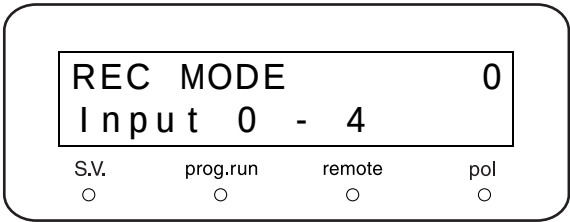
* 如果选择 [0]，则记录仪输出设定为 0mV。



■ [REC MODE]

设定 [RECORDER] 接口输出模式。
通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定值	输出模式
0	通道 1 吸光度输出
1	在双波长模式中，通道 2 吸光度输出
2	在双波长模式中，比率色谱图信号输出到 [RECORDER] 接口
3	在双波长模式中，比率色谱图信号输出到 [INTEGRATOR] 接口
4	流通池温度读取输出 (100°C/10mV)

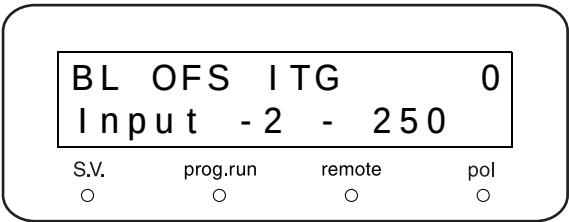


* 如果选择 [1]、[2] 或 [3]，则以单波长模式输出通道 1 吸光度。

■ [BL OFS ITG]

设定积分仪输出的基线偏移值。
按 **zero** 使用此处指定的值修正积分仪的输出。这是积分仪输出接口的偏移值。
通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

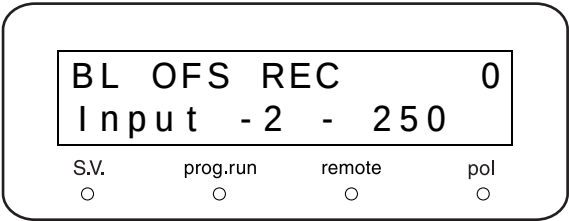
设定范围
-2 - 250mV



■ [BL OFS REC]

设定记录仪输出的基线偏移值。
按 **zero** 使用此处指定的值修正记录仪的输出。这是记录仪输出接口的偏移值。
通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

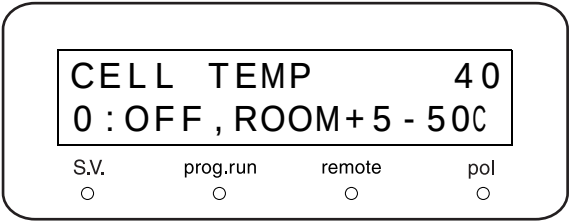
设定范围
-2 - 250mV



■ [CELL TEMP]

设定温度控制的流通池的温度。
通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定范围 (°C)
0: 温度调节关 9 至 50



* 温度设定最低可以设定为 9 (°C)，但应将其设定为至少高于室温 5 (°C) 的温度。如果将其设定为其他温度，可能导致 [LOW SET TEMP] 错误。

■ [EVENT]

设定仪器后部的 EVENT 输出端子访问的继电器 ON（关闭）/ OFF（打开）。

输入值并按 **(enter)**。

设定值	EVENT1	EVENT2
0	OFF	OFF
1	ON	OFF
2	OFF	ON
12	ON	ON

 "5.9 连接外部输入 / 输出端子" P. 5-65

EVENT
0

0, 1, 2 or 12

S.V.
○
prog.run
○
remote
○
pol
○

■ [RT RNG]

设定比率色谱图的全量程输出。

设定范围：[2-10000]。

通过数字键盘选择一个值，然后按 **(enter)**。

 "设定 [RT RNG]（比率范围）" P. 5-14

RT RNG
10

Input 2 - 10000

S.V.
○
prog.run
○
remote
○
pol
○

■ [RT THR]

设定比率色谱图的阈值级别。

仅当两个波长的吸光度信号都超过此值时，才输出比率色谱图。

设定范围：0.0001-1.0(AU)。

通过数字键盘选择一个值，然后按 **(enter)**。

 "设定 [RT THR]（比率阈值）" P. 5-15

RT THR
0.0001

Input 0.0001 - 1

S.V.
○
prog.run
○
remote
○
pol
○

■ [SV LEVEL]

设定切换溶剂循环阀的阈值级别。

当波长的吸光度信号超过此值时，将溶剂循环阀切换到排液（废液）位置。

设定范围：0-1 AU，步长为 0.0001。

• 如果未使用溶剂循环阀，或将该阀永久设定为循环位置，则将此功能设定为 [0]。

• 要将该阀永久设定为废液位置，则设定 [1]。

通过数字键盘选择一个值，然后按 **(enter)**。

SV LEVEL
0.0000

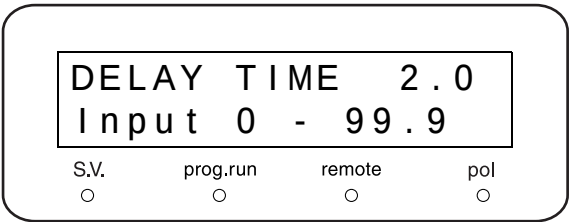
Input 0 - 1

S.V.
○
prog.run
○
remote
○
pol
○

5. 应用操作

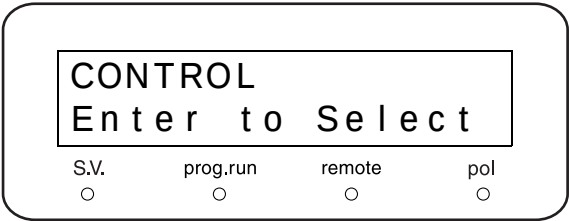
■ [DELAY TIME]

这设定了当吸光度信号降至 [SV LEVEL] 以下时，溶剂循环阀切换回循环位置的延迟时间。
设定范围：0-99.9 （秒）。



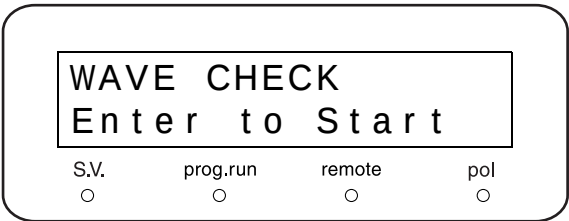
5.5.4 控制设定组

这是用于系统控制的组。

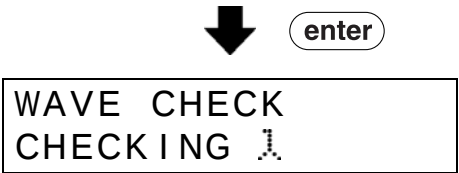


■ [WAVE CHECK]

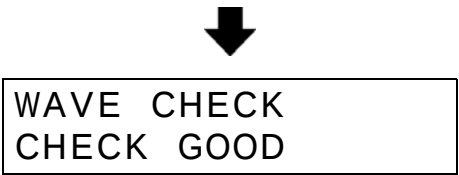
1 当显示 [WAVE CHECK] 时按 **enter** 以启动波长准确度检查。



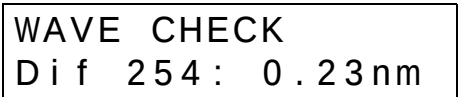
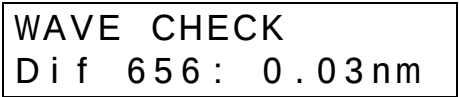
2 检查过程中出现右面的显示。



3 如果波长准确度在规定的范围内，则出现右面显示的信息。



右面的屏幕表明，D2 灯 656nm 发射谱线时的准确度为 0.03nm，Hg 灯 254nm 发射谱线时的准确度为 0.23nm。



如果检查波长后发现波长不准确，则显示右面的屏幕。在这种情况下，请使用 [WAVE CALIB] 功能校正波长。



CHECK NO GOOD （波长检查失败） [P.6-6](#)

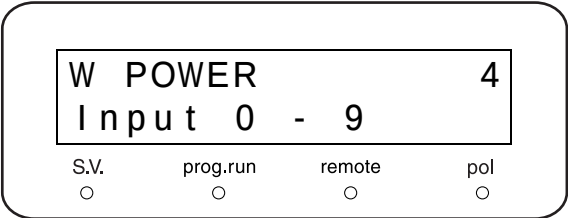
注意

[WAVE CHECK] 在双波长模式中无效。

■ [W POWER]

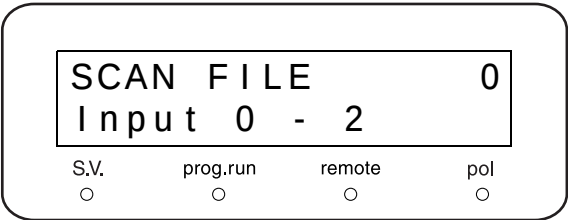
此功能调节钨灯的强度，仅适用于 SPD-20AV。
范围为 0-9（9 为最大强度）。

 "设定亮度" P. 8-17



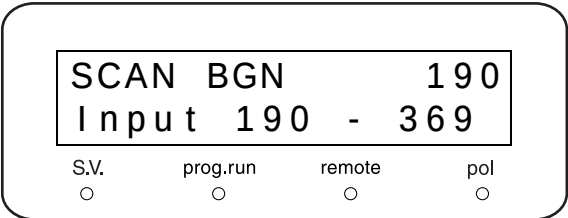
■ [SCAN FILE]

设定要存储扫描的数据的文件号。通过数字键盘选择一个数字 (0-2)，然后按 **enter**。



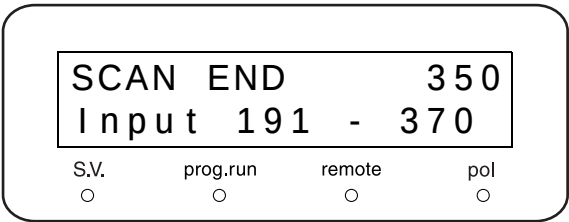
■ [SCAN BGN]

设定扫描开始波长。
通过数字键盘选择扫描开始波长，然后按 **enter**。
* 根据 P.5-40 图表上的型号不同，底部行中显示的波长设定范围也不同。



■ [SCAN END]

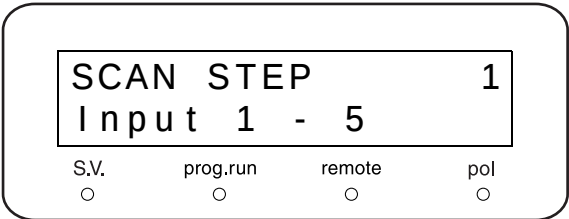
设定扫描结束波长。[SCAN END] 总是应该高于 [SCAN BGN]。
通过数字键盘选择扫描结束波长，然后按 **(enter)**。
* 根据下面图表上的型号不同，在底部行中显示的波长设定范围也有所不同。



型号		波长设定范围	
		开始波长	结束波长
SPD-20A		190 - 699nm	(开始波长 + 1) - 700nm
SPD-20AV	使用 D2 灯	190 - 369nm	(开始波长 + 1) - 370nm
	使用 W 灯	371 - 899nm	(开始波长 + 1) - 900nm
	当 D2 和 W 灯 打开时	190 - 899nm	如果开始波长小于或等于 369nm： (开始波长 + 1) - 370nm 如果开始波长为 371nm 或更长： (开始波长 + 1) - 900nm

■ [SCAN STEP]

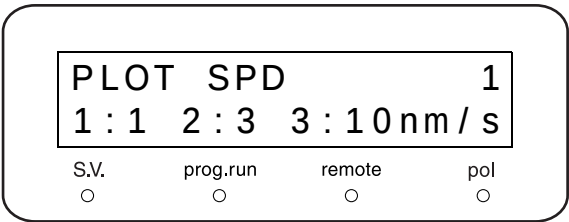
扫描步长控制波长扫描的速度。
通过数字键盘选择扫描步长，然后按 **(enter)**。
氙灯的有效设定范围为 1-5nm，钨灯为 2-5nm。
* 钨灯：仅适用于 SPD-20AV。



■ [PLOT SPD]

设定将光谱数据发送到记录仪的速度。
通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **(enter)**。

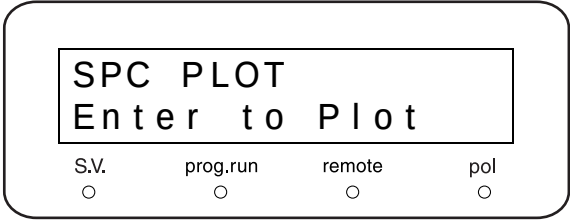
设定值	输出速度
1	1nm/sec
2	3nm/sec
3	10nm/sec



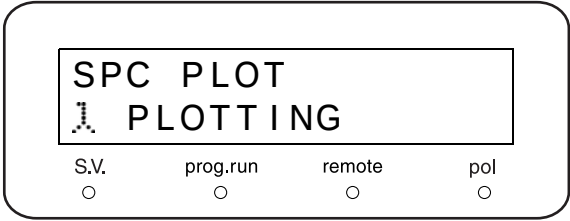
■ [SPC PLOT]

将光谱数据输出到记录仪。

1 按 **enter**。

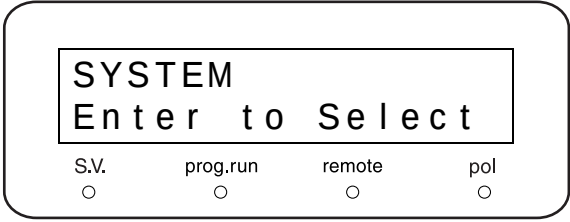


2 在数据输出过程中，出现右面的显示。
* 要停止向记录仪的输出，当屏幕如右面显示的那样时，再次按 **enter**。



5.5.5 系统设定组

这是用于系统设定的组。

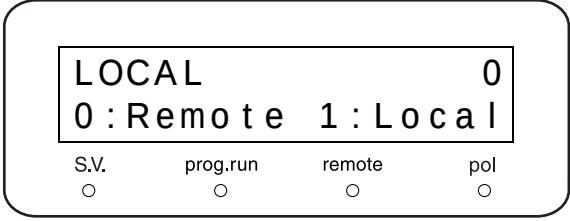


■ [LOCAL]

设定仪器是由系统控制器操作，还是当连接系统控制器后仪器独立操作。

输入所需的值，并按 **enter**。

设定值	模式	功能
0	受控制	通过系统控制器操作（初始设定）
1	本机	独立操作（处于本机模式）

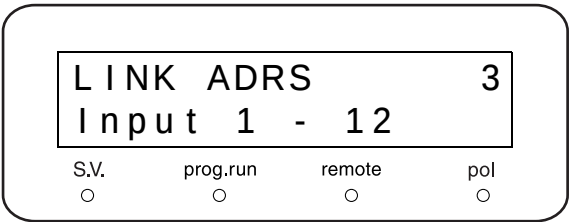


■ [LINK ADRS]

设定仪器连接到系统控制器时的地址（通道号）。

输入地址数字并按 **enter**。

 " 连接系统控制器 " P. 9-29

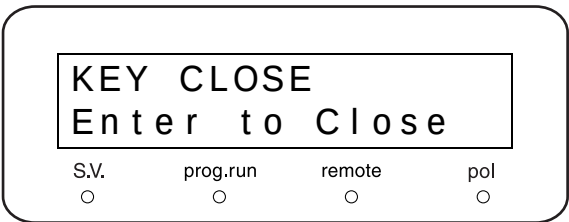


■ [KEY CLOSE]

按 **enter** 禁止键盘输入。

此后将无法进行键操作。

* 要释放此功能，在按下 **CE** 的同时按 **del**。



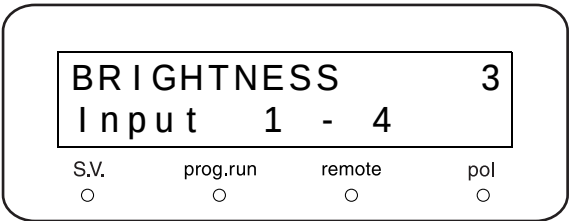
■ [BRIGHTNESS]

荧光显示对比度有四个可调节的亮度级别。

通过数字键盘选择一个设定值（亮度），然后按

enter。

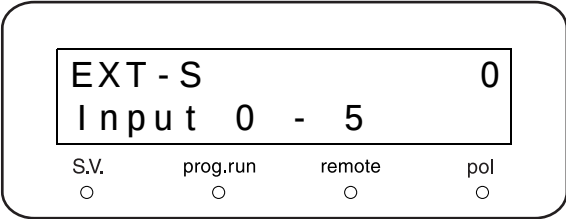
设定值	亮度级别
1	25%
2	50%
3	75%
4	100%



■ [EXT-S]

设定 [EVENT1] 和 [EVENT2] 继电器的专门控制。
通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定值	受控制模式
0	[EVENT] 输出由 [EVENT] 值控制。
1	[EVENT1] 用作时间程序开始信号。
2	[EVENT2] 用作错误输出信号。
3	[EVENT1] 用作时间程序开始信号， [EVENT2] 用作错误输出信号。
4	[EVENT1] 用作扫描开始信号。检测器扫描 时， [EVENT1] 关闭。
5	[EVENT2] 用作错误输出信号， [EVENT1] 用作扫描开始信号。

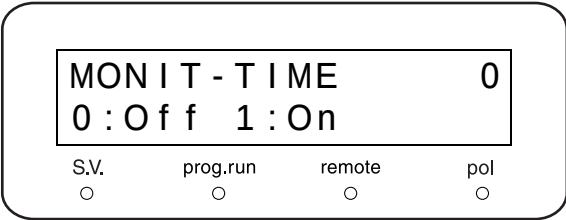


"5.9 连接外部输入 / 输出端子 " P. 5-65

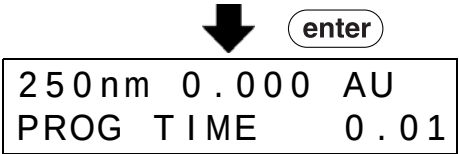
■ [MONIT-TIME]

显示时间程序的已用时间。
通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定值	功能
0	取消显示已用时间
1	启用显示已用时间



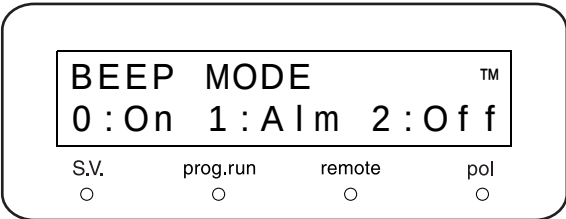
启用此功能时，出现的显示如右图所示。



■ [BEEP MODE]

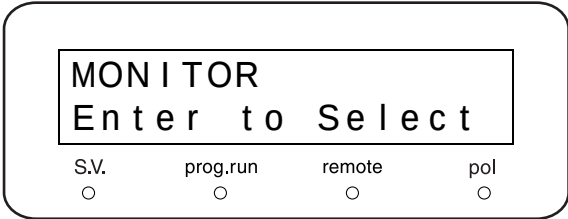
设定蜂鸣器的操作。
输入设定值并按 **enter**。

设定值	功能
0	发生错误时发出报警音并且启用按键输入音。 (缺省值)
1	仅在发生错误时发出报警音。关闭按键输入音。
2	关闭所有声音。



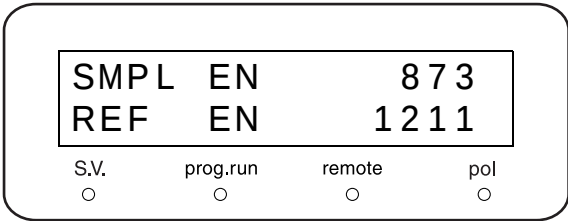
5.5.6 监视显示组

这是用于监视设定的组。



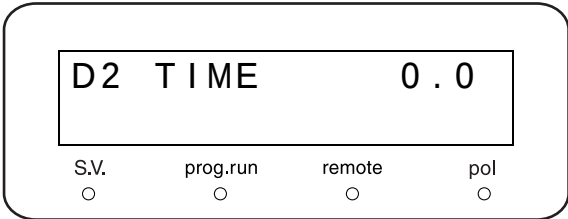
■ [SMPL EN, REF EN]

显示参比池及样品池的能量。（单位：mV）



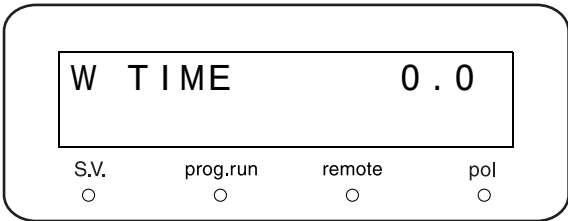
■ [D2 TIME]

显示氙灯累计操作时间。（单位：小时）



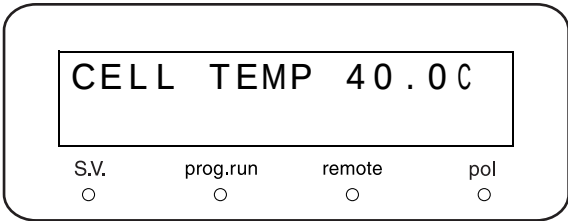
■ [W TIME]

显示钨灯累计操作时间。（单位：小时）（仅适用于 SPD-20AV。）



■ [CELL TEMP]

显示温度控制的流通池的温度。（单位：℃）



5.6 VP 功能

VP 功能通过检查功能或显示仪器信息来支持对仪器的认证。
VP 功能有四组：产品信息、维护信息、有效性支持和校正支持。

5.6.1 VP 功能列表

下表列出了 VP 功能。
 "5.1.3 VP 功能屏幕 " P. 5-7

■ 产品信息组

命令	操作	功能	页码
SERIAL NUMBER	显示	显示仪器序列号	P.5-48
S/W ID :V *. **	显示	显示仪器名称和 ROM 版本	P.5-48

■ 维护信息组

命令	操作	功能	页码
TOTAL OP TIME	显示	显示仪器的累计操作时间。	P.5-48
D2 LAMP USED	显示	显示氙灯的操作时间和更换报警时间	P.5-49
W LAMP USED	显示	显示钨灯的操作时间和更换报警时间	P.5-49
PART REPLACEMENT	数字键盘	维护部件更换记录	P.5-49
MAINTENANCE LOG	显示	显示维护记录	P.5-49
OPERATION LOG	显示	显示操作记录	P.5-50
ERROR LOG	显示	显示错误记录	P.5-50

■ 有效性支持组

命令	操作	功能	页码
DATE YY-MM-DD	数字键盘	显示 / 设定日期	P.5-51
TIME HH:MM:SS	数字键盘	显示 / 设定时间	P.5-51
AUTO CHECK		运行内存、波长准确度和光强度的自动检查	P.5-51
LEAK SENSOR TEST		运行漏液传感器检查	P.5-52

* 表头中的操作表示下面描述的操作类型。
显示 : 检查监视。
 : 按  激活功能。
数字键盘 : 按  -  输入值, 然后按  接受该值。

■ 校正支持组

命令	操作	功能	页码
Input PASSWORD *1	数字键盘	用于输入密码	P.5-53
WAVE CALIB	enter	用于执行波长校正	P.5-53
D2 TIME	数字键盘	用于输入 D2 灯更换报警时间	P.5-53
D2 ENERGY	数字键盘	用于输入 D2 灯更换的报警能量值	P.5-54
W TIME	数字键盘	用于输入 W 灯更换报警时间	P.5-54
W ENERGY	数字键盘	用于输入 W 灯更换的报警能量值	P.5-54
ABS CALIB	enter	用于吸光度校正 （使用 [ABS COMP] 设定吸光度补偿系数）	P.5-54
ABS COMP	数字键盘	用于输入吸光度校正系数	P.5-55
LINEAR CALIB	数字键盘	用于线性补偿	P.5-55
LEAK CALIB	enter	用于漏液传感器最初校正	P.5-55
LEAK THR	数字键盘	用于输入漏液传感器实际阈值	P.5-55
RNG DISP MODE	数字键盘	用于设定最初显示的吸光度全量程	P.5-55
OP MODE	数字键盘	用于设定操作模式	P.5-56
INITIALIZE PARAM	enter	用于初始化参数	P.5-56
CHANGE PASSWORD	enter	用于更改密码	P.5-56
CBM PARAMETER	数字键盘 enter	用于显示和设定 CBM 参数 当于 CBM-20A 进行链接时显示	P.5-57

*1 如果密码输入不正确，则不能访问 “校正支持组” 中的功能，即使按 **func** 亦然。

* 表头中的操作表示下面描述的操作类型。
显示 : 检查监视。
enter : 按 **enter** 激活功能。
数字键盘 : 按 **-** - **9** 输入值，然后按 **enter** 接受该值。

5.6.2 显示 VP 功能

- 1

按 **CE**。
出现初始屏幕。
- 2

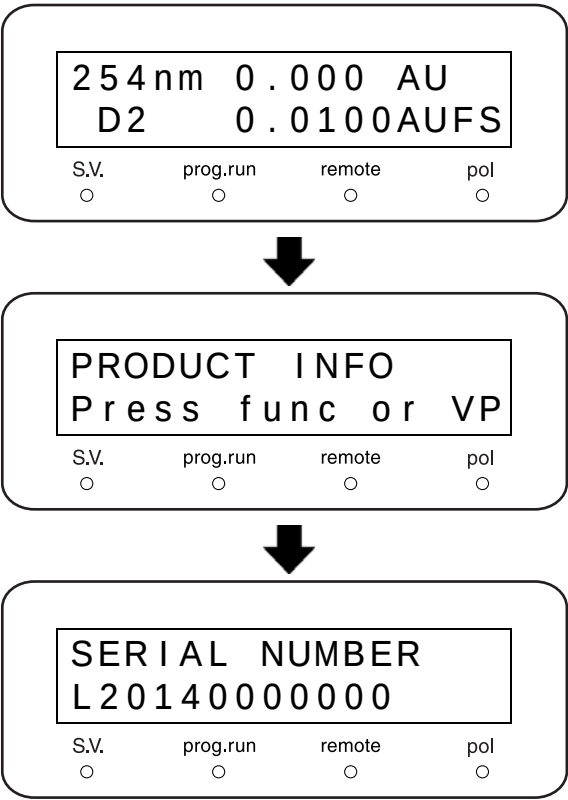
按 **VP** 选择所需的组。
- 3

重复按 **func** 直到出现所需的功能。
* 要返回上一屏幕，按 **back**。
- 4

遵循选定功能的进一步说明。
- 5

要选择另一 VP 功能组，重复按 **VP**。
要选择所需的功能，重复按 **func** 或 **back**。
- 6

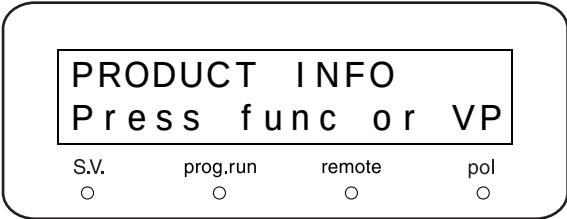
要返回组的标题屏幕，在该功能内按 **CE**。
要返回初始屏幕，再次按 **CE**。



5

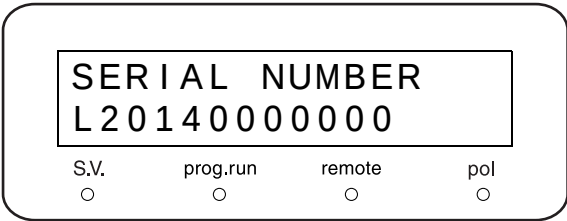
5.6.3 产品信息组

本组提供了关于仪器的信息。



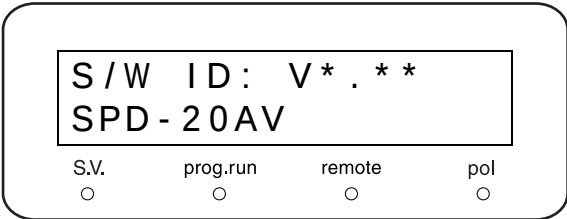
■ [SERIAL NUMBER]

显示此仪器的序列号。



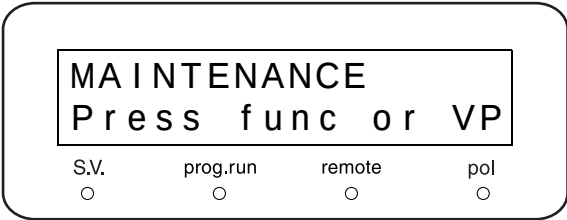
■ [S/W ID]

显示软件名称（与型号名相同）和版本。



5.6.4 维护信息组

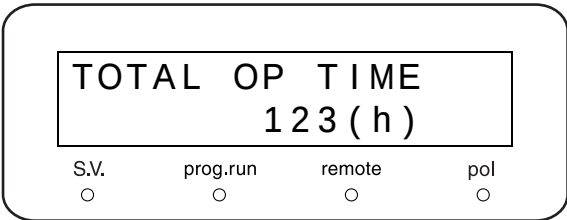
本组提供了维护相关的信息。



■ [TOTAL OP TIME]

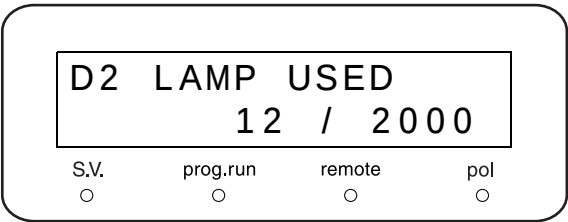
显示此仪器的总操作时间。

* 右侧的示例表明操作时间为 123 小时。



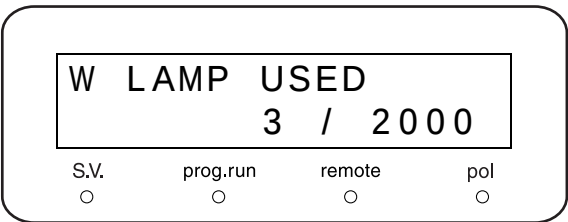
■ [D2 LAMP USED]

显示氙灯的累计操作时间和更换报警时间。
更换氙灯时，请访问此项并按 **0** 和 **enter** 将操作时间重设为零（将在维护记录中输入更换记录）。
* 右侧的示例显示操作时间为 12 小时，更换报警时间为 2000 小时。



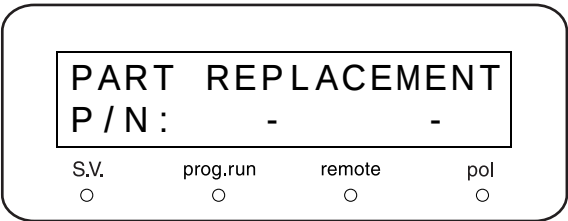
■ [W LAMP USED]

显示钨灯的累计操作时间和更换报警时间。仅在 SPD-20AV 中显示此项。
更换钨灯时，请访问此项并按 **0** 和 **enter** 将操作时间重设为零（将在维护记录中输入更换记录）。
* 右侧的示例显示操作时间为 3 小时，更换报警时间为 2000 小时。



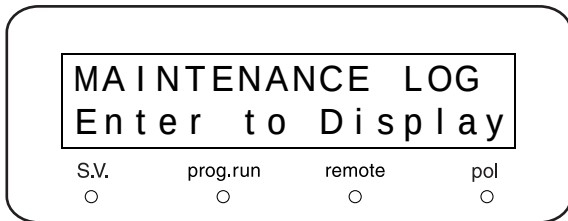
■ [PART REPLACEMENT]

输入更换的部件号。
在维护记录中记录部件号。
* 通常由岛津办事处工作人员输入。

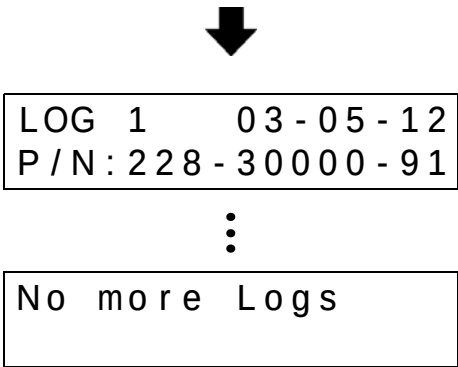


■ [MAINTENANCE LOG]

显示维护记录，其中包括最近的部件更换记录（部件号和日期，最多 10 项）。
重复按 **enter** 按顺序显示记录 1 到 10，并返回标题屏幕。



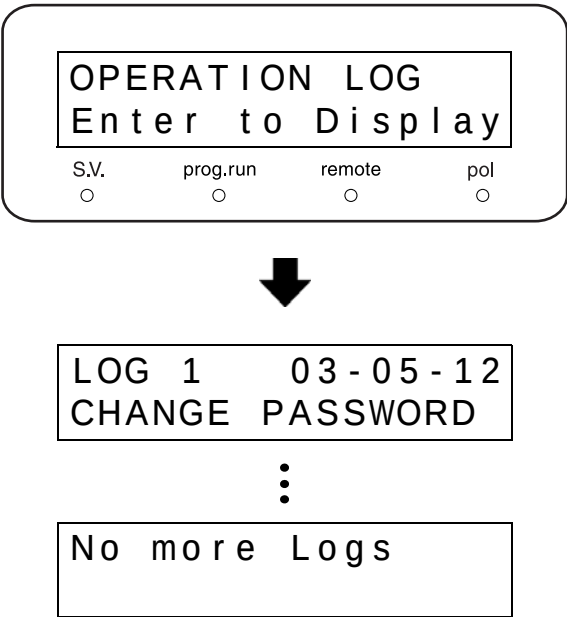
在右侧的示例中，Log1 表明于 2003 年 5 月 12 日更换了部件号为 228-30000-91 的部件。



如果少于 10 个记录，屏幕显示的信息如右图所示。
按 **CE** 返回标题屏幕。

■ [OPERATION LOG]

显示操作记录，其中包括最近的密码更改、参数初始化等（最多 10 项）。
重复按 **(enter)** 按顺序显示记录 1 到 10，并返回标题屏幕。

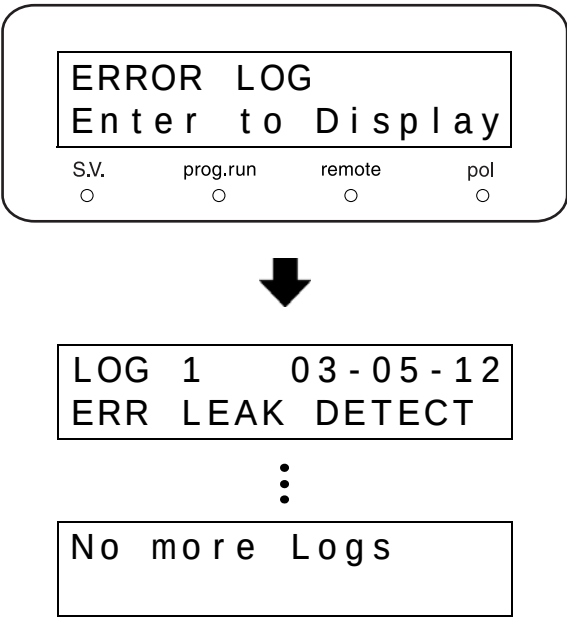


在右侧的示例中，Log1 表明于 2003 年 5 月 12 日更改了密码。

如果少于 10 个记录，屏幕显示的信息如右图所示。
按 **(CE)** 返回标题屏幕。

■ [ERROR LOG]

显示错误记录，其中包括最近的错误（最多 10 项）及其发生日期。
重复按 **(enter)** 按顺序显示记录 1 到 10，并返回标题屏幕。

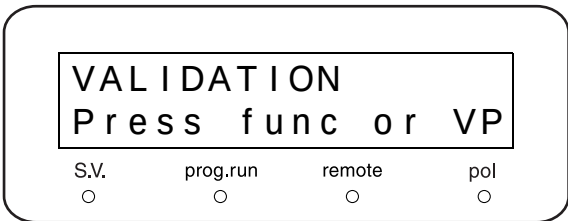


在右侧的示例中，Log1 表明 2003 年 5 月 12 日发生了漏液检测错误。

如果少于 10 个记录，屏幕显示的信息如右图所示。
按 **(CE)** 返回标题屏幕。

5.6.5 有效性支持组

本组检查仪器是否运行正常。

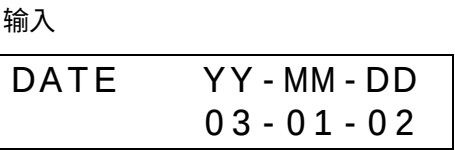
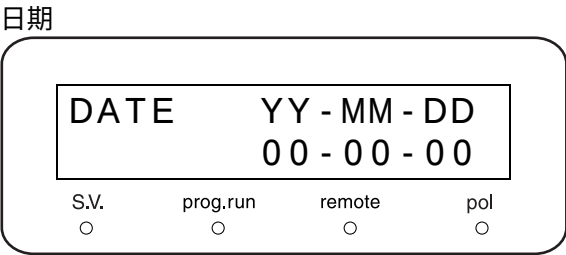


■ [DATE]

显示 / 输入日期。
但是在电源关闭后，将返回为初始值 [00-00-00]。
系统控制器控制仪器时，在连接时发送日期，且日期不能更改。

示例：设定 2003 年 1 月 2 日。

- 1
- 以两位数字输入年、月和日。
- 2
- 按 **enter**。

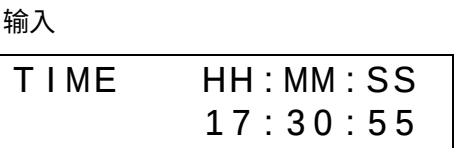
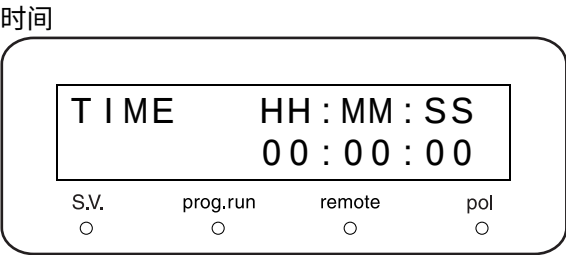


■ [TIME]

显示 / 输入时间。
但是在电源关闭后，将返回为初始值 [00:00:00]。
系统控制器控制仪器时，在连接时发送时间，且时间不能更改。

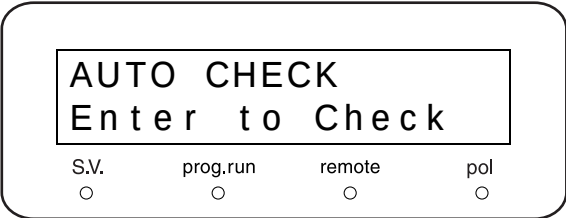
示例：设定 5:30:55 p.m.。

- 1
- 以两位数字输入小时、分和秒。
显示采用 24 小时制。
- 2
- 按 **enter**。



■ [AUTO CHECK]

- 1
- 按 **enter**。
连续进行下列检查：
 - 内存检查
 - 波长准确度检查
 - 光强度检查在每一检查完成后显示检查结果。



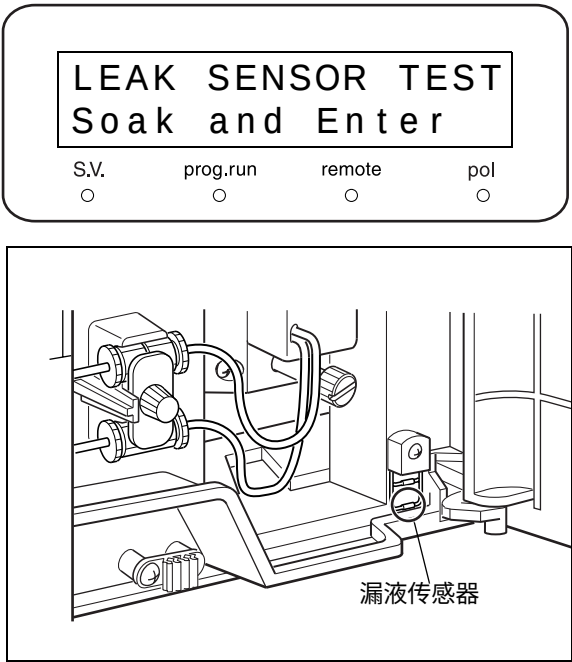
- 2
- 按 **CE** 清除结果显示。



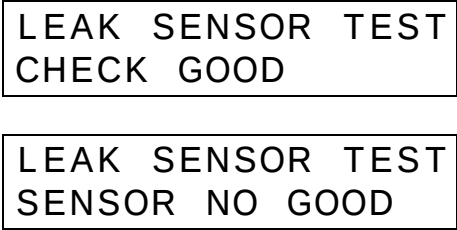
■ [LEAK SENSOR TEST]

进行漏液传感器的操作测试。

- 1 用充满水的注射器弄湿漏液传感器底部的温度感应器。
- 2 等待大约 10 秒钟。然后按 **enter**。



如果传感器检测到漏液，会显示 [GOOD]。否则，显示为 [SENSOR NO GOOD]。



- 3 按 **CE** 清除结果显示。

如果结果是 [SENSOR NO GOOD]，使用 “校正支持组” 中的 [LEAK CALIB] 和 [LEAK THR] 功能调节检测级别。

注意

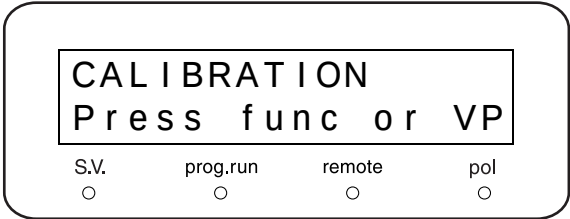
请小心不要让漏液传感器接触检测器的任何树脂部件。

5.6.6 校正支持组

本组对仪器进行校正。

注意

仪器在出厂前已经调节好。如果不是必需的情况，请不要更改这些值。

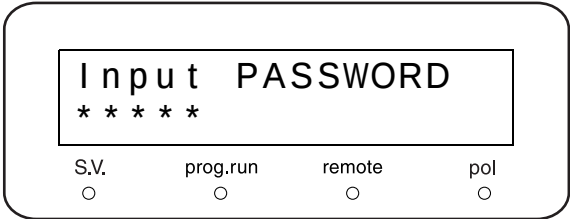


[Input PASSWORD]

系统管理员应记录下密码。
输入五个数字并按 **enter**。

* 请确保输入五个数字。缺省密码是 [00000]。

如果正确地输入密码，则出现 [WAVE CALIB] 功能（后续功能）。

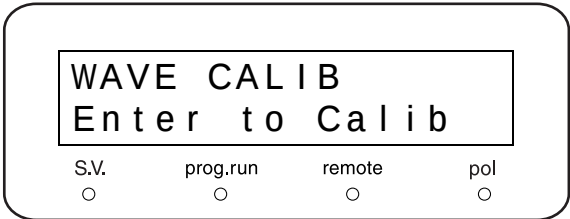


如果密码输入不正确，则不能访问后续步骤。



[WAVE CALIB]

- 1 按 **enter**。
将自动校正仪器的波长。
- 2 校正完成后，自动运行 [WAVE CHECK]（波长准确度检查），并显示结果（[GOOD] 或 [NO GOOD]）。

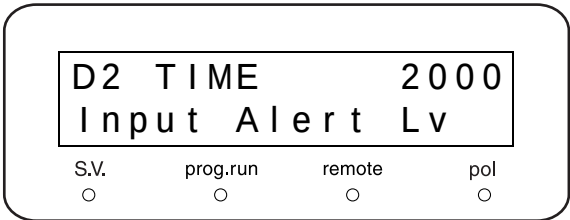


* 完成校正大约需要 90 秒，并在随后的 60 秒以内完成波长准确度检查。
 "8.6 波长准确度校正" P. 8-21

[D2 TIME]

输入氙灯的更换报警时间。使用数字键输入时间，然后按 **enter**。

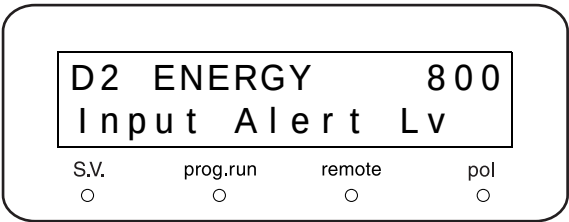
运行 [AUTO CHECK] ( P.5-51) 时，如果氙灯的操作时间超过了此处设定的值，则显示 [WARNING]。
缺省设定为 2000 小时。



■ [D2 ENERGY]

输入更换氙灯的能量报警值。特别地，设定在波长为 220nm 时，氙灯的最小可接受参照参量级别。

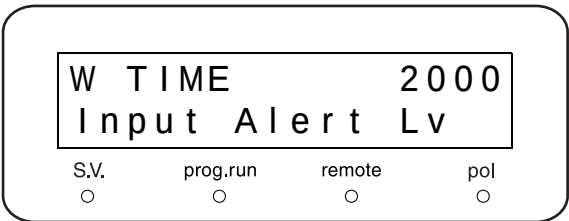
使用数字键输入值，然后按 **enter**。
运行 [AUTO CHECK] (P.5-51) 时，如果氙灯在 220nm 处的能量级别低于此处设定的值，则显示 [WARNING]。
缺省设定为 800 [mV]。



■ [W TIME]

输入钨灯的更换报警时间。
使用数字键输入时间，然后按 **enter**。

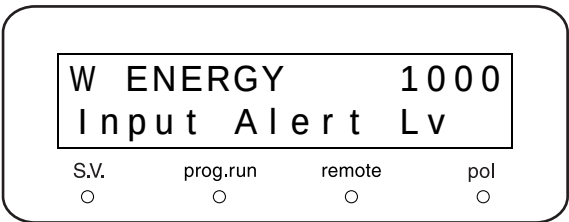
运行 [AUTO CHECK] (P.5-51) 时，如果钨灯的操作时间超过了此处设定的值，则显示 [WARNING]。
缺省设定为 2000 小时。
* 本功能仅适用于 SPD-20AV。



■ [W ENERGY]

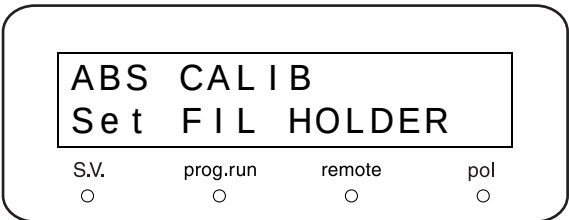
输入更换钨灯的能量报警值。特别地，设定在波长为 540nm 时，钨灯的最小可接受参照参量级别。

使用数字键输入值，然后按 **enter**。
运行 [AUTO CHECK] (P.5-51) 时，如果钨灯在 540nm 处的能量级别低于此处设定的值，则显示 [WARNING]。
缺省设定为 1000 [mV]。
* 本功能仅适用于 SPD-20AV。



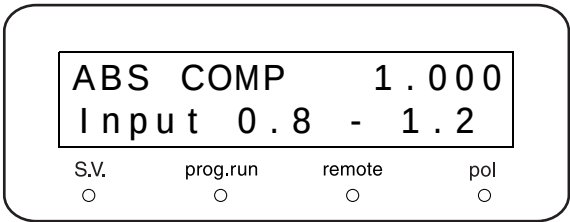
■ [ABS CALIB]

使用适当的参照过滤器，校正吸光度准确度。
"8.7 吸光度准确度校正" P. 8-23



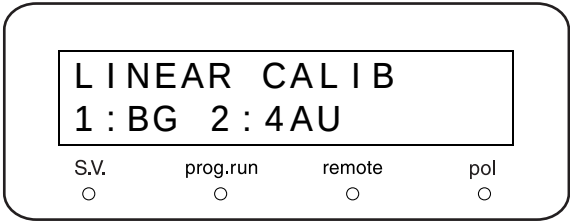
■ [ABS COMP]

输入吸光度补偿系数。
此系数补偿各种系统组件的硬件（光学系统和电子系统）中，由于不一致而导致的吸光度值的不统一。
使用数字键输入值，然后按 **(enter)**。
在仪器出厂前已输入了工厂的缺省值。



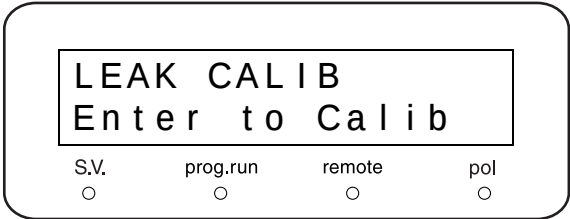
■ [LINEAR CALIB]

校正吸光度线性。
 "8.8 吸光度线性度校正 " P. 8-27



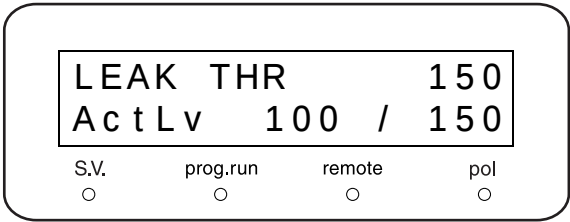
■ [LEAK CALIB]

执行漏液传感器的初次校正。
在检查并确保漏液传感器是干燥的，且它不与树脂面板壁接触之后，打开仪器电源并等待至少 3 分钟，然后再按 **(enter)**。
* 在更换漏液传感器之后：
一旦执行了此操作，请按照下一节中的指导重新调节漏液传感器性能级别设定。



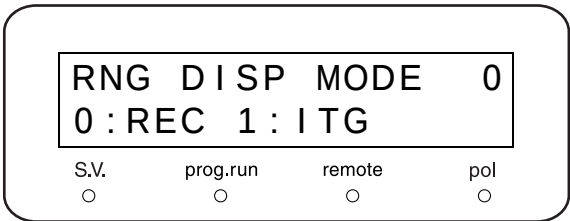
■ [LEAK THR]

输入启动漏液传感器的级别（阈值）。使用数字键输入级别，然后按 **(enter)**。设定范围为 [0-255]。
显示的最后一行中的 [ActLv] 表示漏液传感器的当前（实际）值。如果此值超过 [LEAK THR] 的设定值，传感器就会检测漏液。
在仪器出厂前已输入了工厂的缺省值。



■ [RNG DISP MODE]

指定在初始屏幕上显示的吸光度全量程是记录仪的全量程 (AUFS) 还是积分仪的全量程 (AU/V)。
按 [0] 或 [1]，然后按 **(enter)**。
缺省设定是 [0]。
• 要显示 AUFS 全量程，设定 [0]。
• 要显示 AU/V 全量程，设定 [1]。



■ [OP MODE]

根据连接的系统控制器类型选择操作模式。

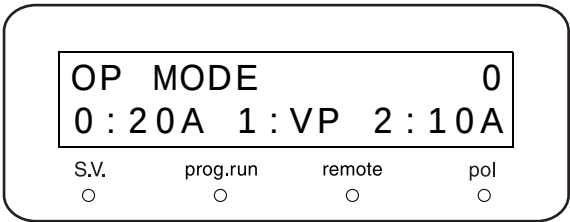
输入数字然后按 **enter**。

缺省设定是 [0]。

- 如果由 CBM-20A/20Alite 控制，则设定 [0]。
- 如果由 SCL-10Avp 控制，则设定 [1]。
- 如果由 SCL-10A 控制，则设定 [2]。

将 [OP MODE] 设定为 [1] 或 [2] 时应注意。

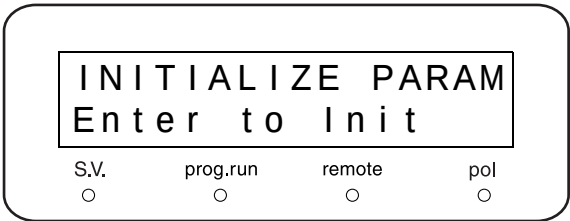
 "5.8.3 注意 " P. 5-64



■ [INITIALIZE PARAM]

初始化 [LAMBDA]（波长）和其他参数，删除时间程序。
（在操作记录中记录此操作。）

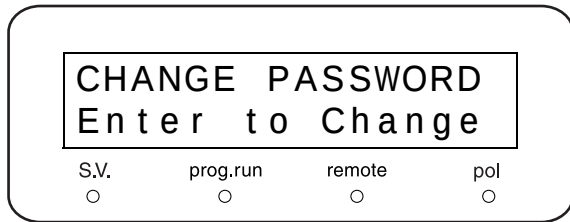
按 **enter** 开始执行。



■ [CHANGE PASSWORD]

更改密码。

1 按 **enter**。
出现输入屏幕。



2 输入新密码并按 **enter**。
密码必须由五位数组成。

New PASSWORD
TM

3 要确认，请再次输入相同的密码。

Input Again
TM

4 新密码被储存后，出现 [PASSWORD CHANGED]。

有效

Input Again
PASSWORD CHANGED

否则，出现 [PASSWORD WRONG]。在此情况下，新输入的密码未被储存。

无效

Input Again
PASSWORD WRONG

5 按 **enter** 返回标题屏幕。

注意

请将新密码记录在一个安全的位置。请不要共享密码。

■ [CBM PARAMETER]

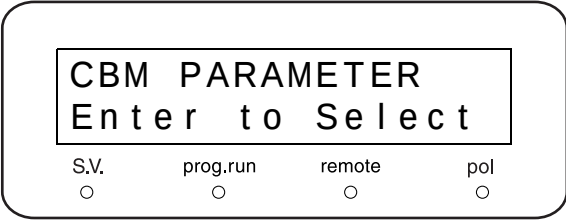
显示 / 设定用于控制仪器的 CBM-20A 参数。

按 **enter** 移动 CBM 参数

设定屏幕。

要选择所需的功能，重复按 **func** 或 **back**。

要返回到右侧的标题屏幕，按 **CE**。



注意

如果仪器没有连接到 CBM-20A 或设定为本机模式时，不显示 CBM 参数屏幕，即使按 **enter** 亦然。

CBM 参数列表

SERIAL NUMBER	显示 CBM 的序列号
S/W ID	显示 CBM 的程序版本号
INTERFACE	设定数据处理机的传输协议
ETHERNET SPEED	设定以太网的传输速度 *1
USE GATEWAY	设定缺省网关的用法 *1
IP ADDRESS	设定 CBM 的 IP 地址 *1
SUBNET MASK	设定子网掩码 *1
DEFAULT GATEWAY	设定缺省网关 *1*2
TRS MODE	选择连接 LC 工作站或 Chromatopac 时的通信目的地

*1 当 CBM-20A 方不允许更改时，仅用于显示。

*2 未使用 [Default gateway] 时不可用。

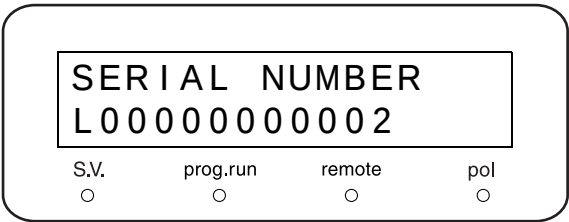
注意

CBM 重新启动后，激活每个参数。

有关各个参数的详细信息，请参考 CBM-20A 说明书。

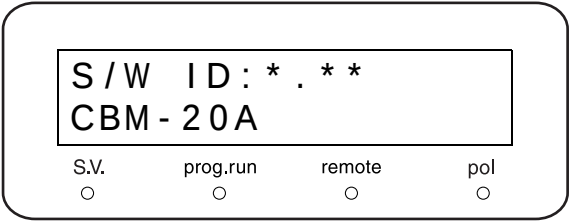
[SERIAL NUMBER]

显示控制仪器的 CBM 的序列号。
在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在底部的行中显示 CBM-20A 的序列号。



[S/W ID]

显示控制仪器的 CBM 的软件名称及版本。
在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在顶部的行中显示程序版本号，在底部的行中显示系统控制器名称。



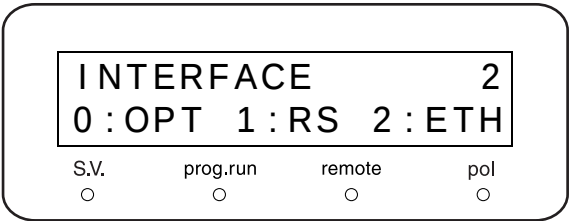
[INTERFACE]

设定从控制仪器的 CBM 到数据处理机的传输协议。

1 在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在顶部的行中显示当前设定值。

2 通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定值	传输协议
0	连接光纤线
1	连接串行传输 (RS-232C)
2	连接以太网



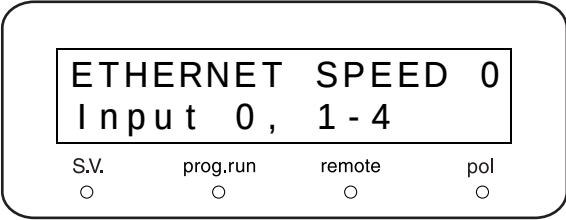
[ETHERNET SPEED]

设定控制仪器的 CBM 的以太网传输速度。

- 1
- 在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在顶部的行中显示当前设定值。

- 2
- 通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定值	传输速度
0	自动检测
1	10Mbps，半双工
2	10Mbps，全双工
3	100Mbps，半双工
4	100Mbps，全双工



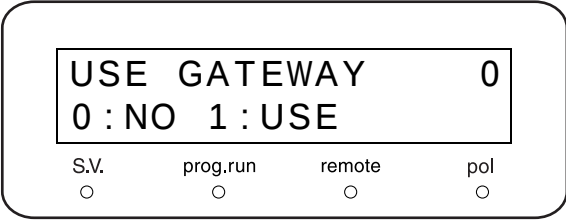
[USE GATEWAY]

设定控制仪器的 CBM 的缺省网关的用法。

- 1
- 在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在顶部的行中显示当前设定值。

- 2
- 通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

设定值	缺省网关
0	不使用
1	使用



[IP ADDRESS]

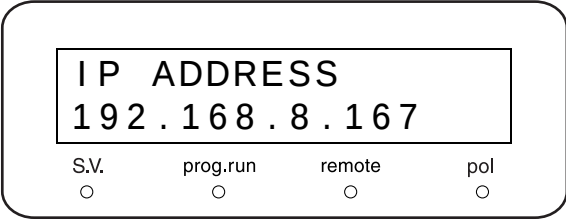
设定控制仪器的 CBM 的 IP 地址。

- 1
- 在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在底部的行中显示当前设定值。

- 2
- 通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

注意

请向网络管理员咨询应该设定何值。



[SUBNET MASK]

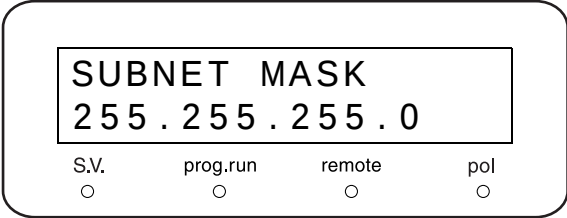
设定控制仪器的 CBM 的子网掩码。

- 1 在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在底部的行中显示当前设定值。

- 2 通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。

注意

请向网络管理员咨询应该设定何值。



[DEFAULT GATEWAY]

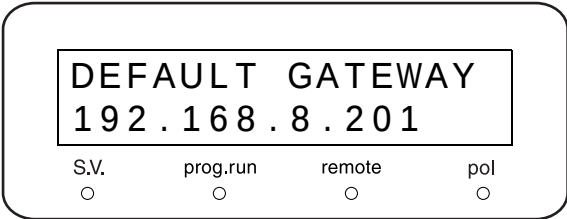
设定控制仪器的 CBM 的缺省网关。

- 1 在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在底部的行中显示当前设定值。

- 2 使用数字键盘选择所需的设定值，然后按 **enter**。

注意

请向网络管理员咨询应该设定何值。

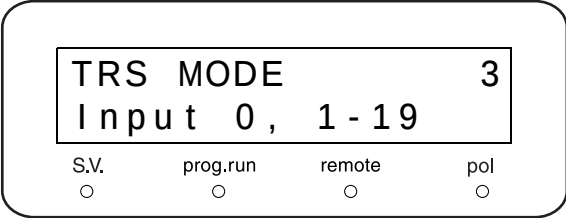


[TRS MODE]

选择当 CBM 连接 LC 工作站或 Chromatopac 时的通信目的地。

1 在 [CBM PARAMETER] 屏幕上，重复按 **func** 直到显示右侧的屏幕。
在顶部的行中显示当前设定值。

2 通过数字键盘选择一个设定值，然后按 **enter**。



设定值	备注
0	在通信设定中无更改（缺省值）
1	不可用（保留）
2	连接 CLASS-VP5/6/7
3	连接 LCsolution
4 - 10	不使用（保留）
11	连接 C-R8A
12	连接 C-R7A/C-R5A
13	连接 C-R4A
14	连接 C-R6A（无 ROM 扩展板）
15	连接 C-R6A（有 ROM 扩展板）
16 - 19	不使用（保留）

5.7 通过 CBM-20A/20Alite 系统控制器控制

5.7.1 准备

要通过 CBM-20A/20Alite 系统控制器控制仪器，如下所示设定参数：

命令	设定值	参考
LOCAL	0：受控制	 "[LOCAL]" P. 5-41
ADRS	链接地址	 "[LINK ADRS]" P. 5-42
OP MODE	0：20A	 "[OP MODE]" P. 5-56

5.7.2 基本参数

可以从 CBM-20A/20Alite 执行下列设定和操作。有关详细信息，请参见 CBM-20A 说明书。

- 设定波长
- 在单波长模式和双波长模式之间切换
- 打开 / 关闭灯
- 在不同的灯（D2、W 与 D2 和 W 同时照明）之间切换（仅适用于 SPD-20AV）
- 设定积分仪的输出范围
- 设定响应
- 设定溶剂循环阀的参数
- 激活 / 取消激活池温度调节和设定温度
- 建立时间程序

5.8 通过 SCL-10Avp 或 SCL-10A 系统控制器控制

5.8.1 准备

要通过 SCL-10Avp 或 SCL-10A 系统控制器控制仪器，如下所示设定参数：

命令	设定值	参考
LOCAL	0 : 受控制	 "[LOCAL]" P. 5-41
ADRS	链接地址	 "[LINK ADRS]" P. 5-42
OP MODE	1 : VP * ¹ 2 : 10A * ²	 "[OP MODE]" P. 5-56

*1 要连接 SCL-10Avp：仪器被识别为 SPD-10Avp 或 SPD-10Avvp。

*2 要连接 SCL-10A：仪器被识别为 SPD-10A 或 SPD-10AV。

5.8.2 基本参数

可以从 SCL-10Avp 和 SCL-10A 执行下列设定和操作。有关详细信息，请参见 SCL-10Avp 和 SCL-10A 说明书。

- 设定波长
- 在单波长模式和双波长模式之间切换
- 打开 / 关闭灯
- 在不同的灯（D2 和 W）之间切换（仅适用于 SPD-20AV）
- 设定积分仪 / 记录仪的输出范围
- 设定响应
- 设定极性
- 设定光谱测量参数并执行测量
- 设定记录仪模式
- 设定比率色谱图信号输出的参数
- 设定溶剂循环阀的参数 *¹
- 建立时间程序

*¹ 可以从 SCL-10Avp 设定，但不能从 SCL-10A 设定。

5.8.3 注意

当仪器连接 SCL-10Avp 或 SCL-10A 时，仪器将以 SPD-10Avp/SPD-10AVvp 或 SPD-10A/SPD-10AV 的兼容模式工作。在此情况下，适用下列要求。

- SPD-20A 的设定波长范围和光谱测量波长范围变为 190 到 600nm。
- 不能同时打开 SPD-20AV 的 D2 灯和 W 灯 (LAMP:3)。
根据打开的灯，可以设定不同的波长范围。有关详细信息，请参见以下内容。
 "[LAMBDA 1]" P. 5-33
 "[LAMBDA 2]" P. 5-33
 "5.3.2 设定光谱测量所需的参数 " P. 5-19
- 不能将响应设定为 [0]（时间常数等于 0.02 秒）。
 "4.1.4 设定 [RESPONSE]" P. 4-9
- 从 SPD-20A/20AV 上的键盘设定流通池温度，即不能从 SCL-10Avp 也不能从 SCL-10A 设定该温度。
 "[CELL TEMP]" P. 5-36
- 不能将记录仪模式设定为 [4]（将温度调节流通池的温度输出到记录仪）。
 "[REC MODE]" P. 5-35
- 使用 [OP MODE=1/2]，系统控制器显示 SPD 的 ROM 版本和名称，如下所示。

如果 SPD 的 ROM 版本低于 3.00，则系统控制器自动向 SPD 的 ROM 版本添加 5.00。

在 SPD-20A/20AV（版本 1.02）连接到 SCL-10Avp，且 [OP MODE=1] 时，SCL-10Avp 显示 SPD-10Avp/10Avp（版本 V6.02）。

在 SPD-20A/20AV（版本 1.02）连接到 SCL-10A，且 [OP MODE=2] 时，SCL-10A 显示 SPD-10A/10AV（版本 V6.02）。

请注意 SCL-10Avp 的系统检查报告和计算机工作站记录的真实 ROM 版本和名称（例如 V1.02 和 SPD-20A/20AV）。

5.9 连接外部输入 / 输出端子

使用附带的事件电缆将事件输出设备或其他外部设备连接到外部输入 / 输出端子。
下面描述了有关端子和连线的详细信息。

 **警告**

- 在连接电缆前请关闭仪器的电源并拔下插头。
- 仅可使用指定的电缆。
- 按指定的方式连接。

否则可能会引起火灾、电击或发生故障。

5.9.1 外部输入 / 输出端子

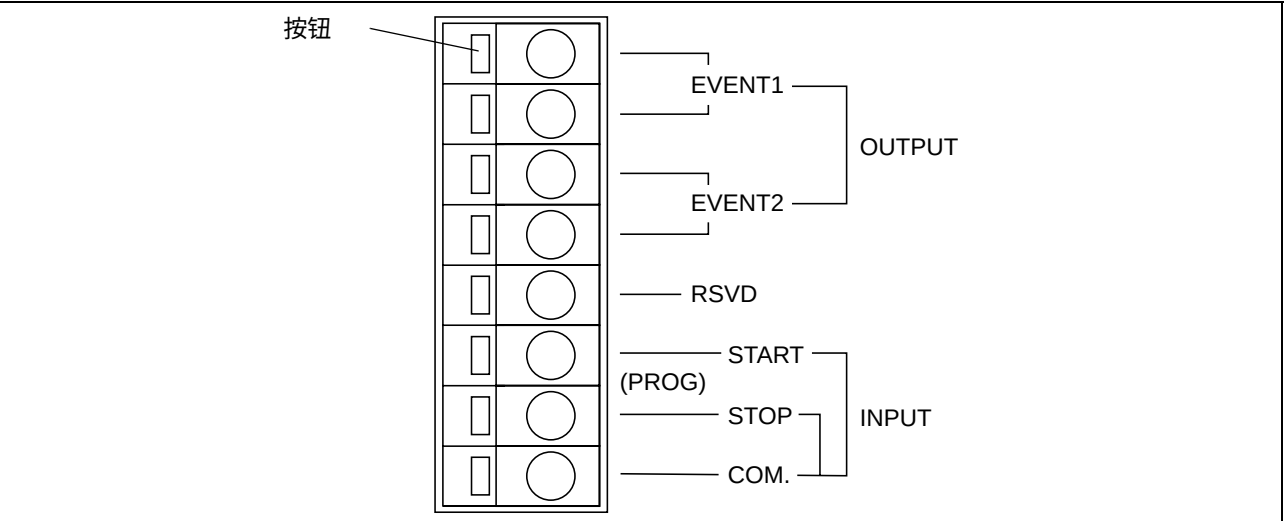


图 5.8

信号	说明	备注
EVENT1	[Event1/2] 输出端子。连接继电器，根据时间程序或辅助功能的 [EVENT] 值开关。	触点容量：30VDC/1A
EVENT2		
RSVD	不可用。请不要在此端子上进行任何连接。	
PROG.START (输入)	通过外部触点信号启动本仪器上的时间程序。 如果在时间程序正在运行时接收到开始信号，程序将在 0 分钟时再次启动程序。	这些信号通过短接输入命令端子和公共端子间的相应线对来实现。 短接 (tc) 的时长应按如下所示。 0.5 sec < tc < 10 sec
PROG.STOP (输出)	通过外部触点信号停止本仪器上的时间程序。	
COM.	公共输入端子。	

5.9.2 事件电缆的连接

- 1
- 将电缆剥开大约 10mm 长。
对于附带的事件电缆无需此操作。

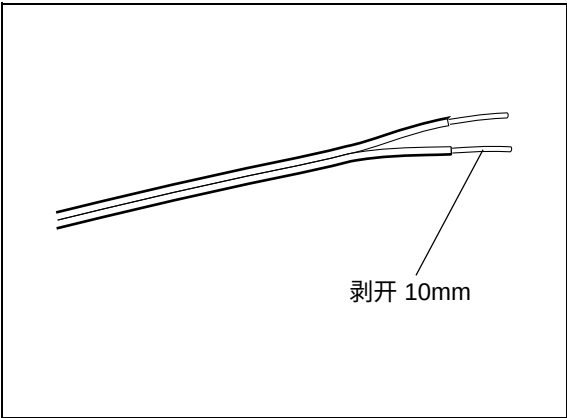


图 5.9

- 2
- 插入电缆。
当电缆是单芯线时，仅需插入电缆即可。
如果电缆由绞合线组成，将这些金属线拧紧，通过按下端子的按钮将它们插入。
拔除电缆时，通过按下端子的按钮拔除。

注意

本仪器附带一条事件电缆线。当需要两条以上的电缆时，使用以下这些电缆。

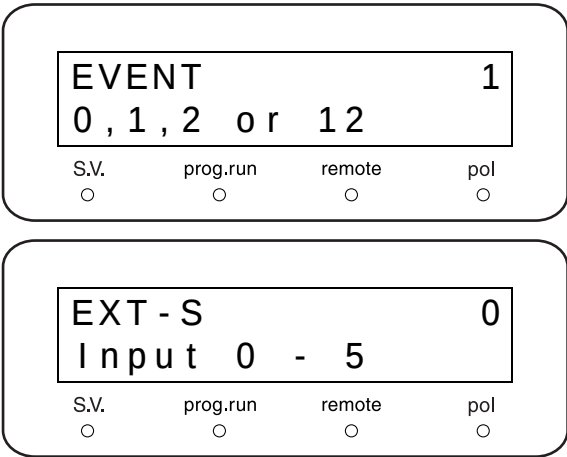
- 带有信号线的电缆： ϕ 0.4 至 ϕ 1.2 （AWG26 至 16）
- 带有绞合线的电缆： 0.3mm^2 至 1.25mm^2 （AWG22 至 16），单根线的直径大于 ϕ 0.18。

带有绞合线的电缆有助于防止连接断开。

注意

如果使用了 [EVENT1] 或 [EVENT2] 信号，应设定 [EVENT] 和 [EXT-S] 参数。

- "[EVENT]" P. 5-37
- "[EXT-S]" P. 5-43



6

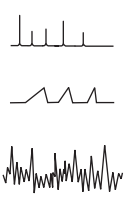
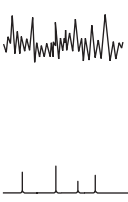
故障排除

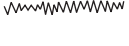
目录

6.1	故障排除和应对措施	6-2
6.2	错误信息	6-4

6.1 故障排除和应对措施

本节说明可能导致问题的原因以及要消除这些故障而采取的应对措施。有关详细步骤，请参见指定的页面。如果采取了指明的措施后问题依然没有解决，或出现的问题未包括在下面的表中，请与岛津办事处联系。

问题	可能的原因	应对措施	页码
按下电源开关后电源依然未打开。	未插好电源插头。	• 正确插入电源插头。	P.9-8
	电源线内部的电线被截断。	• 更换同一类型的新电源线。	P.1-3
	电源不符合本仪器的规格。	• 使用符合本仪器规格的电源。	P.9-6
	保险丝熔断。	• 更换保险丝。	P.8-19
[OVER] 显示吸光度值。	记录仪描笔远离源基线以下。	• 按 (zero) 。	P.4-7
记录仪基线不更改。	[RANGE] 设定为 0。	• 设定正确的 [RANGE] 值。	P.4-4
	灯没有亮。	• 设定 [LAMP] 参数为 1、2 或 3（仅 SPD-20AV）以打开灯。	P.5-34
	记录仪描笔远离源基线以下。 ([OVER] 将显示吸光度值。)	• 按 (zero) 。描笔返回到基线。	P.4-7
	电路故障。	• 更换所有故障部件。	
双波长模式中的噪音振幅是单波长模式中的 10 倍以上。	小量的波长更改会使得流动相吸光度发生非常大的更改。仪器通过使用光栅扫描检测波长，扫描光栅会对测量波长产生小的波动，对仪器波长的重现性的范围也会产生小的波动。这样会产生一些噪音。吸光度变化越大，噪音也就越大。	• 更改波长，使其每单位波长的变化对吸光度产生的变化最小。	
		• 将响应设定为一个更高的值。	
 瞬时呈尖峰 锯齿形基线持续呈尖峰	流通池中有气泡。(*1)	• 连接一个背压设备或将 0.3mm I.D. × 2m 的管路将背压输送到池出口处。	
		• 为流动相脱气。	
 每隔一次泵的冲程发生尖峰 基线不平衡	流通池中气泡原因。(*1)	• 连接一个 0.3mm I.D. × 2m 的背压管。	
		• 使用异丙醇（使用注射器注射）清洗流通池内部。	P.8-5

问题	可能的原因	应对措施	页码
 漂移  过多的噪音  膨胀	池透镜脏。(*1)	拆除池然后清洗池透镜。如果无法去除污渍，请安装新的池透镜。	P.8-8
	如果关闭泵或使用空气池时漂移停止(*2)，则说明流动相中有杂质。	检查流动相和流路，然后去除杂质。	
	如果使用空气池时仍有过多的噪音，(*2)，则说明灯强度已经降低。	使用新的灯更换。	P.8-11
 基线漂移	仪器处于强的空气流中或室温变化过大。	改变仪器的位置，或防止其有过多的变化。	
 泵冲程对应产生噪音	流动相有脉动。	使用阻尼器消除泵脉动。	

*1) 有关检查流通池中的气泡或污渍的步骤：👉 "8.2 流通池的检查和基本清洗" P. 8-4

*2) 空气池是指没有池镜和池垫圈并且十分干燥的参比池。

6.2 错误信息

仪器有几种诊断功能。如果检测到问题，会发出报警音并在显示面板上出现一条错误信息。下面列出了错误信息及其原因和应对措施。

注意

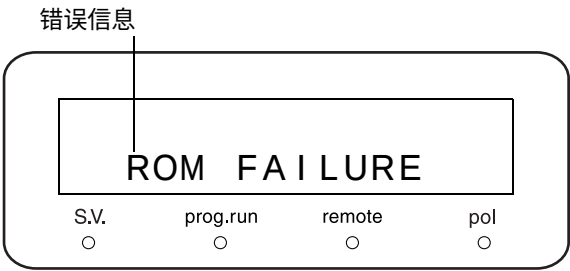
每一信息都是下面三种类型之一。
在“类型”一栏中标明类型。

- 严重：

仪器停止操作。
按 **CE** 不会清除错误信息。
- 报警：

仪器停止操作。
按 **CE** 清除错误信息。
- 警告：

仪器不停止操作。
按 **CE** 清除错误信息。



错误信息	类型	原因和措施
ROM FAILURE (ROM 错误)	严重	原因：ROM 错误（电子故障） 措施：关闭电源并联系岛津办事处。
RAM FAILURE (RAM 错误)	严重	原因：RAM 错误（电子故障） 措施：关闭电源并联系岛津办事处。
ERR GR HOME POS (光栅主位置错误)	严重	
ERR FIL HOME POS (过滤器主位置错误)	严重	原因：电机主位置传感器不能正常运行。 措施：关闭电源并与岛津办事处联系。
ERR LAMP HOME PO (灯主位置错误)	严重	
ERR EEPROM WRITE (EEPROM 写入错误)	严重	原因：发生非易失性内存 (EEPROM) 写入错误。 措施：关闭电源并与岛津办事处联系。

错误信息	类型	原因和措施
ERR OVER CURRENT (灯电流过高错误)	报警	原因：异常高的电流传输到灯。 措施：更换 D2 灯。如果更换灯后仍显示该错误，请关闭电源并与岛津办事处联系。
ERR D2 LAMP (氙灯错误)	报警	原因：氙灯或其电路有故障。 措施：更换 D2 灯。如果更换灯后仍显示该错误，请关闭电源并与岛津办事处联系。
ERR OVER HEAT (过热)	报警	原因：仪器内部温度上升到异常水平。 措施：检查以确认后部风扇可以转动，排气口和侧进气口没有被挡住。如果仍显示该错误，请关闭电源并与岛津办事处联系。
ERR LEAK DETECT (检测到漏液)	报警	原因：检测到漏液。 措施：检查并修复管路。擦净泄漏的溶剂。
NOT PROTECTED (设定值丢失错误)	报警	原因：打开电源时，未保存以前的参数和时间程序。 措施：显示此信息时按 CE 初始化参数和时间程序。生成新的设定并写入新程序。

6. 故障排除

错误信息	类型	原因和措施								
CHECK NO GOOD (波长检查失败)	报警	原因：波长差异超过 1nm。 <table><tr><th>原因</th><th>措施</th></tr><tr><td>1. 池安装不正确。</td><td> • 正确安装池 </td></tr><tr><td>2. 波长校正发生错误。</td><td> • 运行 [WAVE CALIB.]（VP 功能）校正波长，然后运行 [WAVE CHECK] 检查波长的准确度。 P.5-38, P.8-21) </td></tr><tr><td>3. 流通池中样品对紫外和可见光有很强的吸收，或者样品中的大气泡极大地限制通过流通池中氙灯发射谱线波长（656 nm 的能量）。</td><td> • 用流动相溶剂（不吸收接近 254nm 和 656nm 的光）清洗流通池。 • 用空气或氮气吹扫池内部。 </td></tr></table>	原因	措施	1. 池安装不正确。	• 正确安装池	2. 波长校正发生错误。	• 运行 [WAVE CALIB.]（VP 功能）校正波长，然后运行 [WAVE CHECK] 检查波长的准确度。 P.5-38, P.8-21)	3. 流通池中样品对紫外和可见光有很强的吸收，或者样品中的大气泡极大地限制通过流通池中氙灯发射谱线波长（656 nm 的能量）。	• 用流动相溶剂（不吸收接近 254nm 和 656nm 的光）清洗流通池。 • 用空气或氮气吹扫池内部。
原因	措施									
1. 池安装不正确。	• 正确安装池									
2. 波长校正发生错误。	• 运行 [WAVE CALIB.]（VP 功能）校正波长，然后运行 [WAVE CHECK] 检查波长的准确度。 P.5-38, P.8-21)									
3. 流通池中样品对紫外和可见光有很强的吸收，或者样品中的大气泡极大地限制通过流通池中氙灯发射谱线波长（656 nm 的能量）。	• 用流动相溶剂（不吸收接近 254nm 和 656nm 的光）清洗流通池。 • 用空气或氮气吹扫池内部。									

措施：如果进行了上述操作后运行 [WAVE CHECK] 时仍再次出现 [CHECK NO GOOD], 则关闭电源并与岛津办事处联系。

其他信息	类型	原因和措施
LAMP NOT LIT (灯不亮)	警告	原因：(zero) 或灯没有亮时按了 (mark)。 措施：设定 [LAMP] 参数为 1、2 或 3 (仅 SPD-20AV) 以打开灯。( P.5-34)
SELECT D2 SINGLE (波长检查错误)	警告	原因：[WAVE CHECK] 功能只能用于单波长模式、氙灯亮时。如果 [WAVE CHECK] 在其他任何条件下运行会显示该信息。( P.5-38) 措施：切换到单波长模式, 然后打开氙灯。

其他信息	类型	原因和措施
SET ANOTHER  (双波长模式中的波长设定错误)	警告	原因：波长超出以下在双波长模式中设定的范围。 (SPD-20A) (SPD-20AV) 190 - 370nm 190 - 370nm 371 - 700nm 371 - 700nm 701 - 900nm 措施：在可用的范围内设定波长。
KEY CLOSED (键盘关闭)	警告	原因：使用 [KEY CLOSE] 辅助功能关闭键盘后按键。 措施：按下  然后按  。键盘重新打开。
DATA NOT EXIST (空文件)	警告	原因：需要从文件中输出光谱数据，该文件不包含扫描的数据。 措施：扫描时检查文件编号设定并使用此文件。
LOW SET TEMP (温度控制流通池出现温度控制错误)	警告	原因：经过 5 分钟或以上时间的温度调节控制后，流通池温度与温度设定不符时，显示该警告。原因是流通池温度设定值太接近室温，或色谱柱柱温箱的温度高于流通池的温度。 措施：设定温度值高于室温至少 5°C。如果仍显示该警告，则将流通池温度设定到接近或高于色谱柱柱温箱温度。 如果温度设定符合上述要求而仍显示该警告，则关闭电源并与岛津办事处联系。
NO D2 LAMP (D2 灯连接断开)	警告	原因：打开 D2 灯而不识别灯时显示该警告。 措施：检查确定 D2 灯是否连接或如有必要，将其更换。 如果更换灯后仍显示该警告，则关闭电源并与岛津办事处联系。

6. 故障排除

其他信息	类型	原因和措施
NO W LAMP (W 灯连接断开)	警告	原因： 打开 W 灯而不识别灯时显示该警告。 措施： 检查确定 W 灯是否连接或如有必要，将其更换。 如果更换灯后仍显示该警告，则关闭电源并与岛津办事处联系。

7

硬件认证

本章说明了如何进行硬件认证，以认证单个组件及仪器整体的性能。

目录

7.1	硬件认证概述	7-2
7.2	硬件认证的实施	7-3
7.3	认证的注意事项	7-4
7.4	认证所需的设备	7-5
7.5	认证：检测器	7-7
7.6	系统认证	7-34
7.7	如果认证失败	7-42
7.8	参考材料	7-43

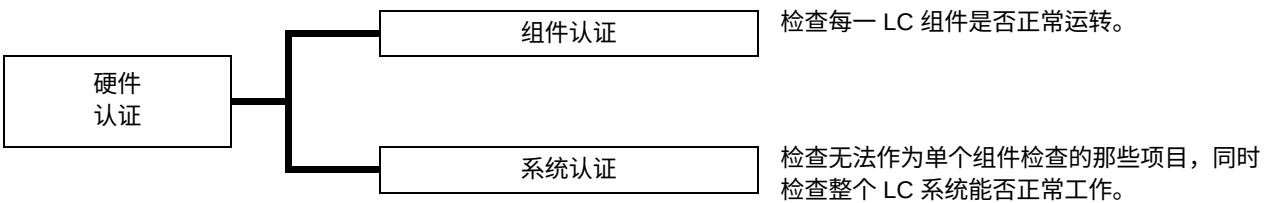
7.1 硬件认证概述

7.1.1 硬件认证

硬件认证检查 LC 系统是否运转正常，仪器是否适用于准备进行的分析。在 LC 系统安装、操作和性能鉴定过程中进行认证，此后还要定期检查。随着时间的推移，由于易损部件的磨损，LC 系统的性能会下降。因此，从系统安装时起直到系统报废时止，必须定期进行硬件认证。尽管认证的方向是与分析相关的，比如也执行方法认证和系统适用性测试，但硬件认证是这些认证或测试的前提条件。

7.1.2 硬件认证的类型

“ 高效液相色谱 ” 由泵、自动进样器、色谱柱柱温箱和检测器等 LC 组件组成。因此，硬件认证分为单个组件检查和系统整体认证两部分。



本章说明了此组件和 HPLC 系统的操作协议和标准，可以帮助用户进行认证。有关各组件操作协议的信息，请参见该组件的说明书。

7.2 硬件认证的实施

7.2.1 定期认证

在安装时以及每 6 至 12 个月（由于 LC 仪器的性能随时间推移而下降）都应该执行组件和系统认证。在硬件认证前进行维护，如更换易损部件，也十分重要。

7.2.2 日常检查

组件和 HPLC 系统的日常检查是检查维护部件的状态，以确保分析数据的高可靠性。某些项目，如色谱柱的损耗和流动相的调节，在系统适用性测试中进行检查。

7.2.3 维护时的认证

在每次维护之后，都必须重新认证组件的性能。认证类型取决于已完成的实际操作。如果不能单独按特定组件认证进行维护检查，则需要系统认证。

注意

必须记录下维护信息和硬件认证的结果以备将来参考。

7.3 认证的注意事项

7.3.1 环境

室温的突然变化，如来自供暖设备和空调出风口的气流，可能会影响仪器的性能。
应在温度波动幅度最小 ($< 2^{\circ}\text{C}$) 的室内安装设备，且远离空气流动源。

7.3.2 安装位置

要确保正确认证，安装位置至关重要。安装位置应满足下列条件：

警告

- 通风状况良好，附近没有火源
当使用易燃或有毒的溶剂作为流动相时，房间必须通风良好。当使用易燃溶剂时，室内严禁使用明火或其他火源。

小心

- 避免灰尘或腐蚀性气体
避免在有大量灰尘或腐蚀性气体的位置安装仪器，这样会影响仪器的使用寿命及性能。
- 远离强磁场
请不要将仪器安装在会生成强磁场的设备附近。如果电源线受强电噪音的干扰，可以购买使用电源保护器。
- 充足的安装台面与空间
SPD-20A/20AV 的重量是 13kg。安装过程中，要考虑与其他 LC 组件结合使用的总重量。
用于安装本仪器的实验台应是牢固的，足以支撑 LC 系统的总重量。实验台应是水平的、稳固的，深度至少 600mm。
如果不遵守这些规定，仪器可能会翻倒或掉下实验台。
如果要并排安装组件，请确保各组件之间至少相距 30 mm。
- 控制室内温度和湿度
室温应在 4 到 35°C 之间，全天温度变化不大。湿度应保持在 20-85% 之间。
- 仪器放置在房间内的适当位置
请将仪器放置在没有振动的位置，远离阳光直射，且远离热源及空调的出风口。

7.4 认证所需的设备

下面列出了硬件认证所需的设备和样品。请根据仪器的系统配置准备所需的设备和样品。

■ 测试设备

下面列出了硬件认证所需的测试设备。所用的每一测试设备都带有可追溯的证明书或检查结果。

设备	说明
温度记录仪	用于检查色谱柱柱温箱和自动进样器的样品冷却器的温度设定准确度。 必须保证温度记录仪符合检查时所要求的温度范围（0°C 到 50°C），其误差不能超过 ±1.0°C。
电阻温度计	用于检查色谱柱柱温箱内的温度准确度。 在检查时所要求的温度范围内（0°C 到 50°C），电阻温度计的误差不能超过 ±0.5°C。
热电偶	用于检查色谱柱柱温箱和自动进样器的样本冷却器的温度准确度。 在检查时所要求的温度范围内（0°C 到 50°C），热电偶的误差不能超过 ±0.6°C。
直流电压 / 电流发生器	用于 Chromatopac 的硬件认证。 直流电压 / 电流发生器必须是已通过认证的，在测试时其误差不能超过 ±0.15%。
计时表	用于检查溶液传输单元流速的准确度。 计时表必须已通过认证，在检查时其误差每 5'30" 不能超过 ±0.3 秒。
容量瓶	用于检查溶液传输单元流速的准确度。 取 5mL 的容量瓶。
电子天平	用于检查自动进样器进样体积的准确度。 天平必须经过校正，在检查时称量的精度为 0.001g。

7. 硬件认证

■ 认证所用的标准试剂

下面列出了认证所需的标准试剂。用户应该按下述规范自行准备标准试剂。

标准样品	部件号	说明
咖啡因组 (5 种浓度)	228-45725-91	用于检查紫外 - 可见光检测器和光电二极管阵列检测器的吸光度线性。 也检查带有紫外 - 可见光检测器或光电二极管阵列检测器的系统的系统重现性。
咖啡因 (250mg/L)	228-45725-06	用于检查带有示差折光检测器的系统的系统重现性，检查自动进样器的交叉污染，检查梯度系统的梯度浓度准确度。
萘 (60mg/L)	228-32996-01	用于检查带有荧光检测器的系统的系统重现性。
甘油 (0.872mg/L)	228-32996-05	用于检查示差折光检测器的线性范围。

■ 硬件测试所需物品

下面列出了硬件认证所需的物品。请注意，除下面列出的物品之外可能还需要一些其他物品，例如自动进样器样品瓶或流动相溶液等。

器具	部件号	说明
电阻管	228-45726-91	I.D. 0.13mm × 2m + I.D. 0.8mm × 2m 用于检查溶液传输单元的流速和梯度浓度的准确度等。
注射器	046-00001 或者 046-00038-01	用于检查紫外 - 可见光检测器和光电二极管阵列检测器的吸光度线性。 此外，也用于检查示差折光检测器的线性范围。 此物品作为检测器的标准附件提供。
注射器适配器	228-15672-91	同上。
二通 1.6C	228-16004-13	用于各项检查及检测器的管路连接。 此物品作为各个组件的标准附件提供。
螺栓 PEEK	228-18565	同上。
插头	228-16006	用于检查示差折光检查器的漂移和噪音。
低压阀 Hg（水银）灯	200-38423	用于检查紫外 - 可见光光电二极管阵列检测器和荧光检测器的波长准确度。
Hg（水银）灯架	228-34170-91	用于检查紫外 - 可见光光电二极管阵列检测器的波长准确度。
	228-34478-91	用于检查荧光检测器的波长准确度。
PTFE 块组件	228-34319-91	用于检查荧光检测器的波长准确度。
色谱柱 Shim-pack VP-ODS 或者 LUNA C18(2)	228-34937-91 或者 00F-4252-E0	颗粒大小：5μm 色谱柱尺寸：I.D. 4.6mm × 长 150mm (也可以使用同等 ODS 色谱柱。) 用于系统认证。

7.5 认证：检测器

7.5.1 检查条件

下面列出了检测器的认证检查条件。

	检查条件	说明
7.5.2	初始化检查和 ROM / RAM 自检	检查以确认显示屏、LED 和传动部件工作正常，确认用于波长准确度检查的低压水银灯和氙灯发射谱线操作正常。也将运行系统内存 (ROM / RAM) 自检。
7.5.3	固件版本检查	检查固件的版本。
7.5.4	光源使用时间检查	检查光源已经使用的时间长度。
7.5.5	波长准确度检查	使用水银灯和氙灯发射谱线检查波长准确度。
7.5.6	光强度检查	检查使用中的光源强度。
7.5.7	线性范围	线性范围检查用咖啡因溶液清洗流通池，测量不同咖啡因浓度下的吸光度，并检查咖啡因吸光度值相对于浓度的线性度。
7.5.8	检查显示的吸光度值与输出电压的对比	检查显示的吸光度是否等于向数据处理机输出的信号。
7.5.9	漂移 / 噪音检查	检查漂移和噪音值是否满足评判标准。
7.5.10	漏液传感器测试	检查漏液传感器的操作。

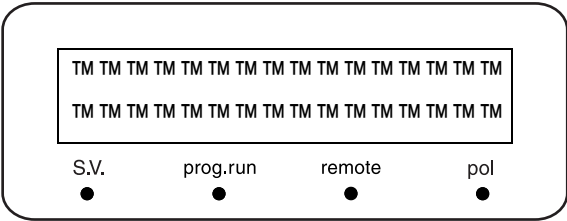
7.5.2 初始化检查和 ROM / RAM 自检

■ 目的

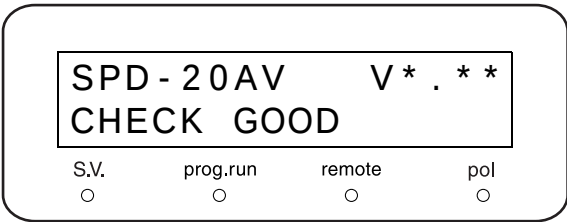
检查以确认显示屏、LED 和传动部件工作正常，确认用于波长准确度检查的低压水银灯和氙灯发射谱线操作正常。也将运行系统内存 (ROM / RAM) 自检。

■ 检查步骤

- 1 打开电源开关。
- 2 在打开电源后，立即检查以确认屏幕上的所有像素点及所有按键面板 LED 都点亮了。



3 等待初始化检查完成并显示出结果。
 "3.2 打开 / 关闭电源" P. 3-3



检查评判标准：屏幕上显示 [CHECK GOOD]。

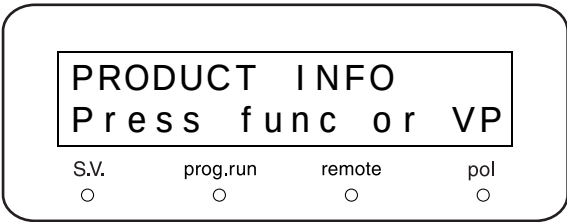
7.5.3 固件版本检查

■ 目的

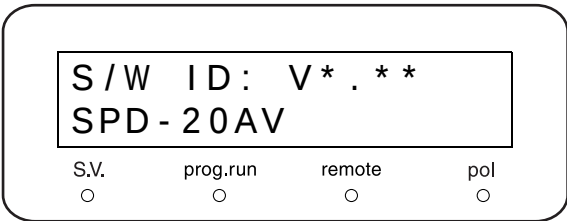
检查固件的版本。

■ 检查步骤

1 在初始屏幕上按两次 **VP**。
出现 [PRODUCT INFO]。



2 按两次 **func** 以显示版本号。
 "[S/W ID]" P. 5-48



检查评判标准： 出现版本号。
版本号与所管理的号码相同。

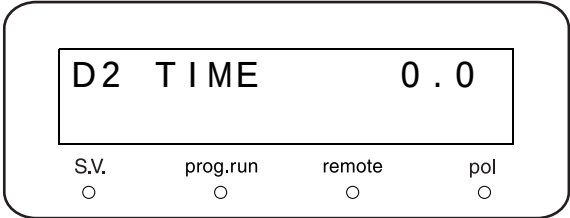
7.5.4 光源使用时间检查

■ 目的

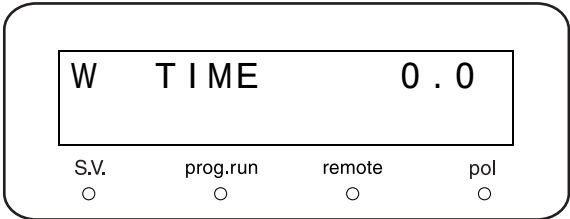
检查光源已经使用的时间。

■ 检查步骤

- 1 按 **func** 四次。
出现 [MONITOR]。
- 2 按 **enter**。
- 3 按 **func**。
出现 [D2 TIME]。（单位：小时）



- 4 如果仪器安装有 W（钨）灯（对于 SPD-20AV），再次按下 **func**。显示 [W TIME]（显示钨灯的使用时间）。（单位：小时）



检查评判标准：		
D2（氙）灯的最长使用时间：	2,000 小时以内	
W（钨）灯的最长使用时间：	2,000 小时以内	

7.5.5 波长准确度检查

目的

检验设定波长和实际波长的差异是否在规范限制内。
此项检查包括运行检测器自己的自动 [WAVE CHECK] 功能，该功能执行对水银灯的 254nm 发射谱线和氙灯的 656nm 发射谱线的分析，并分别检查 254nm ±1nm 和 656nm ±1nm 内的读数。

 "[WAVE CHECK]" P. 5-38

要手动执行此项检查： "7.8.3 手动波长准确度检查 " P. 7-45

检查所需的物品

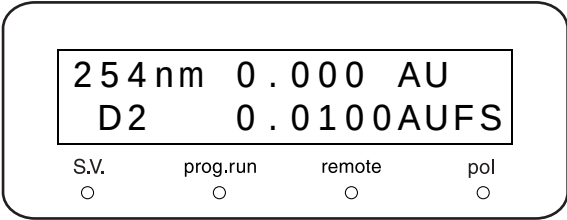
干燥流通池所需的溶剂或氮气	溶剂：蒸馏水、甲醇或乙腈。 * 如果流通池充满空气则不需要溶剂 / 氮气。
---------------	--

准备

- 用蒸馏水、甲醇或乙腈清洗流通池，或用空气或氮气吹扫，并将它完全干燥。
- 对检测器内安装的流通池运行此检查。

检查步骤

- 1 打开电源开关。
显示初始屏幕。

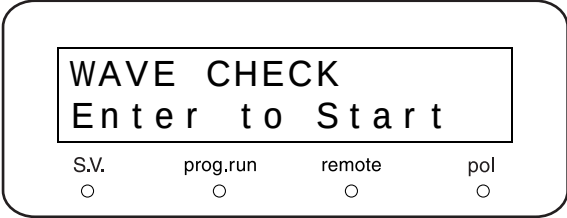


- 2 如果仪器处于双波长模式，应将它切换为单波长模式。
 "5.2.1 选择测量模式 " P. 5-11

- 3 按 **func** 两次。
出现 [CONTROL]。

- 4 按 **enter**。
出现 [WAVE CHECK] （波长准确度检查）。

- 5 按 **enter**。
自动执行波长准确度检查。



6 在检查波长准确度时，出现右图所示的屏幕。

右面的屏幕显示了 D2 灯在 656nm 发射谱线处的
波长准确度是 0.03nm，Hg 灯在 254nm 发射谱线
处的波长准确度是 0.23nm。

WAVE CHECK
CHECK GOOD

WAVE CHECK
D i f 6 5 6 : 0 . 0 3 n m

WAVE CHECK
D i f 2 5 4 : 0 . 2 3 n m

检查评判标准： 254nm 波长准确度：±1nm 以内
 656nm 波长准确度：±1nm 以内

■ 关于波长准确度测量方法

SPD-20A/20AV 使用零级光峰 (0nm) 和氘灯（D2 灯）的发射谱线 (656.1nm) 执行波长校正。仪器根据这些参
照波长进行调整以确保波长的准确度。

 ["7.8.1 自动波长校正功能：参考数据" P. 7-43](#)

7.5.6 灯强度检查

■ 目的

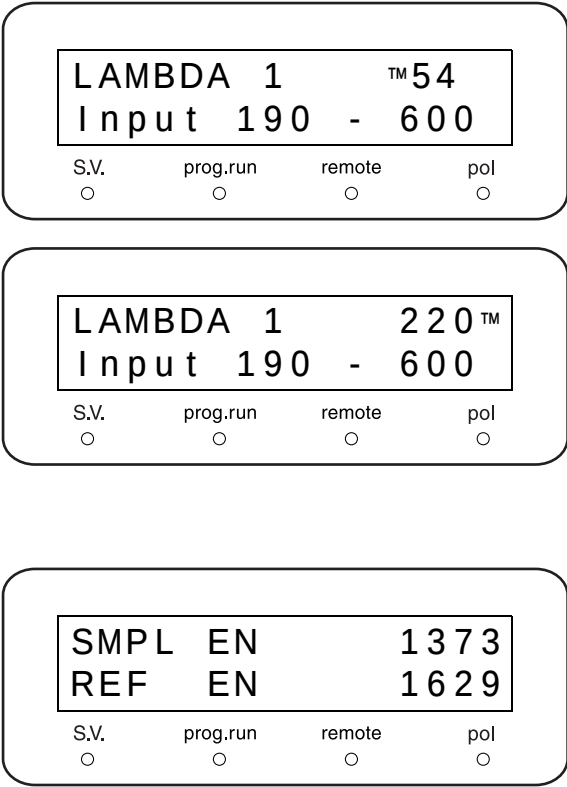
检查灯的强度是否充足。

■ 检查步骤

在完成 "7.5.5 波长准确度检查" P. 7-10 后执行此项检查。
保持流通池为安装状态。

对于 SPD-20A

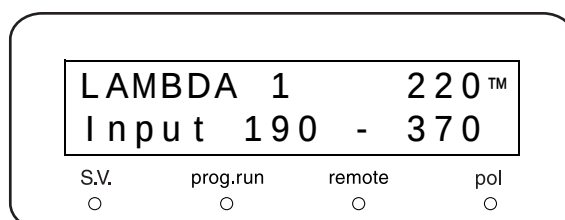
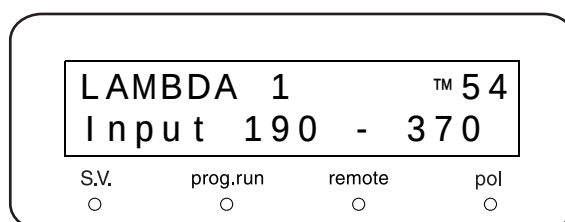
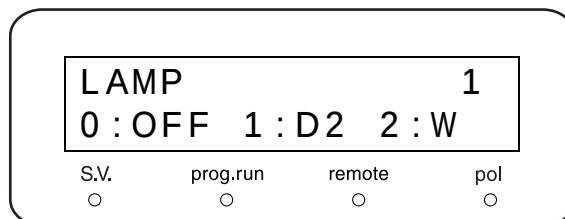
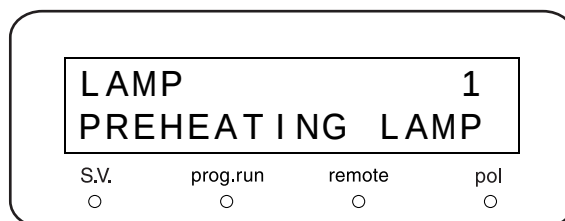
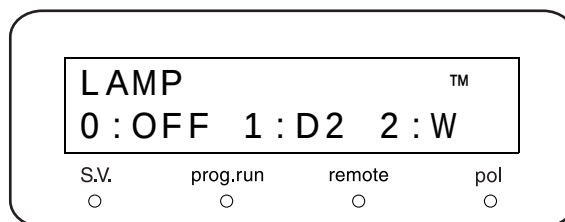
- 1 按 **func**。
出现 [PARAMETER]。
- 2 按 **enter**。
出现 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。
- 3 按 **2**、**2**、**0** 和 **enter**。
这将设定波长为 220nm。
- 4 按 **CE**。
出现 [PARAMETER]。
- 5 重复按 **func** 直到显示 [MONITOR]。
- 6 按 **enter**。
出现 [SMPL EN / REF EN]（池样品 / 参照输出级别）。
记录参照强度值（例如底线上的 [REF EN] 值）。



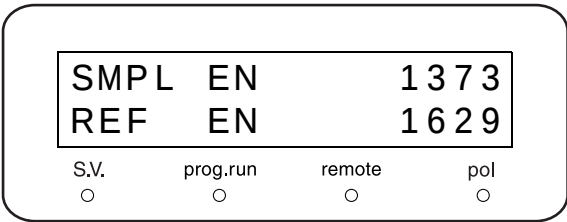
检查评判标准：220nm 处的参照强度 ≥ 400

对于 SPD-20AV

- 1 按 **func**。
出现 [PARAMETER]。
- 2 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。
- 3 重复按 **func** 直到显示 [LAMP]（灯开 / 关设定）。
- 4 按 **1**，然后按 **enter**。
这将打开 D2（氙）灯。
- 5 重复按 **back** 直到显示 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。
- 6 按 **2**、**2**、**0** 和 **enter**。
这将设定波长为 220nm。
- 7 按 **CE**。
出现 [PARAMETER]。
- 8 重复按 **func** 直到显示 [MONITOR]。



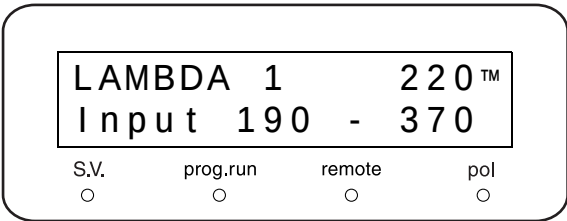
9 按 **enter**。
出现 [SMPL EN / REF EN]（池样品 / 参照输出级别）。
记录参照强度值（例如底部一行中的 [REF EN] 值）。



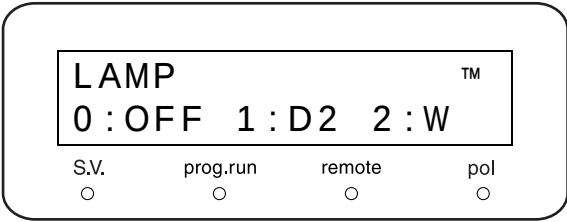
10 按 **CE**。
出现 [MONITOR]。

11 按 **func**。
出现 [PARAMETER]。

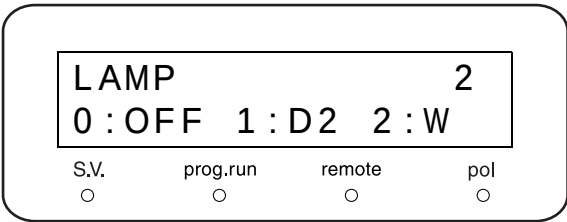
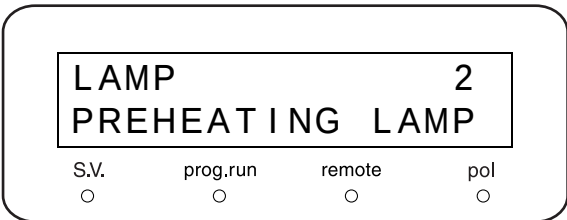
12 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。



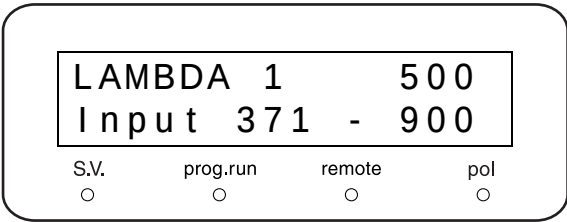
13 重复按 **func** 直到显示 [LAMP]（灯开 / 关设定）。



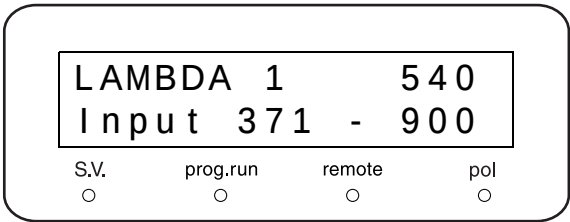
14 按 **2**，然后按 **enter**。
这将打开 W（钨）灯。



15 重复按 **back** 直到显示 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。



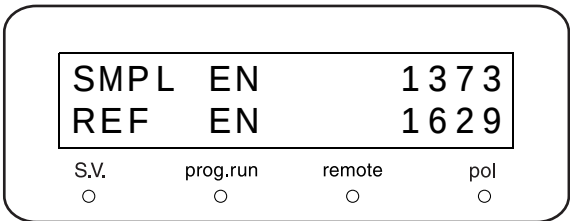
16 按 **5**、**4**、**0** 和 **enter**。
这将设定波长为 540nm。



17 按 **CE**。
出现 [PARAMETER]。

18 重复按 **func** 直到显示 [MONITOR]。

19 按 **enter**。
出现 [SMPL EN / REF EN]（池样品 / 参照输出级别）。
记录参照强度值（例如底部一行中的 [REF EN] 值）。



检查评判标准： **220nm 处的参照强度 ≥ 400**
 540nm 处的参照强度 ≥ 500

■ 定期认证的设定接受标准（管理标准）

- 随着氙灯和钨灯的老化，灯的强度会减弱，基线噪音也会逐渐增加。
- 氙灯可以超过指定的 2000 小时寿命期限继续使用，但是这要求在实际分析中，目标峰的信噪比足够大。氙灯强度的接受标准应该与要求的分析灵敏度一致。特别在不需要高灵敏度的情况下，相对较低的强度值是可以接受的，灯可以继续使用超过 2000 小时。
但是，灯的强度越低，噪音也就越大。当噪音级别较高时，灯将无法用于较小的峰。设定灯强度的接受标准时应该考虑这一点。
- 钨灯不能使用超过其平均寿命期限 2000 小时（它的操作将变得不稳定）。在已使用 2000 小时后它必须更换。

7.5.7 线性范围

目的

用咖啡因溶液清洗流通池，测量不同咖啡因浓度下的吸光度，并检查咖啡因吸光度值相对于浓度的线性度。

检查所需的物品

咖啡因组（5 种浓度）	部件号：228-45725-91 咖啡因溶液
注射器	仪器和咖啡因组（5 种浓度）的标准附件
注射器适配器	标准附件
水	用于清洗，HPLC 等级或相同等级
甲醇	用于清洗，HPLC 等级或相同等级

准备

关闭流通池温度控制，等待流通池温度返回到室温。

- 关闭流通池温度控制
☞ "[CELL TEMP]" P. 5-36
- 检查流通池温度
☞ "[CELL TEMP]" P. 5-44

检查步骤

- 1 用甲醇通过注射器和注射器适配器清洗流通池的流路。
☞ "8.2 流通池的检查和基本清洗" P. 8-4

注意

当流通池较脏时不能进行准确的测量。如有必要用异丙醇清洗。

- 2 在初始屏幕上按 **func**。
出现 [PARAMETER]。
- 3 按 **enter**。
出现 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。

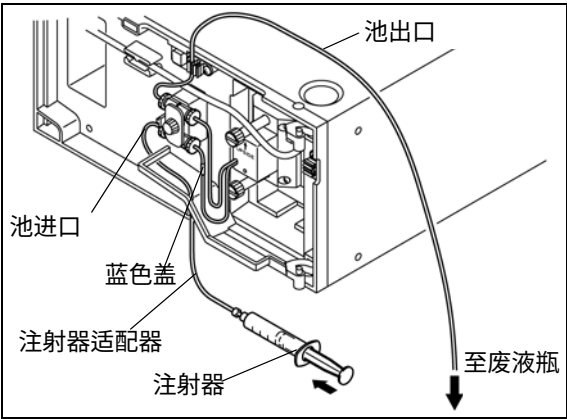


图 7.1

4 重复按 **func** 直到显示 [LAMP]（灯开 / 关设定）。

5 按 **1**，然后按 **enter**。
这将打开 D2（氘）灯。
 "[LAMP]" P. 5-34

6 按 **back**。
出现 [RESPONSE]（响应设定）。

7 按 **1**、**0** 和 **enter**。
（等于响应 2 秒）

8 按 **back**。
出现 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。

9 按 **2**、**7**、**2** 和 **enter**。
这将设定波长为 220nm。

10 用水通过注射器和注射器适配器清洗流通池。在取下注射器前等待 30 秒以确认屏幕上显示的吸光度值已经稳定。

11 按 **zero**。
确认屏幕上显示 [0.000]。

12 用 2mL 咖啡因溶液 (10mg/L) 清洗注射器。清洗完成后，处理注射器内的液体。

13 通过注射器，用大约 2mL 咖啡因溶液充满流通池。

注意

请小心不要让气泡进入。

14 在取下注射器前等待 30 秒以确认屏幕上显示的吸光度值已经稳定。

15 记录下屏幕上显示的吸光度值。

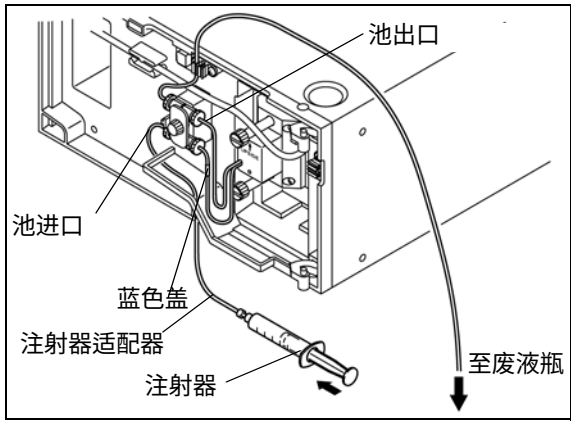
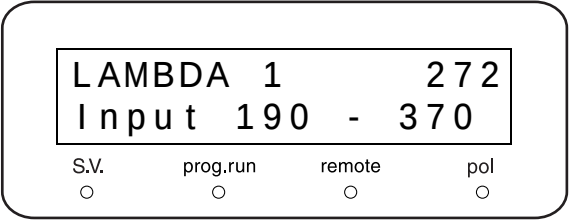
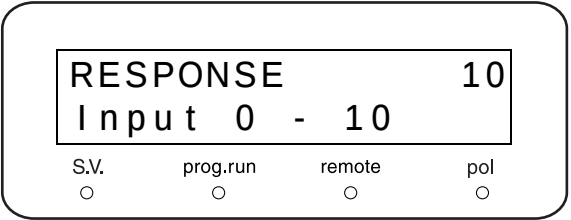
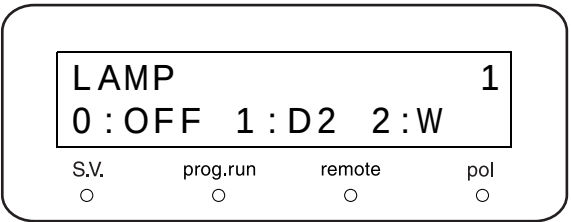


图 7.2

7. 硬件认证

16 执行与清洗注射器相同的步骤，将其余四种咖啡因溶液注入流通池（15mg/L，20mg/L，25mg/L 和 30mg/L），并记录屏幕上显示的每种溶液的吸光度值。

17 计算每种浓度的吸光度偏差。

在下表中的 (1) 至 (5)，填入样品浓度值。
在下表中的 (A) 到 (E)，填入每种溶液的测量吸光度值。
根据下表中给出的公式，计算并记录每种浓度的相对灵敏度（① 到 ⑤）。
用以下公式计算并记录标准相对灵敏度。
标准相对灵敏度 = (①+②+③) / 3
用以下公式计算并记录每种浓度的偏差。
偏差 [%] = (相对灵敏度 ÷ 标准相对灵敏度) / 标准相对灵敏度 × 100[%]

各部分名称	样品浓度 [mg/L]	吸光度 [mg/L]	相对灵敏度 [AU/(mg/L)]	偏差 [%]
咖啡因溶液 (10 mg/L)	(1)	(A)	①=(A) / (1)	
咖啡因溶液 (15 mg/L)	(2)	(B)	②=(B) / (2)	
咖啡因溶液 (20 mg/L)	(3)	(C)	③=(C) / (3)	
咖啡因溶液 (25 mg/L)	(4)	(D)	④=(D) / (4)	
咖啡因溶液 (30 mg/L)	(5)	(E)	⑤=(E) / (5)	

检查评判标准：每种浓度的偏差不大于 ±5.0%

7.5.8 检查显示的吸光度值与输出电压的对比

■ 目的

检查检测器显示的吸光度与输出端子上的信号电压之间的关系是否正确。

■ 检查所需的物品

咖啡因溶液 (10mg/L)	部件号 228-45725-92，包括在咖啡因组中（5 种浓度），部件号 228-45725-91
水	HPLC 等级或相同等级
注射器	仪器和咖啡因组的标准附件
甲醇	用于清洗， HPLC 等级或相同等级

■ 准备

用甲醇清洗流通池。

■ 检查步骤

1 确认已经使用指定的信号电缆将检测器与数据处理机连接。

2 按 **func**。
出现 [PARAMETER]。

3 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。

4 重复按 **func** 直到显示 [LAMP]（灯开 / 关设定）。

5 按 **1**，然后按 **enter**。
这将打开 D2（氙）灯。

6 按 **func**。
出现 [AUX RANGE]（设定向积分仪的输出级别）。

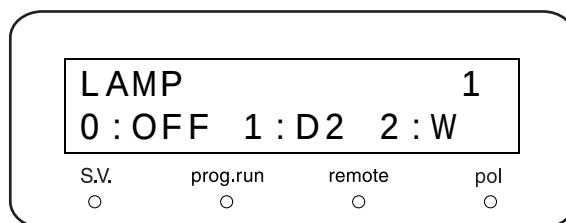
7 按 **2**，然后按 **enter**。
向积分仪的输出级别设定为 1 AU/V。

8 更改设定，使数据处理机范围在 1.00 AUFS 左右。

设定 Chromatopac [ATTEN] 参数为 10，即设定范围为 1.024 AUFS。

对于 Lcsolution，通过色谱图强度轴上的 $\uparrow/\ominus$ 调整显示范围。

对于 CLASS-VP6，打开 [Data graph properties] 下的 [Trace setup] 标签页，并设置 [Scale To] 为 [Normalized]。



9 用注射器将水注入流通池。

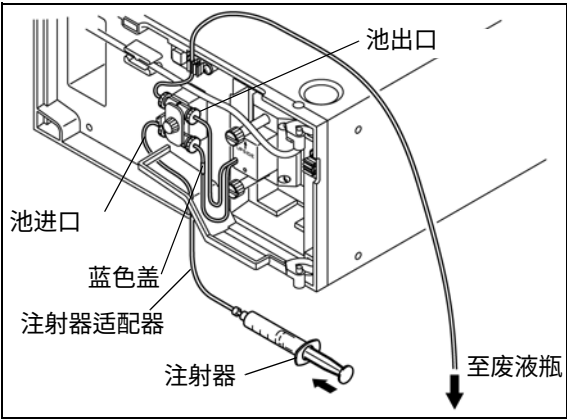
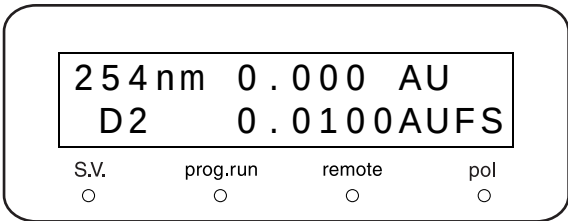
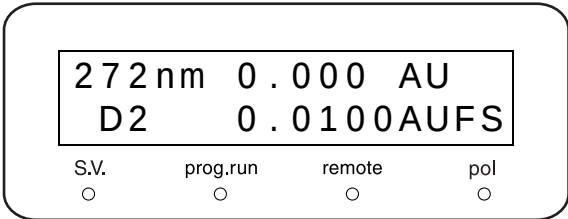


图 7.3

10 重复按 **back** 或 **func** 直到显示 [LAMBDA 1] (通道 1 波长设定)。



11 设定波长为 272nm 并按 **CE** 两次返回到初始屏幕。然后按 **zero**。屏幕上的吸光度设定为零。



12 使用注射器，将咖啡因溶液 (10mg/L) 注入流通池。不要让任何气泡进入流通池。

13 获取数据处理机给出的输出信号读数，将其转换为 AU 单位，然后记录 AU 的值。
对于 Chromatopac：将该级别值除以 1,000,000 即转换为 AU 值。
对于 LC 工作站：使用鼠标读取吸光度值。

14 最后，读取检测器显示的吸光度的值，并计算显示值与实际输出信号值之比。

检查评判标准：

对于数字信号：显示的吸光度值 / 输出信号值 = 1.00 ± 0.01

对于模拟信号：显示的吸光度值 / 输出信号值 = 1.00 ± 0.02

7.5.9 漂移 / 噪音检查

目的

检查漂移和噪音是否没有超过指定的公差级别。

检查所需的物品

数据处理机	
测径器或测量尺	当 CLASS-VP 或 LCsolution 用作数据处理机时不需要。
电阻管	O.D. 1.6mm × I.D. 0.1mm × 2m
甲醇	HPLC 等级或相同等级

连接测试部件

1 取下色谱柱，连接上电阻管（I.D. 0.1 mm × 长度 2 m，部件号 228-32722-91）。

2 以 1mL/min 的速率传送甲醇通过系统。

注意

在连接管路前检查池窗是否干净。当池窗较脏时不能进行准确的测量。用异丙醇超声波浴清洗脏的池窗，或更换新池窗。

 "8.3 流通池拆卸 / 清洗和更换" P. 8-8

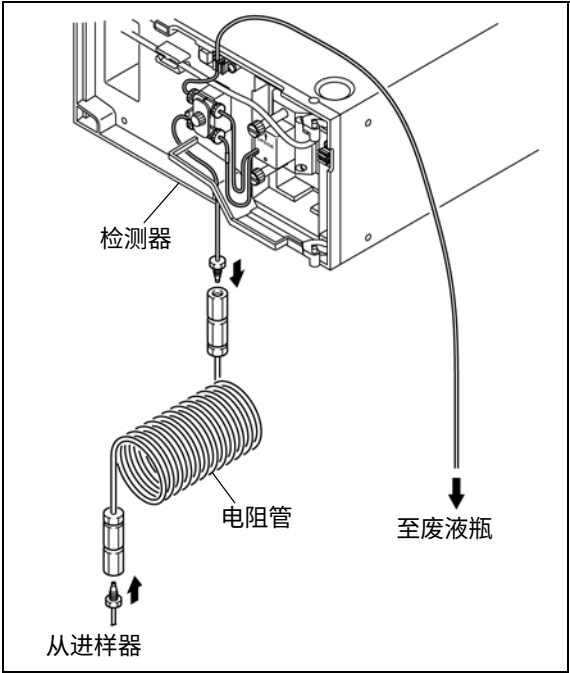


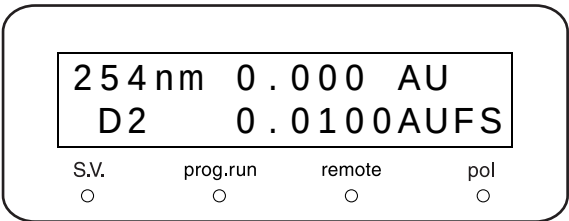
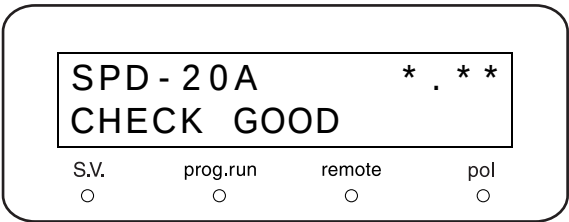
图 7.4

7. 硬件认证

■ 检查步骤

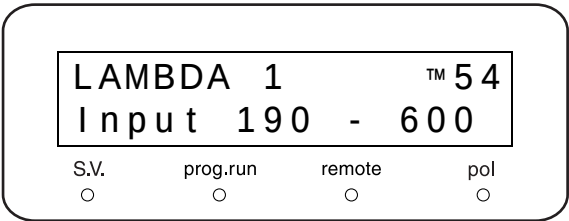
要使用积分仪检查 SPD-20A

- 1 打开电源开关。
确认 [CHECK GOOD] 显示了几秒钟。

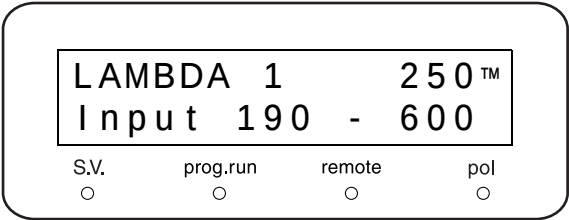


- 2 按 **func**。
出现 [PARAMETER]。

- 3 按 **enter**。
出现 [LAMBDA 1] (通道 1 波长设定)。

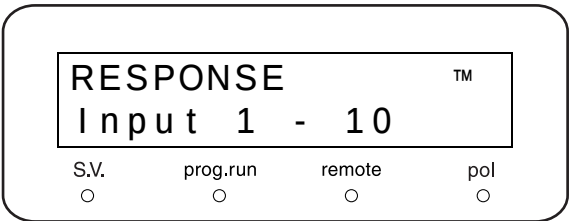


- 4 按 **2**、**5**、**0** 和 **enter**。
这将设定波长为 250nm。



- 5 重复按 **func** 直到显示 [RESPONSE] (响应设定)。

- 6 按 **1**、**0** 和 **enter**。
这将设定时间常数为 2 秒。



- 7
- 在将数据处理机范围设定为 4mAUFs 后按下 **zero**，记录基线 2 小时。

经过 1 小时后，按图所示，测量下一小时的基线偏移量并记录偏移值。

(对于 Chromatopac，当 [AUXRANGE] 设定为 2 时 ATTEN = 2)

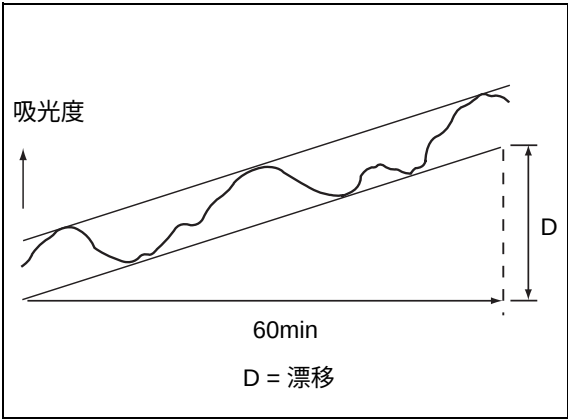


图 7.5

- 8
- 设定数据处理机范围为 1mAUFs，并测量基线 15 分钟。

沿时间轴将该 15 分钟的基线记录分割成 0.5 分钟的间隔。在每一个间隔，画一组平行线最接近于基线噪音的幅度。沿吸光度轴，测量每间隔的平行线之间的宽度，并计算所有间隔的平均值作为噪音值。

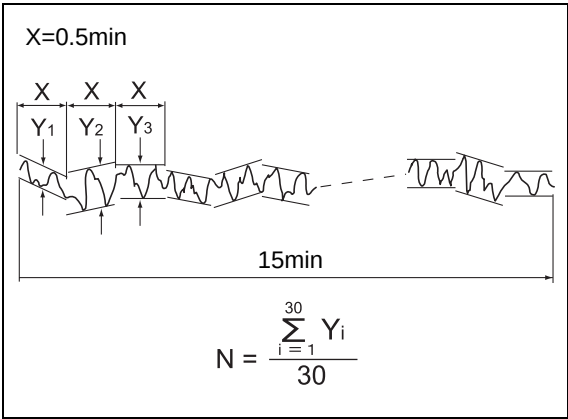


图 7.6

注意

- 如果使用 Chromatopac 按以下方式进行数据绘图并获取读数：
按 [Plot] 键开始绘图。按如下指导获取读数：

- 对于 C-R8A、C-R7Aplus：图表上 14.0mm，相应于图表全高的 1/10
 - 对于 C-R7A：图表上 15.0mm，相应于图表全高的 1/10
 - 对于 C-R4A：A4 尺寸模式的图表上 16.0mm，相应于图表全高的 1/10
 - 对于 C-R5A、C-R6A：图表上 13.5mm，相应于图表全高的 1/10

要使用 LC 工作站检查 SPD-20A

- 1
- 按如下方式输入 LC 工作站的 SPD-20A 设定。

 - 对于 LCsolution
在 SPD-20A [Data acquisition] 屏幕上输入右面的设定值。

灯	D2
极性	+
响应	2 sec
池温度	40°C
波长	250nm
强度单位	AU

7. 硬件认证

- 对于 CLASS-VP6
在 [Instrument configuration] 下的 [Detector configuration] 输入右面的设定值。

检测器型号	SPD20A
采集来源	数字
Y 轴单位	AU
Y 轴乘数	1e-006

在 SPD-20A 上 [Method] 菜单下的 [Instrument setup] 屏幕输入右面的设定值。

灯	D2
极性	+
响应	10 (2 sec)
温度复选框	待选中
池温度	40°C
波长	250nm
辅助范围	2 (1AU/V)

- 2
- 将设定值从 LC 工作站下载到仪器。
- 3
- 等待一小时或更长时间以便设备稳定。
- 4
- 设定 LC 工作站的漂移和噪音测量条件。

- 对于 LCsolution
在 [Data acquisition] 屏幕上设定 [Method] 菜单下的 [Baseline check parameters] 与右表一致。

噪音计算方法	ASTM
检测器通道	指定 SPD-20A 连接到哪一个通道
噪音复选框	待选中
开始	45min
结束	60min
阈值	20μV
漂移复选框	待选中
开始	0min
结束时间	60min
阈值	600μV/h

- 对于 CLASS-VP6
单击 [LC setup assistant] 屏幕上的 [Baseline check] 按钮，显示 [Baseline check] 屏幕。按右表所示输入设定值。

通道	指定 SPD-20A 连接到哪一个通道
噪音复选框	待选中
开始	45min
结束	60min
阈值	20μV
漂移复选框	待选中
开始	0min
结束	60min
阈值	600μV/h
噪音测试方法	ASTM

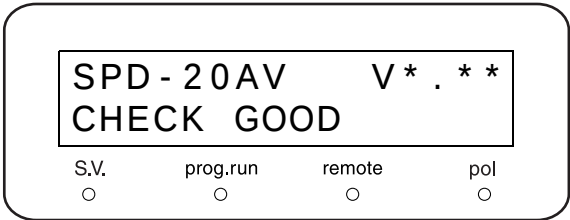
5 测量漂移和噪音。

- 对于 LCsolution
单击 [Data acquisition] 屏幕上的 [Baseline check] 按钮。
- 对于 CLASS-VP6
单击 [Baseline check] 屏幕上的 [Start] 按钮。

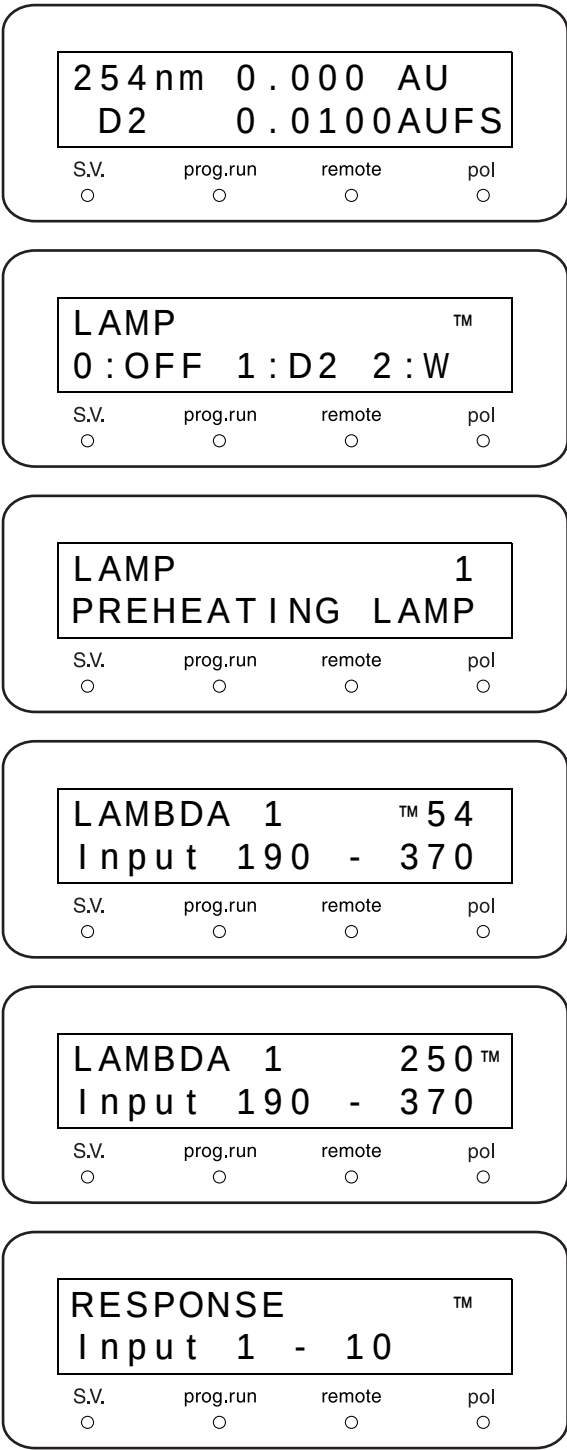
6 测量完成后记录下显示的结果。
显示的结果以 μV 为单位。由于此步骤中比率已经设定为 1V=1AU，所以按 1μV=1μAU 转换结果。

要使用积分仪检查 SPD-20AV

- 1 打开电源开关。注意显示屏的变化，[CHECK GOOD] 会出现几秒钟。
- 2 按 **func**。
显示 [PARAMETER]。



- 3 按 **enter**。
显示波长设定屏幕。
- 4 重复按 **func** 直到显示 [LAMP]（灯开 / 关设定）。
- 5 按 **1**，然后按 **enter**。
这将打开 D2（氙）灯。
- 6 重复按 **back** 或 **func** 直到显示 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。
- 7 按 **2**、**5**、**0** 和 **enter**。
这将设定波长为 250nm。
- 8 重复按 **func** 直到显示 [RESPONSE]（响应设定）。
- 9 按 **1**、**0** 和 **enter**。
这将设定时间常数为 2 秒。



- 10
- 在将数据处理机范围设定为 4mAUFs 后按下 **zero**，记录基线 2 小时。

经过 1 小时后，按图所示，测量下一小时的基线偏移量并记录偏移值。

（对于 Chromatopac，当 [AUXRANGE] 设定为 2 时 [ATTEN] = 2）

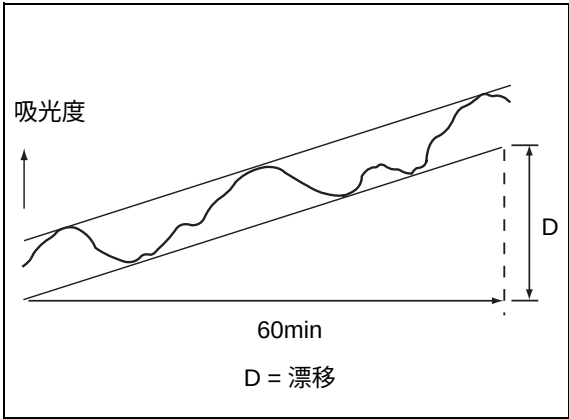


图 7.7

- 11
- 设定数据处理机范围为 1mAUFs，并测量基线 15 分钟。

沿时间轴将该 15 分钟的基线记录分割成 0.5 分钟的间隔。在每一个间隔，画一组平行线最接近于基线噪音的幅度。沿吸光度轴，测量每间隔的平行线之间的宽度，并计算所有间隔的平均值作为噪音值。

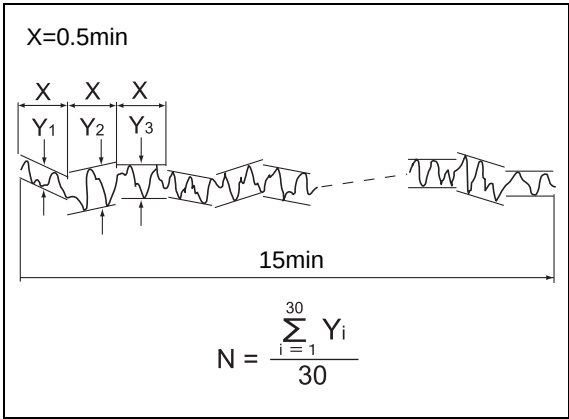


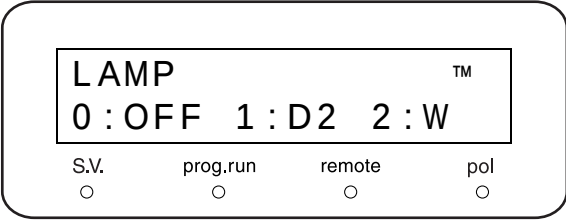
图 7.8

注意

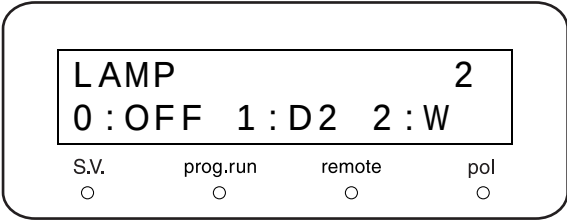
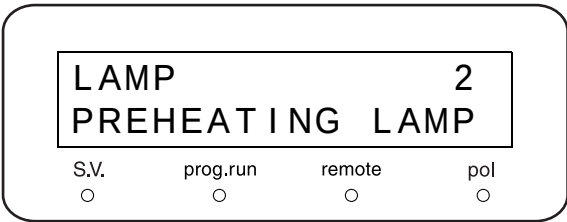
- 如果使用 Chromatopac 按以下方式进行数据绘图并获取读数：按 [Plot] 键开始绘图。按如下指导获取读数：

- 对于 C-R8A、C-R7Aplus：图表上 14.0mm，相应于图表全高的 1/10
- 对于 C-R7A：图表上 15.0mm，相应于图表全高的 1/10
- 对于 C-R4A：A4 尺寸模式的图表上 16.0mm，相应于图表全高的 1/10
- 对于 C-R5A、C-R6A：图表上 13.5mm，相应于图表全高的 1/10

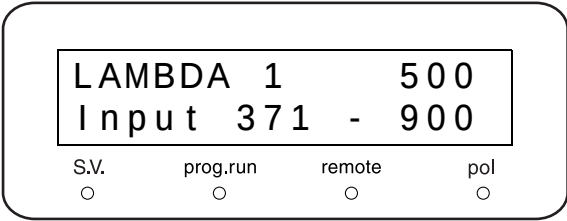
- 12
- 重复按 **func** 直到显示 [LAMP]（灯开 / 关设定）。



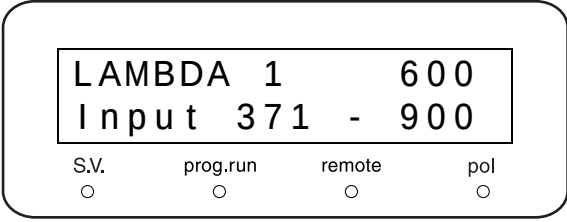
13 按 **2**，然后按 **enter**。
这将打开 W（钨）灯。



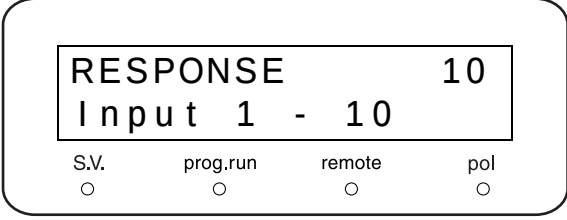
14 重复按 **back** 或 **func** 直到显示 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。



15 按 **6**、**0**、**0** 和 **enter**。
这将设定波长为 600nm。



16 重复按 **func** 直到显示 [RESPONSE]（响应设定）。检查响应是否设定为 10（时间常数 2 sec）。



17 在 W 灯关闭一小时后，按下列与波长 250nm 的 D2 灯相同的方法测量漂移和噪音。

要使用 LC 工作站检查 SPD-20AV

1 按如下方式输入 LC 工作站的 SPD-20AV 设定。

- 对于 LCsolution
在 SPD-20AV [Data acquisition] 屏幕上输入右面的设定值。

灯	D2
极性	+
响应	2 sec
池温度	40°C
波长	250nm
强度单位	AU

- 对于 CLASS-VP6
在 [Instrument configuration] 下的 [Detector configuration] 输入右面的设定值。

检测器型号	SPD20AV
采集来源	数字
Y 轴单位	AU
Y 轴乘数	1e-006

在 SPD-20AV 上 [Method] 菜单下的 [Instrument setup] 屏幕输入右面的设定值。

灯	D2
极性	+
响应	10 (2 sec)
温度复选框	待选中
池温度	40°C
波长	250nm
辅助范围	2 (1AU/V)

- 2 将设定值从 LC 工作站下载到仪器。
- 3 等待一小时或更长时间以便设备稳定。

4 设定 LC 工作站的漂移和噪音测量条件。

- 对于 LCsolution
在 [Data acquisition] 屏幕上设定 [Method] 菜单下的 [Baseline check parameters] 与右图一致。

噪音计算方法	ASTM
检测器通道	指定 SPD-20AV 连接到哪一个通道
噪音复选框	待选中
开始	45min
结束	60min
阈值	20μV
漂移复选框	待选中
开始	0min
结束	60min
阈值	600μV/h

- 对于 CLASS-VP6
单击 [LC setup assistant] 屏幕上的 [Baseline check] 按钮，显示 [Baseline check] 屏幕。按右图所示输入设定值。

5 测量漂移和噪音。

- 对于 LCsolution
单击 [Data acquisition] 屏幕上的 [Baseline check] 按钮。
- 对于 CLASS-VP6
单击 [Baseline check] 屏幕上的 [Start] 按钮。

通道	指定 SPD-20AV 连接到哪一个通道
噪音复选框	待选中
开始	45min
结束	60min
阈值	20μV
漂移复选框	待选中
开始	0min
结束	60min
阈值	600μV/h
噪音测试方法	ASTM

6 测量完成后记录下显示的结果。
显示的结果以 μV 为单位。由于此步骤中比率已经设定为 1V=1AU，所以按 1μV=1μAU 转换结果。

7 继续执行在 600nm 的漂移和噪音测量。

8 按右图所示输入 LC 工作站的 SPD-20AV 设定。

- 对于 LCsolution
在 SPD-20AV [Data acquisition] 屏幕上输入右面的设定值。

灯	W
极性	+
响应	2 sec
池温度	40°C
波长	600nm
强度单位	AU

- 对于 CLASS-VP6
在 SPD-20AV 上 [Method] 菜单下的 [Instrument setup] 屏幕输入右面的设定值。

灯	W
极性	+
响应	10 (2 sec)
温度复选框	等待以后选中
池温度	40°C
波长	600nm
辅助范围	2 (1AU/V)

- 9 将设定值从 LC 工作站下载到仪器。
- 10 等待一小时或更长时间以便设备稳定。
- 11 如第 4 步所述，设定 LC 工作站的漂移和噪音测量条件。
- 12 如第 5 步所述，测量漂移和噪音
- 13 测量完成后记录下显示的结果。

检查评判标准：
漂移必须不能超过 6×10^{-4} AU/hr （在室温最大波动为 2°C 的情况下）
噪音必须不能超过 2×10^{-5} AU （在 RESPONSE 时间常数为 2 sec 的情况下）

■ 建立定期认证的接受标准

对于使用中检测器的认证，最实用的是根据需要的特定分析灵敏度设定标准。下面进行说明。

供参考

随着检测器的老化，它的灯强度（亮度）会下降，并且噪音随之增加。通常，噪音级别 (N) 与强度能量 (E) 的 $1/2$ 成反比。也就是说，一般情况下当强度下降到其原始级别的一半时，噪音将是其原始级别的 1.4 倍。对于合格准确度分析数据的可接受噪音级别取决于需要的分析灵敏度。在目标峰的信噪比 (S/N) 十分高的特殊情况下，高的噪音级别不会显著影响分析数据的准确度。要设定实际噪音级别标准值，建议首先确定测试最低目标物浓度所需的信噪比 (S/N)。然后以信噪比为基础设定标准值。（然而标准值也必须保证特定情况下所需分析数据的可靠性。）

步骤

- ①在色谱图上确定目标峰的高度、S（= 信号），并使用它们计算最低目标物浓度的 S。
- ②设定所需的信噪比 S/N。
- ③用以下等式导出所需的噪音级别（噪音级别接受标准 N）：

$$N = \frac{\text{低浓度处的 S 值, 在 ① 中获得}}{\text{低浓度处的信噪比 S/N, 在 ② 中设定}}$$

示例

假设 500mAU 的峰高信号 (S) 在对浓度 100 的控制样品分析中获得。那么，如果分析的样品中目标物成份的浓度从 1 到 100 分布，最低浓度处（浓度为 1）的峰高 (S) 将是 5mAU。

在此情况下，在最低浓度处能够获得期望的 20 或以上的信噪比。

相应地标准噪音级别应设定为 $N = 5/20 = 0.25\text{mAU}$ ，或 $2.5 \times 10^{-4}\text{AU}$ 。

* 一般而言，应避免小于等于 10 的信噪比 (S/N)，因为那样的信噪比会导致峰重现性（峰面积 C.V. 值）的下降。

7.5.10 漏液传感器测试

目的

检查漏液传感器的操作。

 "[LEAK SENSOR TEST]" P. 5-52

检查步骤

- 1 在初始屏幕上按 **VP** 三次。
出现 [VALIDATION]。
- 2 重复按 **func** 直到显示 [LEAK SENSOR TEST]。
- 3 用充满水的注射器弄湿漏液传感器底部的温度感应器。
- 4 约 10 秒钟左右，按 **enter** 显示测试结果。

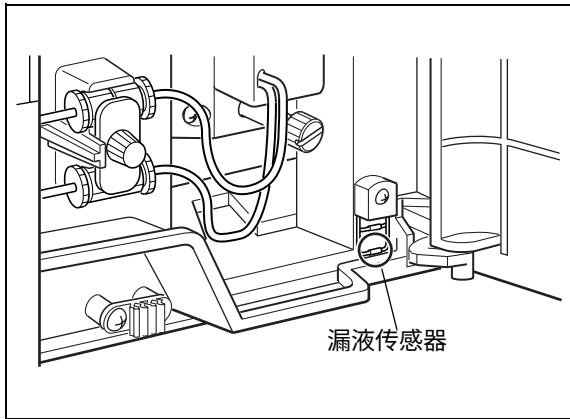
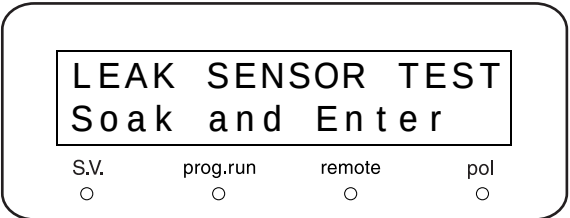
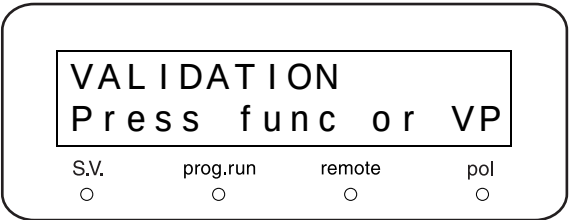
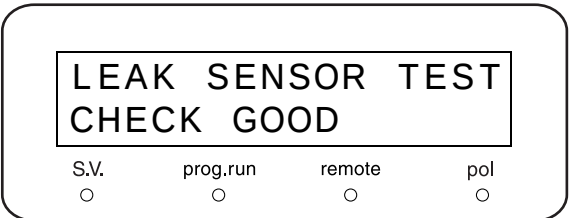


图 7.9



检查评判标准：屏幕上出现 [CHECK GOOD]。

注意

请小心不要让漏液传感器接触任何树脂部件。
检查完成后，擦去漏液传感器周围的水。

7.6 系统认证

- LC 系统由许多单独的组件组成。系统认证是为了确认每一组件的功能及整个系统的性能。
- 使用本节中所述的标准系统认证步骤以确定 LC 系统是否工作正常。这一步骤构成 LC 系统性能检查的基础。
- 在安装时进行系统认证，之后应该定期进行。如果在操作过程中遇到问题，也可以进行系统认证，以确定问题到底是发生在 LC 系统中，还是发生在分析方法上。
- 如果 LC 系统通过了系统认证，则可以假定 LC 系统工作正常，问题可能存在于特定的分析方法或所用的条件上。
- 如果 LC 系统未通过系统认证，则可以假定系统中有异常，必须进行组件认证以查明故障组件。

7.6.1 等度 LC 系统认证

■ 目的

进行分析以获取每次峰的保留时间和峰面积。研究获取的数据以检查系统重现性。可重现的数据用于认证系统。通常，接受认证的系统至少要包括下列组件：泵、色谱柱柱温箱、自动进样器、检测器、系统控制器和数据处理机。

■ 认证所需的物品

物品	说明
流动相	水和甲醇混合剂 (3/2, v/v) * （蒸馏）水和甲醇都应为 HPLC 等级。
色谱柱	Shim-pack VP-ODS （部件号 228-34937-91）， LUNA C18 (2) （部件号 No. 00F-4252-E0） 或同等 ODS 色谱柱 （颗粒大小 5µm，色谱柱尺寸：I.D. 4.6mm × 长 150mm）
样品	20mg/L 咖啡因溶液 （包括在咖啡因组中， 5 种浓度，部件号 228-45725-91） < 准备 > 称量 20mg 无水咖啡因，将其倒入体积为 100mL 的容量瓶中并用水稀释。 将 1mL 溶液倒入体积为 10mL 的容量瓶中并用水稀释。
水	HPLC 等级或相同等级
异丙醇	HPLC 等级或相同等级

■ 检查和准备 LC 系统

1 检查 LC 系统中的所有缆线连接。有关详细信息，请参见各组件的说明书。如果使用 Chromatopac，则应使用 Chromatopac 附带的信号电缆接口将它连接到检测器，然后将信号电缆连接到检测器的积分仪端子。

* 如果系统通常使用 Chromatopac 或 LC 工作站，用于常规分析的连接即满足要求。

2 检查 LC 系统管路。确保 (a) 自动进样器出样口和色谱柱进样口，(b) 色谱柱出样口和检测器进样口，之间管路的 I.D. 小于 0.3mm，并短于 300mm。使色谱柱外的死体积尽可能小。

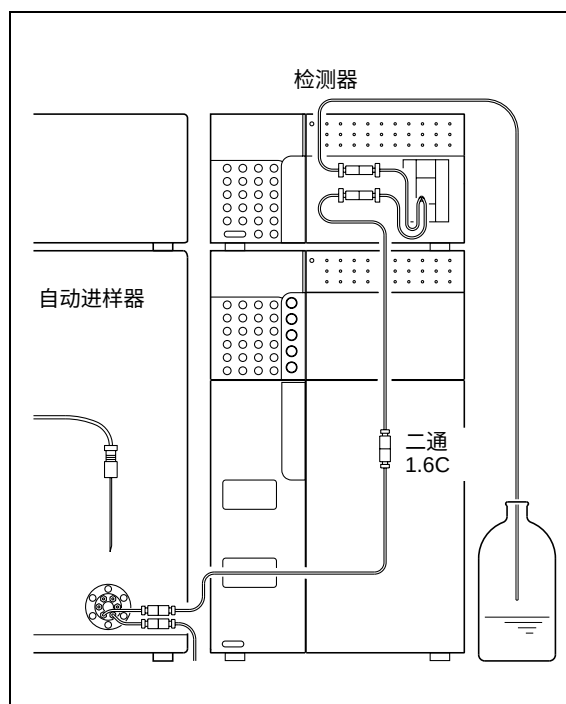


图 7.10

3 使用下面一种方法清洗系统流路。在清洗流路前，从系统中取下色谱柱，并使用二通 1.6C 连接色谱柱的进样口和出样口（图 7.10）。

< 对于新系统 >

首先用异丙醇清洗流路，然后用水清洗。在每种情况下，使液体在流路中以 2mL/min 的速度流动 10 分钟。

< 对于使用低介电常数流动相（如己烷）的系统 > 其步骤与上述新系统的相同。

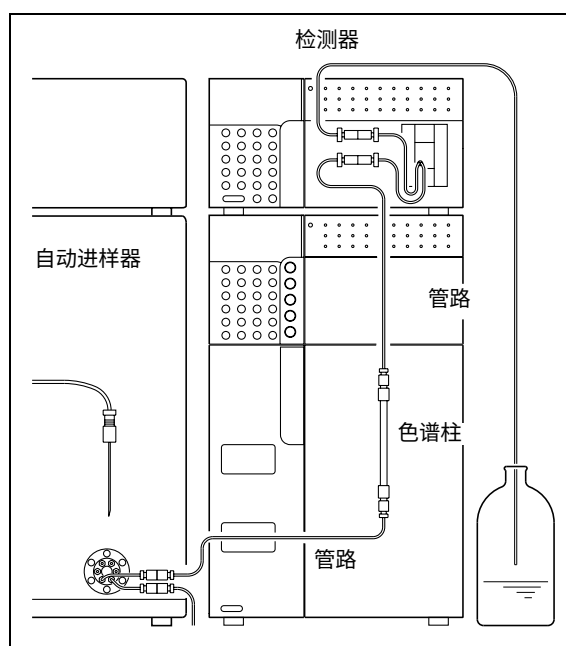


图 7.11

< 对于使用水溶液与有机溶剂的混合剂，或水与易溶于水的有机溶剂（如甲醇、乙醛等）作为流动相的系统 >

用水清洗流路。使水以 2mL/min 的流速在流路中流动 10 分钟。

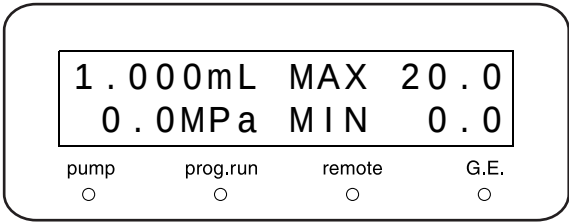
7. 硬件认证

4 清洗完成后，将流动相（水与甲醇的混合剂 (3/2, (v/v)) 倒入贮液瓶，然后将色谱柱重新连接到 LC 系统 (图 7.11)。

■ 认证步骤

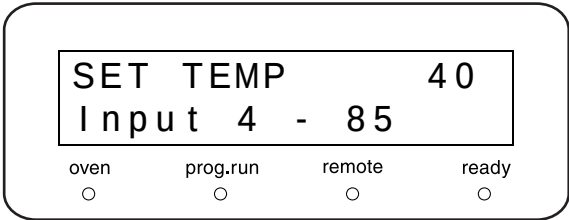
1 将送液流速设定为 1mL/min。
有关的设定步骤，请参见泵的说明书。

泵的显示屏



2 将色谱柱柱温箱的温度设定为 40°C。
有关的设定步骤，请参见色谱柱柱温箱的说明书。

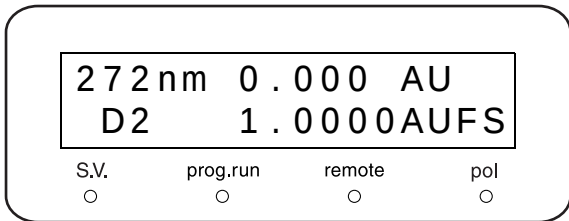
色谱柱柱温箱的显示屏



3 按泵键盘上的 (pump) 和色谱柱柱温箱键盘上的 (oven)。开始送液和温度调节。
检查流经检测器出样口管路的液体，确认所有连接处都没有漏液。

4 设定检测器参数。
 "等度系统认证的参数设定" P. 7-37
有关的设定步骤，请参见检测器的说明书。

检测器的显示屏



5 设定自动进样器参数。
 "等度系统认证的参数设定" P. 7-37
有关的设定步骤，请参见自动进样器的说明书。

6 设定数据处理机参数。
 "等度系统认证的参数设定" P. 7-37
有关的设定步骤，请参见数据处理机的说明书。

- 7 监视基线。
基线稳定后，按检测器 **zero** 键，然后注入 10μL 流动相并确认没有观察到峰。
- 8 注入 10μL 的测试标准溶液共六次，并分析所得数据。
- 9 从 6 次分析得出的峰数据中，得出相对标准偏差（变异系数 (C.V.)）：保留时间和峰面积 (图 7.12)。

$$RSD(C.V.)=(SD/\bar{X}) \times 100$$
$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$
$$\bar{X} = (X_1 + X_2 + \dots + X_{n-1} + X_n)/n$$

n : 分析次数
 $X_1 \dots X_n$: 每个峰的保留时间（或面积）
 $\bar{X}$: 平均值
 SD : 标准偏差
 RSD : 相对标准偏差
 $C.V.$: 变异系数

图 7.12

■ 等度系统认证的参数设定

下面给出了进行等度系统的认证分析时，为各种设备设定的参数。

• 泵	流速	:1mL/min
	P.Max	: 20.0MPa
• 色谱柱柱温箱	柱温箱温度	: 40°C
• 时间程序	5.00 STOP	
• 自动进样器.....	RINSE VOLUME	: 200μL
	RINSE SPEED	: 35μL/s
	SAMPLING SPEED	:15μL/s
	RINSE MODE	: 0（无针管清洗）
• 检测器	波长	: 272nm
	RESPONSE	: 3 (0.5s)
• 数据处理机	WIDTH	: 5
	DRIFT	: 0
	T.DBL	: 1000
	ATTEN	: 10 (1,024mAUFs)
	SLOPE	: 1000
	MIN.AREA	: 100000
	STOP.TM	: 5

检查评判标准

获得的 RSD (C.V.) 必须满足下列标准：
保留时间 RSD 绝不能超过 0.5%。
峰面积 RSD 绝不能超过 1.0%。

7.6.2 认证梯度 LC 系统

目的

进行分析以获取每次峰的保留时间和峰面积。然后研究数据以检查重现性。可重现的数据用于认证系统。通常，接受认证的系统至少应包括下列组件：泵、色谱柱柱温箱、自动进样器、检测器、系统控制器和数据处理机。

认证所需的物品

物品	说明
流动相	A: 蒸馏水 B: 甲醇 A/B = 60%/40% * （蒸馏）水和甲醇都应为 HPLC 等级。
色谱柱	Shim-pack VP-ODS （部件号 228-34937-91）、LUNA C18 (2) （部件号 00F-4252-E0）或同等 ODS 色谱柱 （颗粒大小 5μm，色谱柱尺寸：I.D. 4.6mm × 长 150mm）
样品	20mg/L 咖啡因溶液 （包括在咖啡因组中，5 种浓度，部件号 228-45725-91） < 准备 > 称量 20mg 无水咖啡因，将其倒入体积为 100mL 的容量瓶中并用水稀释。 将 1mL 溶液倒入体积为 10mL 的容量瓶中并用水稀释。
水	HPLC 等级或相同等级
异丙醇	HPLC 等级或相同等级

检查和准备 LC 系统

1 检查 LC 系统中的所有缆线连接。有关详细信息，请参见各组件的说明书。如果使用 Chromatopac，则应使用 Chromatopac 附带的信号电缆接口将它连接到检测器，然后将信号电缆连接到检测器的积分仪端子。
* 如果系统通常使用 Chromatopac 或 LC 工作站，用于常规分析的连接即满足要求。

2 检查 LC 系统管路。
确保 (a) 自动进样器出样口和色谱柱进样口，(b) 色谱柱出样口和检测器进样口，之间管路的 I.D. 小于 0.3mm，并短于 300mm。使色谱柱外的死体积尽可能小。

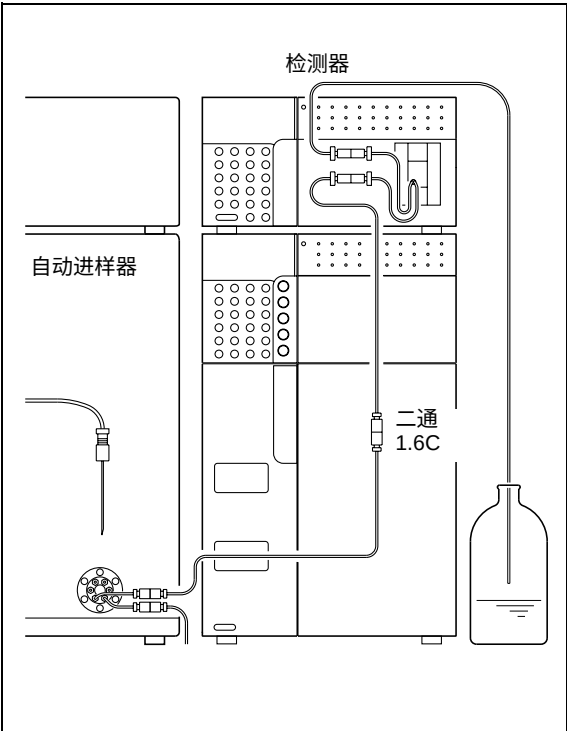


图 7.13

3 使用下面一种方法清洗系统流路。
在清洗流路前，从系统中取下色谱柱，并使用二通 1.6C 连接色谱柱的进样口和出样口 (图 7.13)。

- < 对于新系统 >
首先用异丙醇清洗流路，然后用水清洗。在每种情况下，使液体在流路中以 2mL/min 的速度流动 10 分钟。
- < 对于使用低介电常数流动相（如己烷）的系统 >
其步骤与上述新系统的相同。

< 对于使用水溶液与有机溶剂的混合剂，或水与易溶于水的有机溶剂（如甲醇、乙醛等）作为流动相的系统 >
用水清洗流路。使水以 2mL/min 的流速在流路中流动 10 分钟。

4 清洗完成后，将流动相 (A：水，B：甲醇) 倒入贮液瓶，并将色谱柱重新连接到 LC 系统 (图 7.14)。

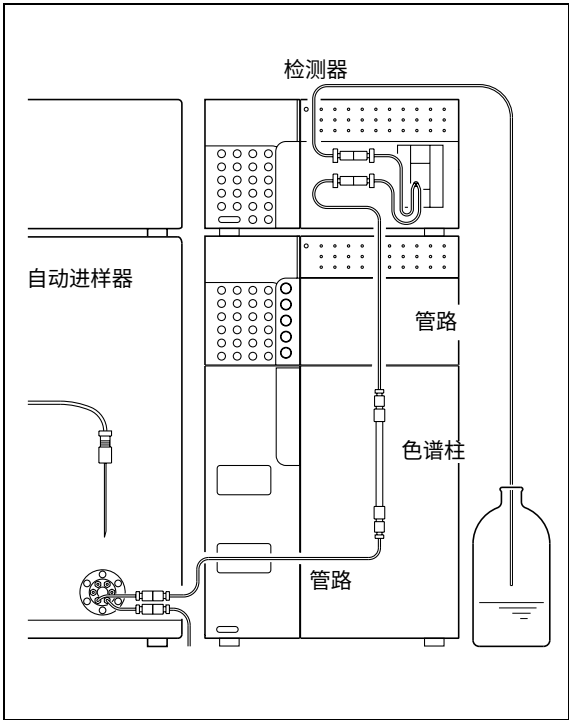
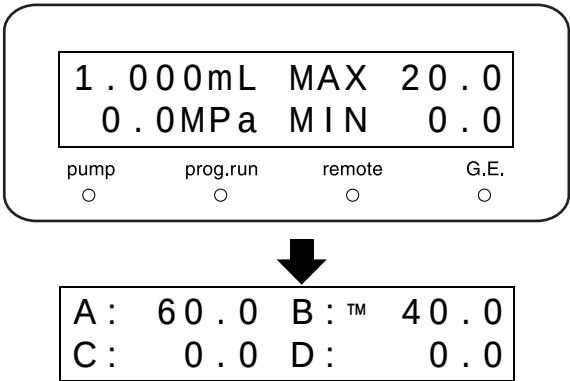


图 7.14

■ 认证步骤

1 将送液流速设定为 1mL/min，将流动相 B 的浓度参数设定为 40%。
有关的设定步骤，请参见泵的说明书。

泵的显示屏



7. 硬件认证

2 将色谱柱柱温箱的温度设定为 40°C。
有关的设定步骤，请参见色谱柱柱温箱的说明书。

3 按泵面板上的 (pump) 及色谱柱柱温箱面板上的 (oven)。开始送液和温度调节。
检查流经检测器出样口管路的液体，确认所有连接处都没有漏液。

4 设定检测器参数。
☞ " 梯度系统认证的参数设定 " P. 7-41
有关的设定步骤，请参见检测器的说明书。

5 设定自动进样器参数。
☞ " 梯度系统认证的参数设定 " P. 7-41
有关的设定步骤，请参见自动进样器的说明书。

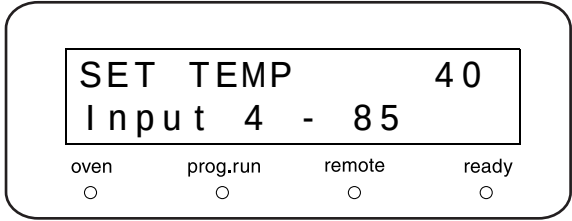
6 设定数据处理机参数。
☞ " 梯度系统认证的参数设定 " P. 7-41
有关的设定步骤，请参见数据处理机的说明书。

7 监视基线。
当基线稳定后，按检测器的 (zero) 键。然后注入 10μL 流动相并确认第二次没有观察到峰。

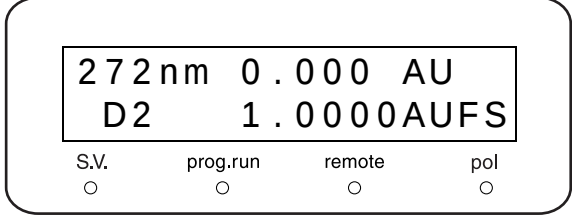
8 注入 10μL 的测试样品共六次，并分析获取的数据。

9 从 6 次分析得出的峰数据中，得出相对标准偏差 (变异系数 (C.V.))：保留时间和峰面积 (图 7.15)。

色谱柱柱温箱的显示屏



检测器的显示屏



$$RSD(C.V.)=(SD/\bar{X}) \times 100$$
$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$
$$\bar{X} = (X_1 + X_2 + \dots + X_{n-1} + X_n)/n$$

n : 分析次数
 $X_1 \dots X_n$: 每个峰的保留时间 (或面积)
 $\bar{X}$: 平均值
 SD : 标准偏差
 RSD : 相对标准偏差
 $C.V.$: 变异系数

图 7.15

■ 梯度系统认证的参数设定

下面给出了执行梯度系统认证分析时，为各种设备设定的参数。

• 泵	流速	: 1mL/min
	B.CONC	: 40%
	P.Max	: 20.0MPa
• 色谱柱柱温箱	柱温箱温度	: 40°C
• 时间程序	5.00 STOP	
• 自动进样器	RINSE VOLUME	: 200μL
	RINSE SPEED	: 35μL/s
	SAMPLING SPEED	: 15μL/s
	RINSE MODE	: 0 (无针管清洗)
• 检测器	波长	: 272nm
	AUX RNG	: 2 (1AU/V)
	RESPONSE	: 3 (0.5s)
• 数据处理机	WIDTH	: 5
	DRIFT	: 0
	T.DBL	: 1000
	ATTEN	: 10 (1,024mAUS)
	SLOPE	: 1000
	MIN.AREA	: 100000
	STOP.TM	: 5

检查评判标准

获得的 RSD (C.V.) 必须满足下列标准：

保留时间 RSD 绝不能超过 0.5%。

峰面积 RSD 绝不能超过 1.0%。

7.7 如果认证失败

如果系统无法满足任一系统认证检查评判标准，或组件无法满足任一组件认证检查评判标准，请执行下列操作。

• 检查是否有易损部件已达到其使用寿命： 无法满足检查评判标准的原因可能是由于易损部件已不能继续使用。检查易损部件，如果需要则进行更换。
• 进行故障排除： 可能是由于一些小问题（如气泡）导致系统无法达到标准。 请进行故障排除查找类似问题，并采取相应措施解决发现的所有问题。 有关单个系统组件的故障排除步骤的详细信息，请参见适用的说明书。
• 如果无法确定原因，请与岛津办事处联系。 如果您无法确定故障原因，或不清楚如何排除故障或应对措施步骤，请与岛津办事处联系。

7.8 参考材料

通常按“7.5 认证：检测器”中所述执行仪器的认证。
作为认证仪器时使用的参考材料，此处介绍了以下项目。

- 如何执行波长自动校正和自动准确度检查功能。
- 如何执行手动波长准确度检查。
- 如何使用化合物执行波长准确度检查，该化合物的吸光度在 UV 范围出现峰。
- 如果用充气的流通池执行漂移 / 噪音检查
(这是一种检查光学系统本身性能的方式，忽略较脏池窗的影响以及流过池的液体的变化。)

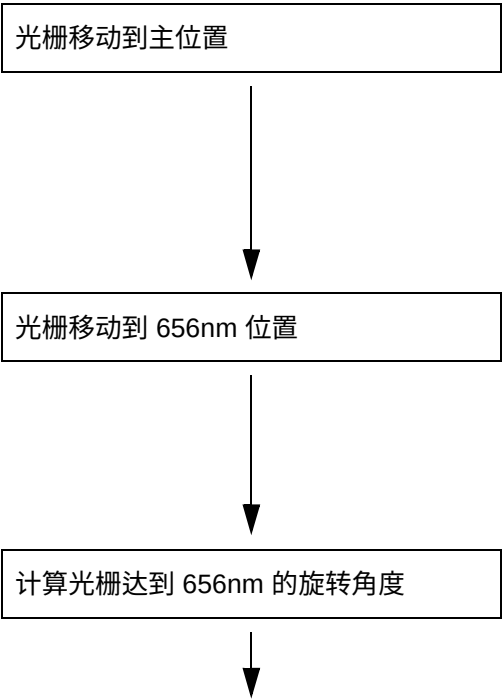
7.8.1 自动波长校正功能：参考数据

检测器自动执行波长校正（以及波长检查）。下面是此功能的概述。

■ 波长自动校正

自动校正 [WAVE CALIB] 功能

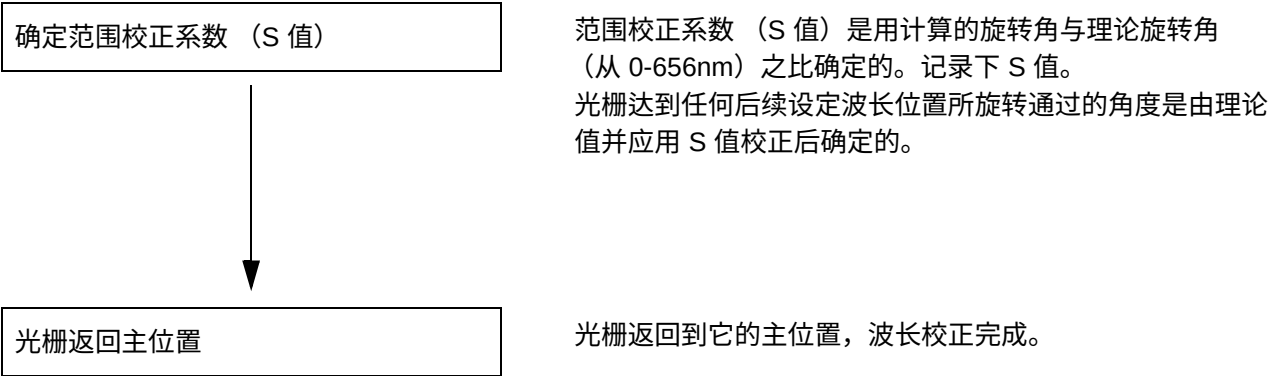
校正 0nm 和 656nm 的波长。
0nm 使用零级光峰识别，而 656nm 利用氘灯的发射谱线识别。
下面的流程图说明了当执行波长校正功能时 ([WAVE CALIB] 命令) 发生的情况。



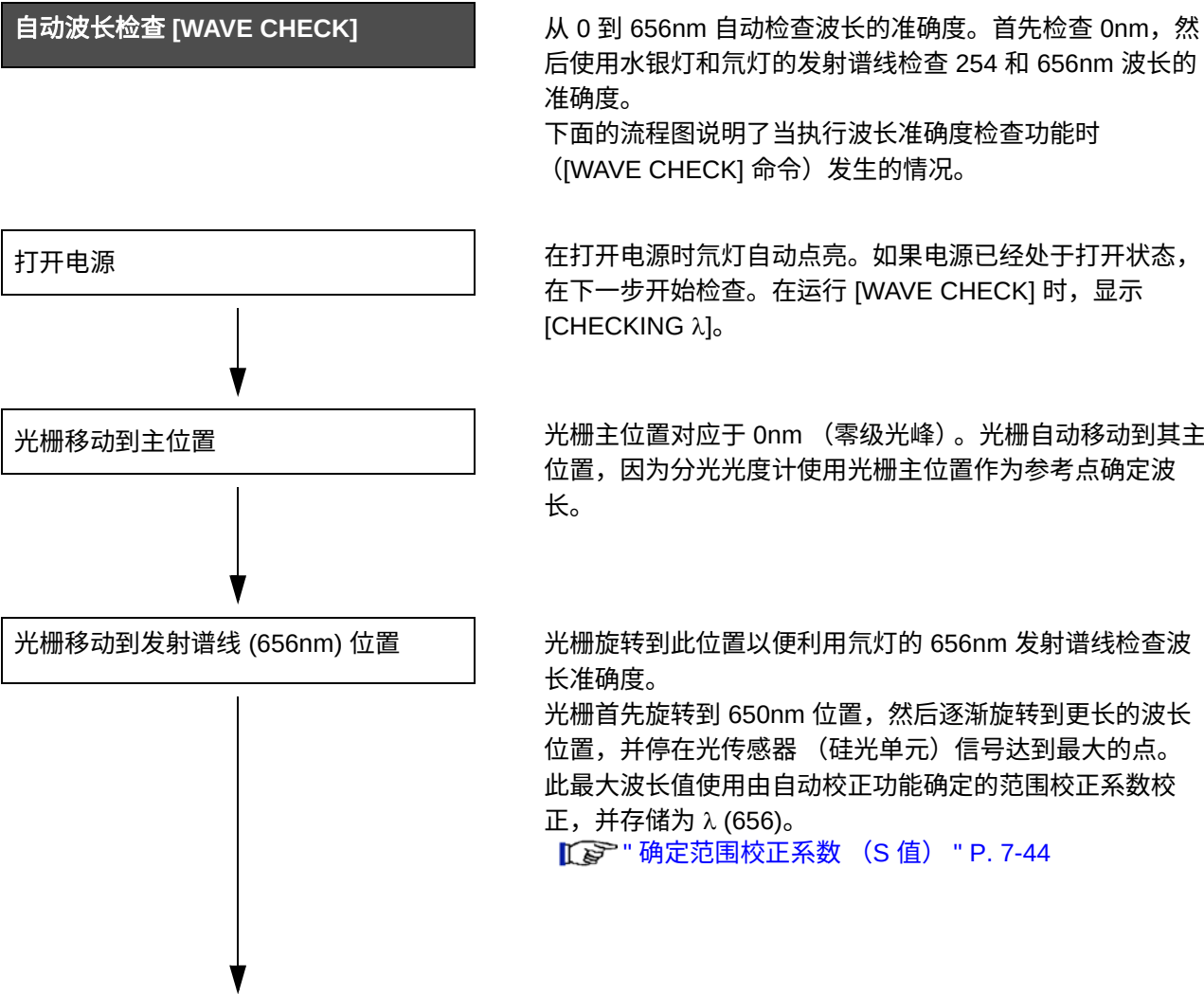
光栅主位置对应于 0nm（零级光峰）。光栅自动移动到其主位置，因为分光光度计使用光栅主位置作为参考点确定波长。
在运行 [WAVE CALIB] 时，显示 [CALIBRATING SPAN]。

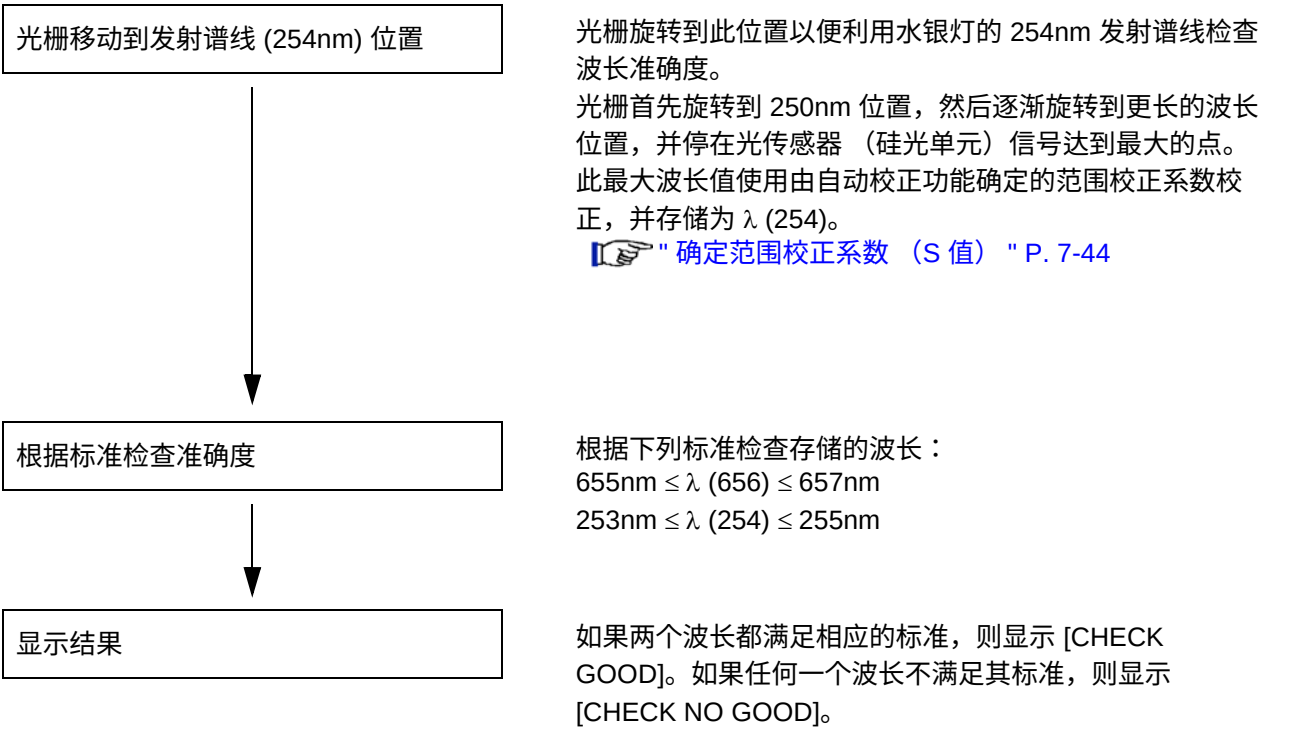
光栅旋转至该位置以对准氘灯的 656nm 发射谱线。
在到达 650nm 位置时光栅减慢速度，光栅从 650nm 位置逐渐旋转并停在光传感器（硅光单元）信号达到最大的点。

计算出旋转光栅以达到 656nm 所必须通过的角度。



7.8.2 自动波长准确度检查功能：参考数据





7.8.3 手动波长准确度检查

■ 目的

通常使用仪器的自动波长检查功能检查此仪器的波长准确度，如 "7.5.5 波长准确度检查" 中所述。然而，此部分仍说明了如何检查手动设定波长与真实波长之间的差异在规范限定范围内。
此项检查由水银灯 254nm 发射谱线的分析和氙灯 656nm 发射谱线的分析组成，并检查读数分别在 254nm $\pm 1\text{nm}$ 和 656nm $\pm 1\text{nm}$ 以内。

■ 检查所需的物品：

注入流通池所需的溶剂或氮气	溶剂：蒸馏水、甲醇或乙腈。 * 如果流通池充满空气则不需要溶剂 / 氮气。
---------------	--

■ 准备

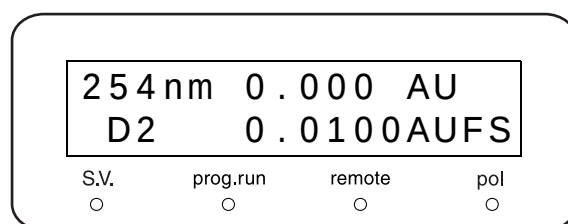
- 用蒸馏水、甲醇或乙腈清洗流通池，或用空气或氮气吹扫，并将它完全干燥。
- 对检测器内安装的流通池运行此检查。

■ 检查步骤

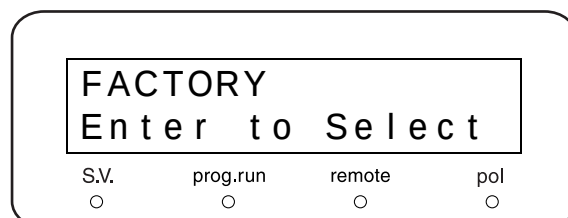
- 1 确认已经使用指定的信号电缆将检测器与数据处理机连接。

7. 硬件认证

- 2 按住 **func** 不动直到听见嘀声以打开电源开关。

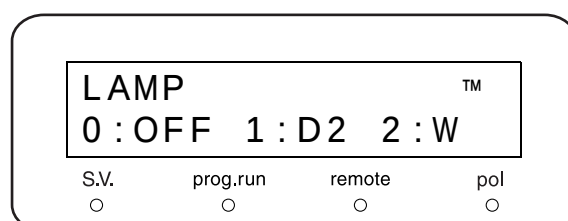


- 3 重复按 **func** 直到显示 [FACTORY]。

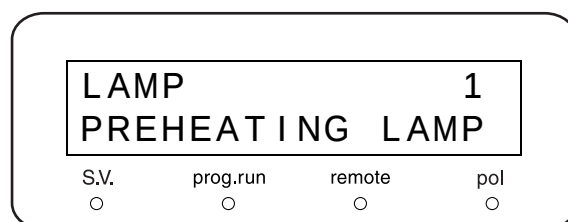


- 4 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。

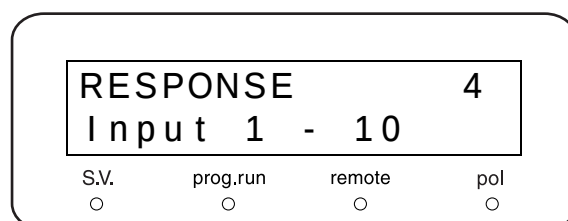
- 5 重复按 **func** 直到显示 [LAMP] (灯开 / 关设定屏幕)。



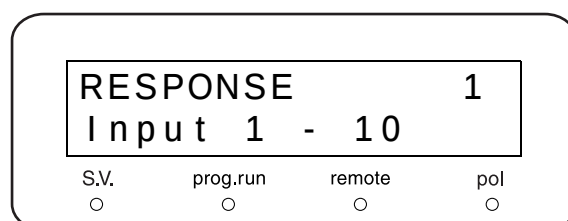
- 6 按 **1**，然后按 **enter**。
氙灯点亮。



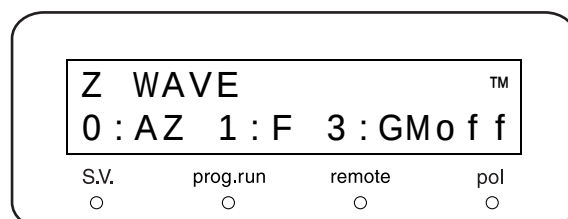
- 7 按 **back**。
出现 [RESPONSE] (响应设定)。



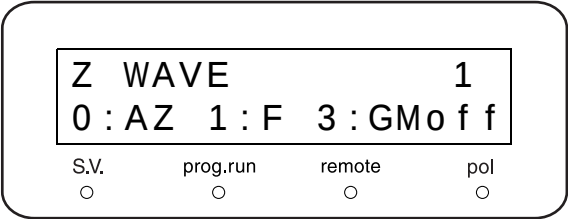
- 8 按 **1**，然后按 **enter**。



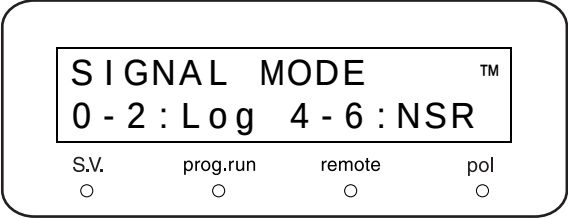
- 9 重复按 **func** 直到显示 [Z WAVE] (自动归零设定)。



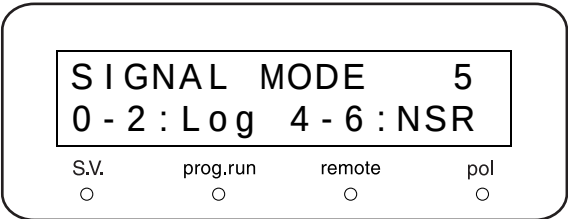
10 按 **1**，然后按 **enter**。



11 重复按 **func** 直到显示 [SIGNAL MODE]（信号模式设定屏幕）。



12 按 **5**，然后按 **enter**。



13 对于 SPD-20AV，按 **back** 以显示 [LAMP POSI]（灯反射设定），并按 **1**，然后按 **enter**。

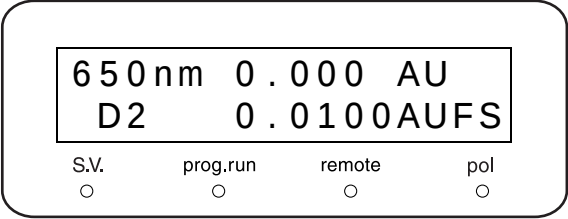
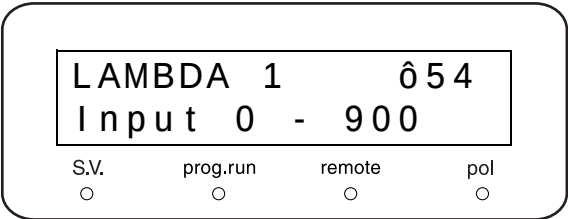
14 遵循下列步骤，在更改波长时运行测试。如果仪器的信号输出到数据处理机，如有必要，请以右侧的表为向导，调整测量范围。

测量范围指导

	254nm	656nm
SPD-20A	2AU	2AU
SPD-20AV	16mAU	2AU

- * 要设定波长
👉 "4.1.1 设定波长 [LAMBDA 1]" P. 4-2
- * 要设定范围
👉 "4.1.2 设定范围" P. 4-4

- ① 在初始屏幕上，按 **func**。
- ② 按 **enter**。
出现 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）。
- ③ 设定波长为 650nm，按 **CE** 两次以返回初始屏幕。然后按 **zero**。
屏幕上的吸光度设定为零。
- ④ 一次更改波长 1nm 并记录显示的吸光度值，直至达到 660nm，然后查找具有最高吸光度值的波长。



7. 硬件认证

⑤ 重复按 **func** 直到显示 [FACTORY]。

⑥ 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。

⑦ 重复按 **func** 直到显示 [LAMP] (灯开 / 关设定)。

⑧ 按 **4**，然后按 **enter**。
这将打开水银灯。

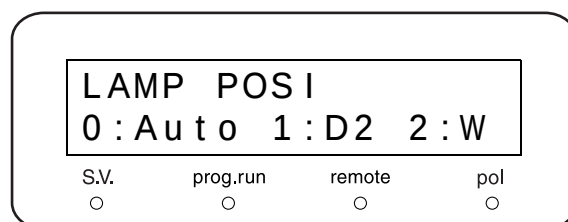
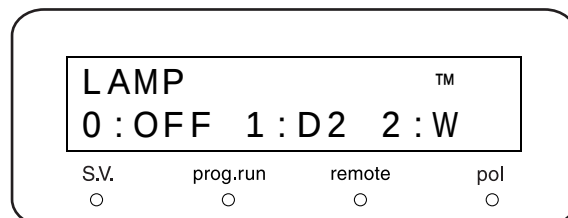
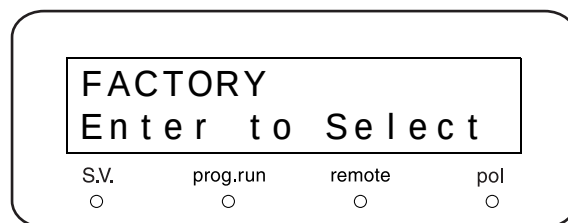
⑨ 重复按 **func** 直到显示 [LAMP POSI]。

⑩ 按 **2**，然后按 **enter**。

⑪ 等待大约 1 分钟直到灯稳定。

⑫ 设定波长为 250nm 并按 **CE** 两次返回到初始屏幕。然后按 **zero**。
屏幕上的吸光度设定为零。

⑬ 一次更改波长 1nm 并记录显示的吸光度值，直至达到 260nm，然后查找具有最高吸光度值的波长。

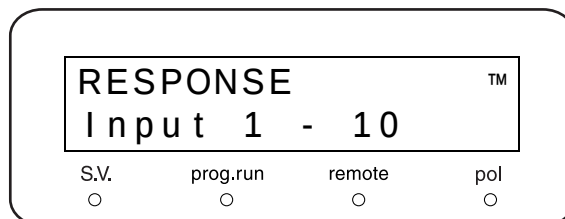


检查评判标准：峰最大吸收波长必须是 $656\pm 1\text{nm}$ 和 $254\pm 1\text{nm}$ 。

■ 检查后续步骤

- 1 在检查完成后，将 [RESPONSE]（响应设定）的值改回为检查前设定的值。

 "4.1.4 设定 [RESPONSE]" P. 4-9



- 2 将 [LAMP]（灯开关设定）的值改回为检查前设定的值。

 "[LAMP]" P. 5-34

- 3 将 [LAMBDA 1]（通道 1 波长设定）的值改回为检查前设定的值。

 "[LAMBDA 1]" P. 5-33

- 4 关闭电源开关然后再次打开。
[SIG MODE]、[Z WAVE] 和 [LAMP POSI] 的值将自动初始化。

■ 补充说明

[Z WAVE] 和 [SIG MODE] 用于检查波长准确度，具有下列功能。

• [Z WAVE]

选择是否自动将输出指示归零，以及在更改波长设定后自动将输出电压归零。

要在测量波长准确度时比较每个波长的强度级别，应将 [Z WAVE] 设定为 [1] 以便不执行自动归零功能。

• [SIG MODE]

选择要传输哪种类型的信号（吸光度、样品池上的光强度、参照池上的光强度等）到显示屏上的输出指示和输出电压端子。

当测量波长准确度时，应将 [SIG MODE] 设定为 [5]，以便使传输通过样品池的光强度出现在显示屏的输出指示上。

• [LAMP POSI]

在此仪器上，[LAMP POSI] 功能通过改变灯罩内反射镜的方向来选择哪一个灯的光将进入分光计。

当 [LAMP POSI] 设定为 [1] 时反射镜朝向使氙灯的光进入仪器的方向，当 [LAMP POSI] 设定为 [2] 时，反射镜朝向使水银灯的光进入仪器的方向。

7.8.4 使用咖啡因的最大吸光度波长检查 UV 波长准确度

此仪器使用 Hg（水银）灯和 D2（氘）灯的组合发射谱线确保在 UV 和可见光范围内的波长准确度。此仪器波长准确度的检查通常按照“7.5.5 波长准确度检查”中所述的方法执行。此部分说明了如何使用化合物执行波长准确度检查，该化合物的吸光度在 UV 范围出现峰。

目的

流通池用咖啡因和甲醇溶液注满，测量多个不同波长的吸光度。通过确定咖啡因最大吸光度的频率是否在规范内来衡量准确度。

检查所需的物品

咖啡因 + 甲醇溶液 (2mg/100mL)	部件号 228-32996-04
甲醇	用于稀释咖啡因和清洗
注射器（标准附件）	部件号 046-00001
注射器适配器（标准附件）	部件号 228-15672-91
PEEK 螺栓（标准附件）	部件号 228-18565

准备

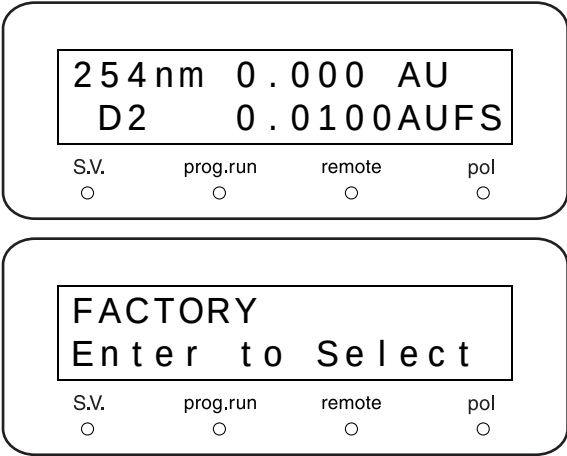
用注射器将甲醇注入流通池流路以清洗。

注意

如果池窗较脏则测量不准。若有必要，用异丙醇或类似溶液清洗池窗。

检查步骤

- 1 确认检测器已使用指定的信号电缆连接到数据处理机。
- 2 按下 **func** 不动以打开电源开关。
显示初始屏幕。
- 3 重复按 **func** 直到显示 [FACTORY]。
- 4 按 **enter**。
出现波长设定屏幕。



5 重复按 **func** 直到显示 [RESPONSE] (响应设定)。

6 按 **1**，然后按 **enter**。

7 重复按 **func** 直到显示 [LAMP] (灯开 / 关设定)。

8 按 **1**，然后按 **enter**。
这将打开氙灯。

9 重复按 **func** 直到显示 [Z WAVE] (自动归零设定)。

10 按 **1**，然后按 **enter**。

11 更改设定，使数据处理机范围在 1.00AUFS 左右。
 "4.1.2 设定范围" P. 4-4

12 用注射器将甲醇注入流通池。

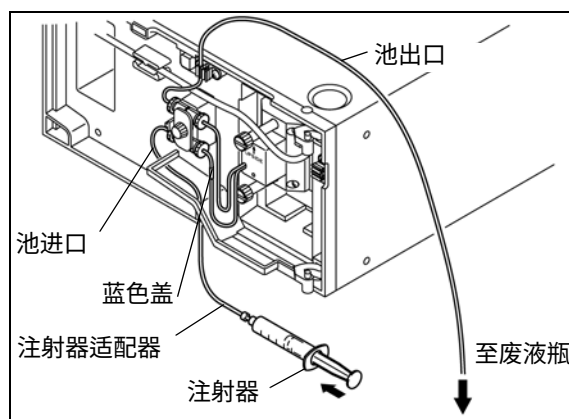
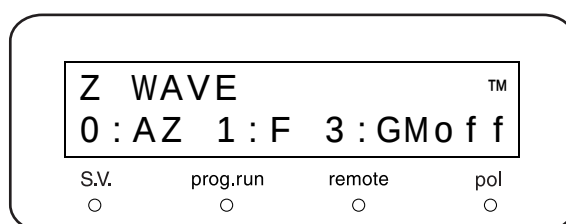
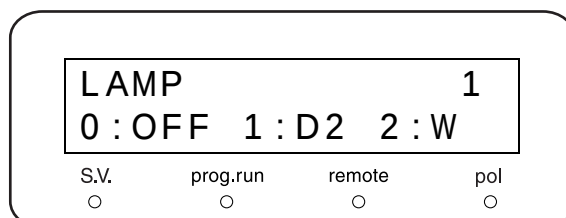
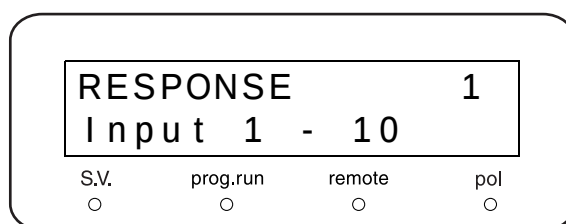
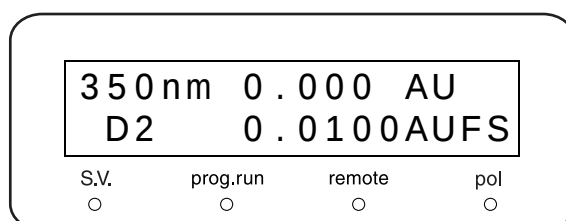
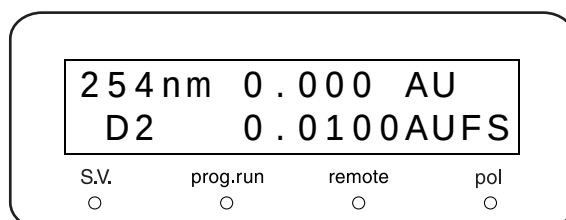


图 7.16

13 重复按 **func** 直到显示 [LAMBDA 1] (通道 1 波长设定)。

14 要在数据处理机上显示检测器的输出，应设定波长为 350nm 并按两次 **CE** 以返回初始屏幕。然后按 **zero**。
屏幕上的吸光度设定为零。



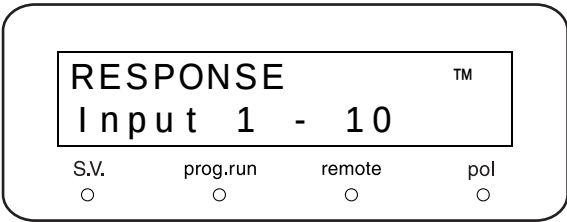
7. 硬件认证

- 15 将数据处理机归零。
- 16 使用注射器，将咖啡因 + 甲醇溶液 (2mg/100mL) 注入流通池。不要让任何气泡进入流路。
- 17 将波长设定以 1nm 的增量从 266nm 增加到 277nm，并在每上升 1nm 后记录显示的吸光度值。
- 18 记录产生最大吸光度值的波长。要通过测试，此波长应满足下列标准：

检查评判标准：峰波长必须是 272±2nm。

■ 检查后续步骤

- 1 将 [LAMP]、[LAMBDA 1] 和 [RESPONSE] 改回为检查前设定的值。
- 2 关闭电源然后再次打开。
[Z WAVE] 的值将自动初始化。



■ 补充说明

- 使用咖啡因的波长准确度检查的接受标准。
咖啡因具有 272nm 的峰吸光度，可在紫外范围内用作参照波长。而且，由于咖啡因不易变质、易于获得、易于操作，所以它也是一种理想的化合物。UV 范围内的波长准确度可以通过比较波长峰来确定，因为波长峰是根据参照波长测量的。
使用咖啡因时，定义接受标准为 272±2nm，对应于使用低压水银灯时的 254±1nm。与水银灯的单色发射谱线形成对比，可能很难获得咖啡因峰波长的精确测量，因为最大吸光度展开到了一个特定角度。所以，吸光度标准设定较低。
- 关于 [Z WAVE] 功能
选择是否自动将输出指示归零，以及在更改波长设定后自动将输出电压归零。
要在测量波长准确度时比较每个波长的强度级别，应将 [Z WAVE] 设定为 [1] 以便不执行自动归零功能。

7.8.5 检查空气池的漂移和噪音

■ 目的

空气池是指池中的容纳物用空气替代并且完全干燥的流通池。
此检查的目的是检查光学系统本身的性能，忽略较脏池窗以及流过池的液体的影响。
如果在流通池充满液体时漂移和噪音较高，如同“7.5.9 漂移 / 噪音检查”那样，应执行此检查以辨别这是与较脏的池窗和流过池的液体有关，还是与仪器的光学系统有关。

■ 检查所需的物品

空池组件或常规流通池	空池部件号 228-32686-91
数据处理机	
测径器或测量尺	对于将 Chromatopac 用作数据处理机的情况

■ 准备

当使用常规流通池时

- 1
- 传送甲醇通过流通池以清洗该池。
- 2
- 用注射器和注射器适配器将甲醇推出流通池。
- 3
- 取下池窗螺丝和密封圈。

 "8.3 流通池拆卸 / 清洗和更换" P. 8-8

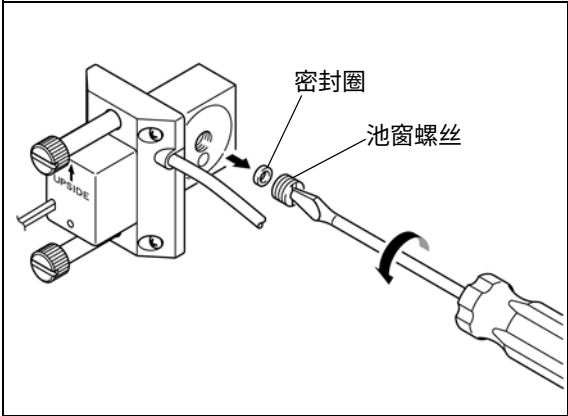


图 7.17

- 4 等待池内部的流路自然干燥。然后重新安装流通池。
- * 要重新安装流通池：
确定池的位置，使箭头向上。然后将池上的针孔与检测器上的定位针对准，滑入流通池。

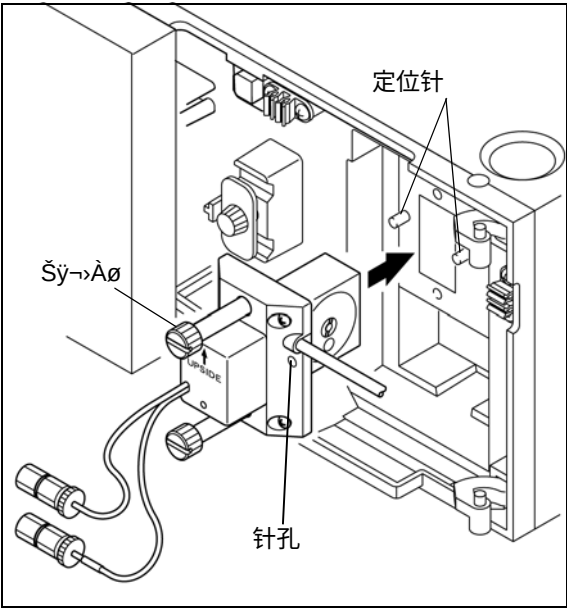


图 7.18

当使用空池组件时

- 1 取下流通池。
- 2 安装空池组件。

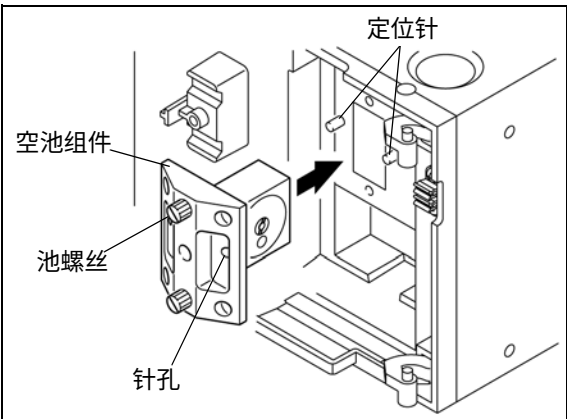


图 7.19

■ 检查步骤

根据 "7.5.9 漂移 / 噪音检查" 中的说明执行检查。

 "7.5.9 漂移 / 噪音检查" P. 7-21

8

维护

目录

8.1	定期检查与维护	8-2
8.2	流通池的检查和基本清洗	8-4
8.3	流通池拆卸 / 清洗和更换	8-8
8.4	灯的更换	8-11
8.5	保险丝的更换	8-19
8.6	波长准确度校正	8-21
8.7	吸光度准确度校正	8-23
8.8	吸光度线性度校正	8-27
8.9	外部清洁	8-29

8.1 定期检查与维护

请定期检查此仪器以确保安全使用。
岛津办事处会根据服务合同为您进行定期检查。
有关维护检查合同的信息，请与岛津办事处联系。

 **警告**

- 除非在此特别说明，请确保在检查和维护之前关闭仪器的电源并拔下电源插头。否则可能会引起火灾、电击或发生故障。

 **小心**

- 更换部件时，请务必使用 "1.3 组成部件" 和 "9.3 维护部件" 中列出的部件。
如果使用其他部件，可能导致人身伤害或仪器故障。
- 请勿取下主盖板。否则可能导致人身伤害或仪器故障。
请与岛津办事处联系以取下主盖板。

8.1.1 检查和维护之前

- 用水替换流路中的流动相。
- 擦去前面板和主盖板上的灰尘。
- 用薄纸或用水沾湿的软布擦去键盘上的灰尘。

8.1.2 定期检查和维护清单

 **小心**

此表中列出的更换和维护周期仅供参考。这些周期不是保用期。根据使用条件而有所变化。

检查 / 维护项目	1 年	2 年	3 年	6 年	备注	页码
更换池垫圈	×				在拆除池后更换	P.8-8
拆除、清洗和检查流通池		×				
更换 D2 灯		×			使用寿命：累计 2000 小时 ([D2 LAMP USED] VP 功能提供了警告信息)	P.8-11
更换 W 灯 (仅适用于 SPD-20AV)			×		使用寿命：累计 2000 小时 ([W LAMP USED] VP 功能提供了警告信息)	
更换保险丝			×			P.8-19

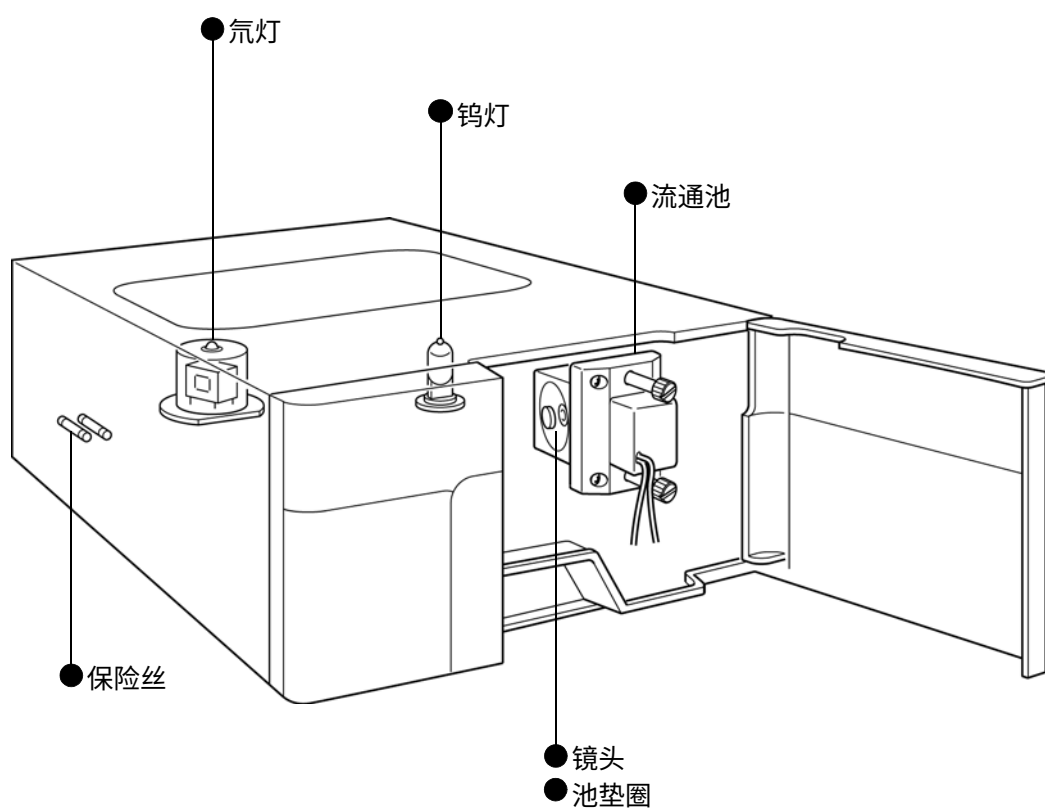


图 8.1

8.1.3 检查和维护后的漏液检查

在检查和维护之后，请检查送液过程中是否漏液。

 "6.1 故障排除和应对措施" P. 6-2

8.2 流通池的检查和基本清洗

8.2.1 取下并检查流通池

■ 流通池部件的名称

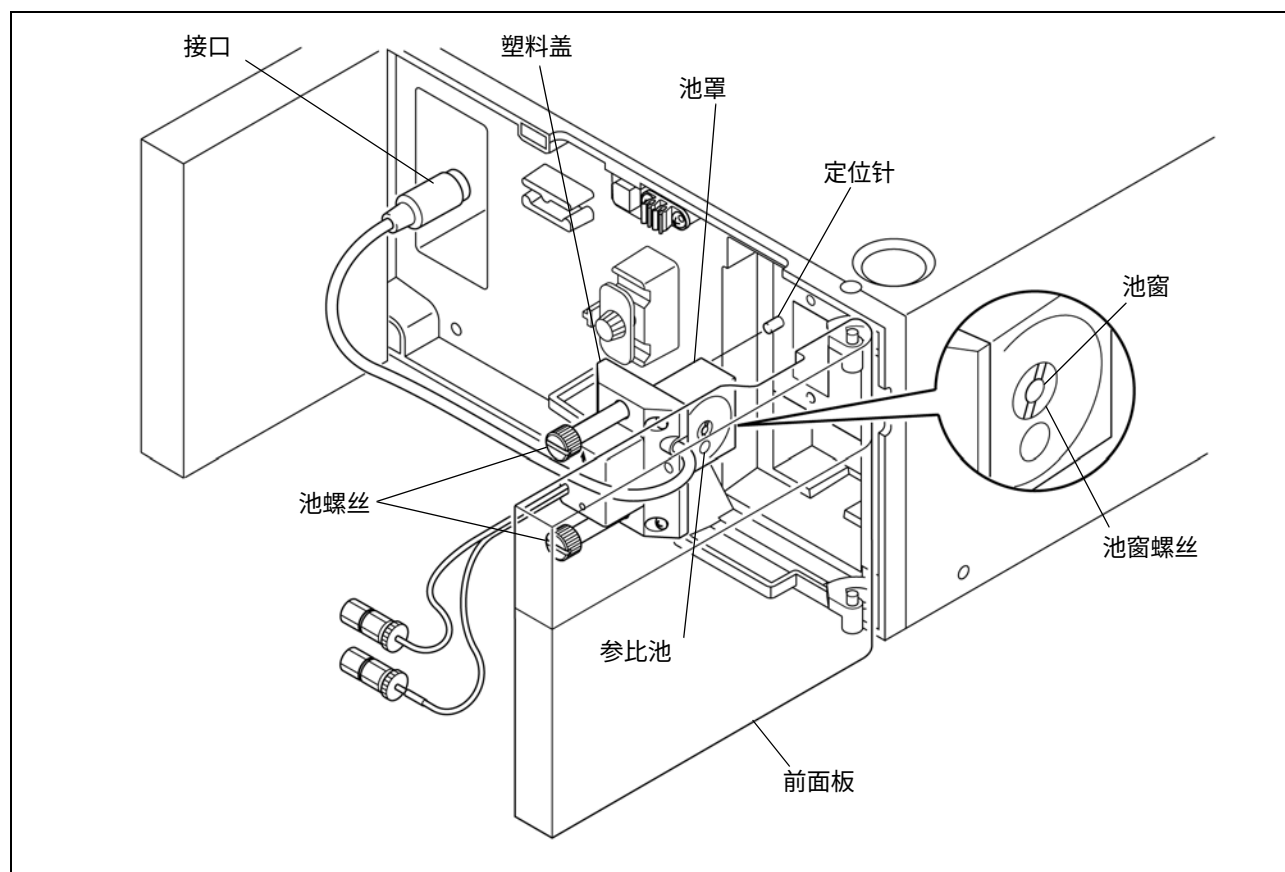


图 8.2

- 1 打开前面板。
- 2 拧下二通螺丝并从检测器取下二通 1.6-0.8C。
- 3 从检测器取下接口，拧下两个池螺丝（上下），并从检测器取下流通池。

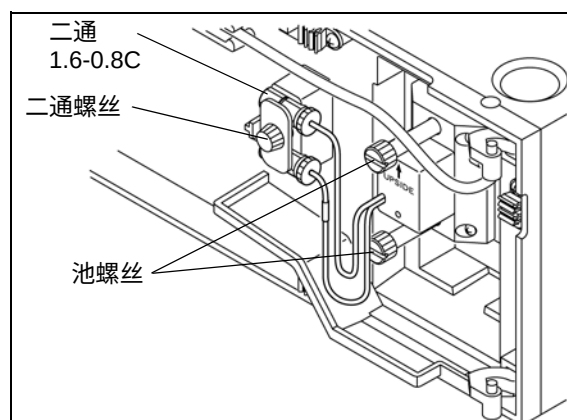


图 8.3

注意

不要从池罩上取下塑料盖。

- 4
- 保持流路管路处于连接状态，传送流动相通过流路。
- 5
- 随着流动相流过流路，通过池窗观察池内部，检查有无气泡或脏物。如果有，应清洗流通池。（请参见下一节。）

8.2.2 清洗流通池

下面介绍了从流通池内部清除气泡和脏物的步骤。

必需的部件

部件	类型	部件号
注射器	标准附件	046-00001
注射器适配器	标准附件	228-15672-91

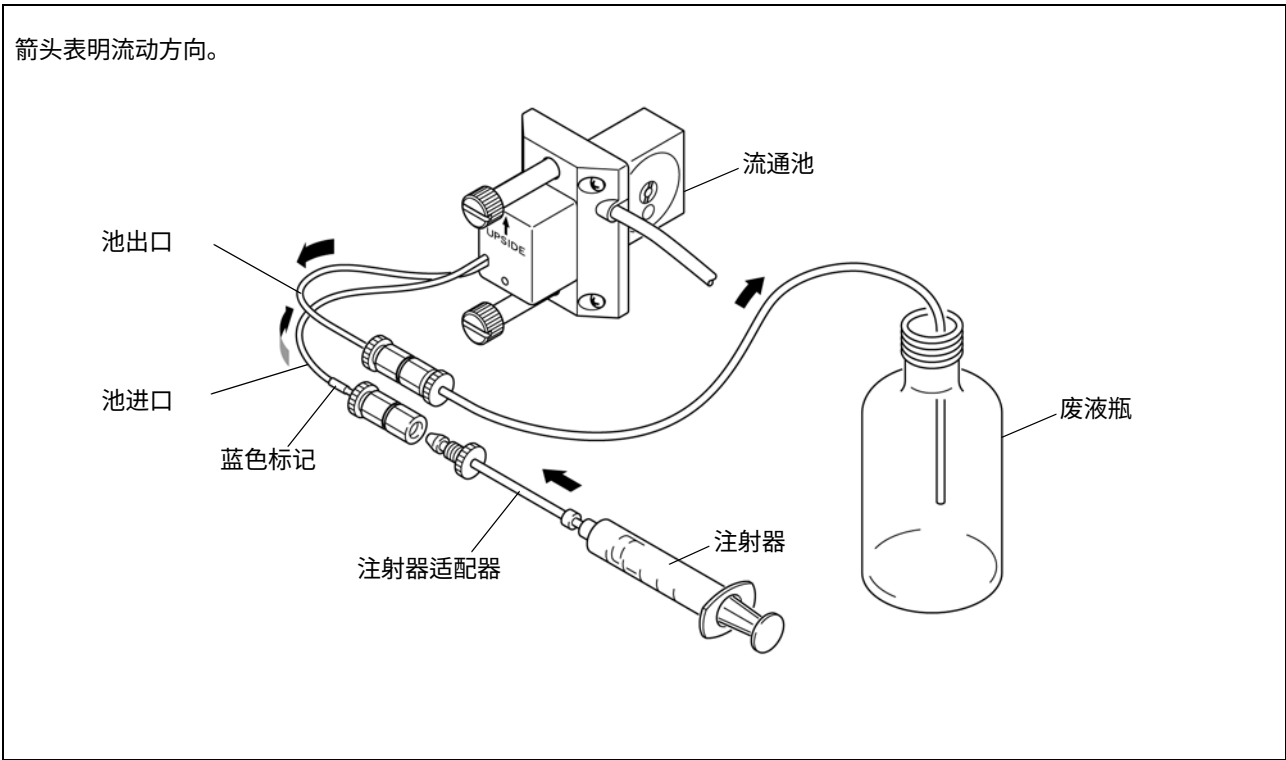


图 8.4

- 1 将注射器适配器插入注射器头部，顺时针旋转使其就位。

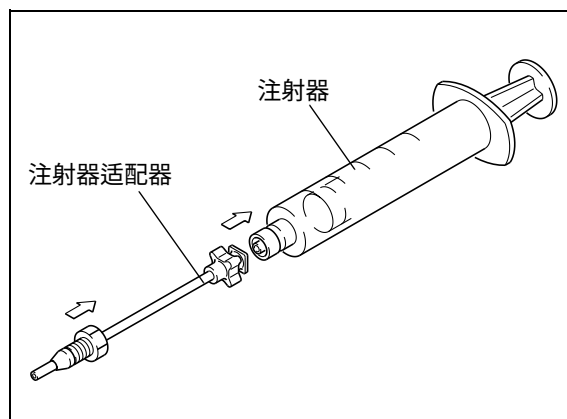


图 8.5

- 2 从池进口（蓝色标记）末端的二通 1.6-0.8C 上拧下螺栓 PEEK。

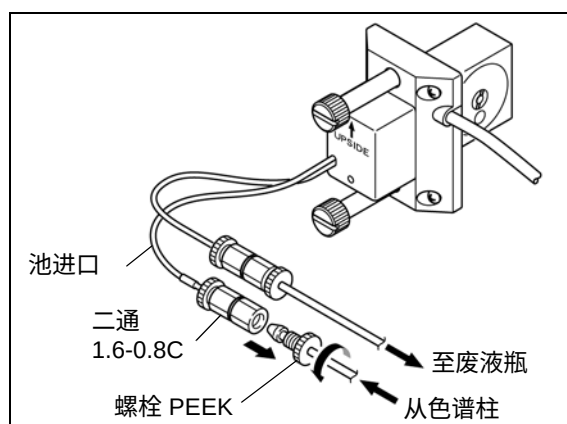


图 8.6

- 3 将注射器适配器的末端，以及它的 1.6MN 螺栓，插入二通 1.6-0.8C，并拧紧螺栓。

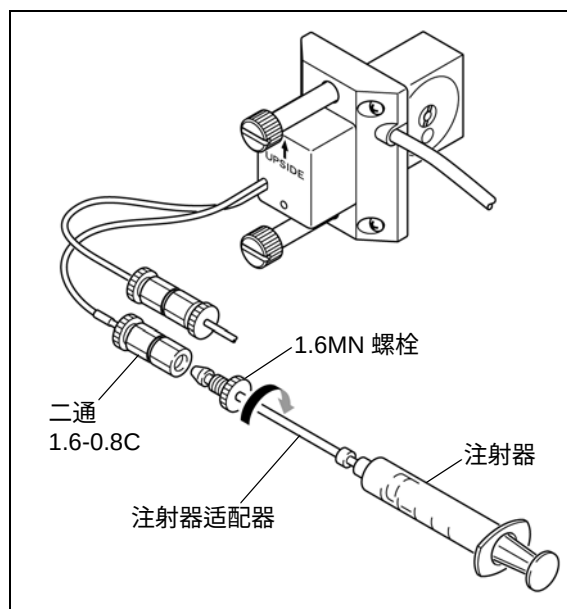


图 8.7

- 4 用异丙醇注入注射器，缓缓推入柱塞。酒精将注入池内部，清洗该池。
- 5 用流动相注入注射器，并按下注射器柱塞。酒精将注入池内部，进一步清洗该池。
- 6 拧下注射器适配器末端的 1.6MN 螺栓，并将注射器适配器末端从接头上取下。

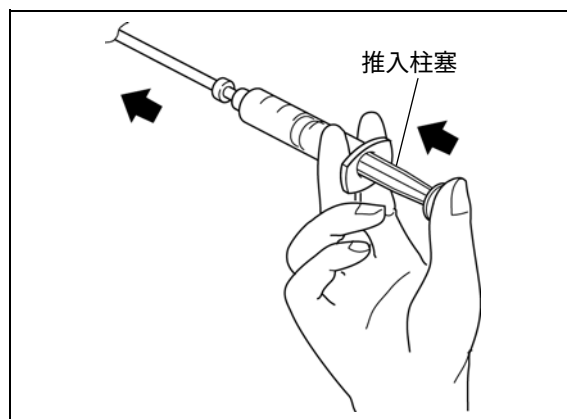


图 8.8

8.2.3 重新安装流通池

- 1 确定池的方向，使其箭头指向上。然后将池中的针孔与检测器上的定位针对准，滑动池到定位针上，并将它直接按压在检测器上。
- 2 分别拧紧两个池螺丝。
- 3 将接口插入检测器。
- 4 用二通螺丝将二通 1.6-0.8C 固定到检测器上。
- 5 将管路从色谱柱连接到池进口（蓝色标记），并将池出口连接到进入废液瓶的管路。

注意

在执行上述操作时，不要让任何气泡进入流路。

- 6 重新盖上前面板。

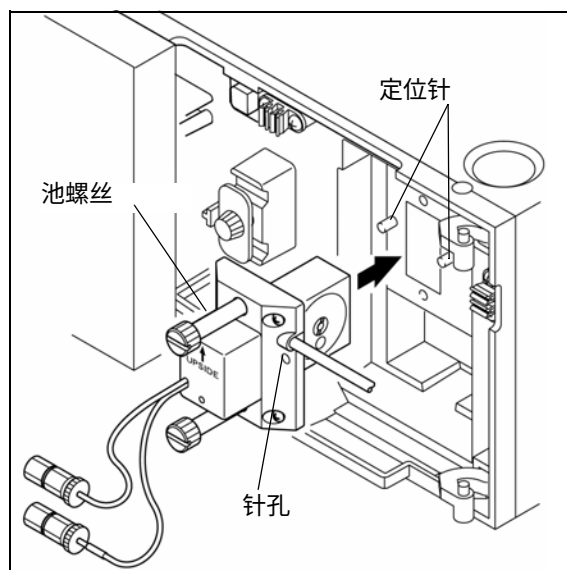


图 8.9

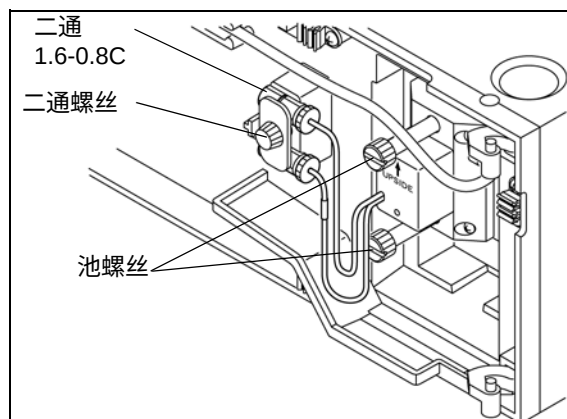


图 8.10

8.3 流通池拆卸 / 清洗和更换

必需的部件

部件	类型	部件号
池垫圈	易损部件	228-35097-95 (2 件)
镜头	易损部件	228-14572
池窗	易损部件	228-18058

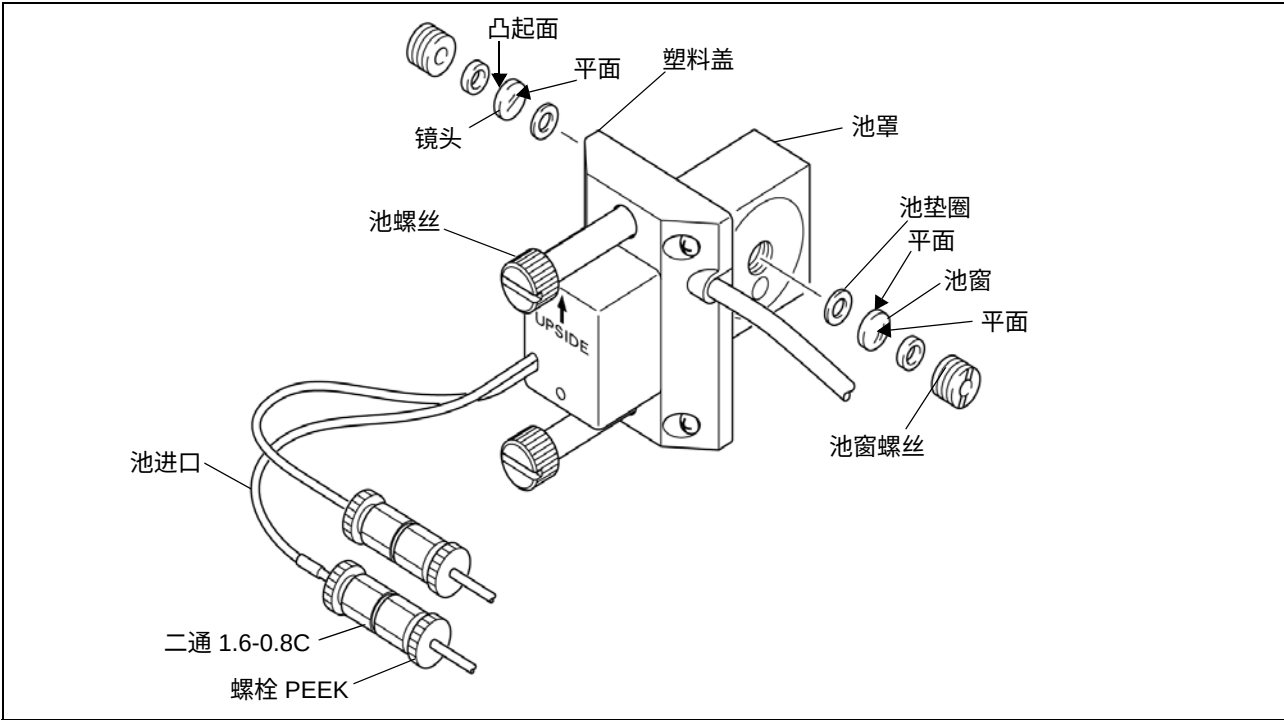


图 8.11

- 1 打开前面板。
- 2 从池进口（蓝色标记）末端的二通 1.6-0.8C 上拧下螺栓 PEEK。
- 3 取下流通池接口和二通 1.6-0.8C，拧下池螺丝（1 上 1 下），并从仪器上取下流通池。

注意

不要从池罩上取下塑料盖。

- 4 拧下池任意一侧上的池窗螺丝。同时取下密封圈。

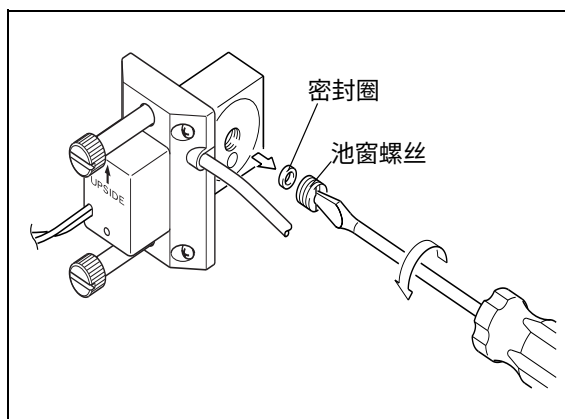


图 8.12

- 5 用牙签或类似器具从池的两侧取下镜头，池窗和垫圈。

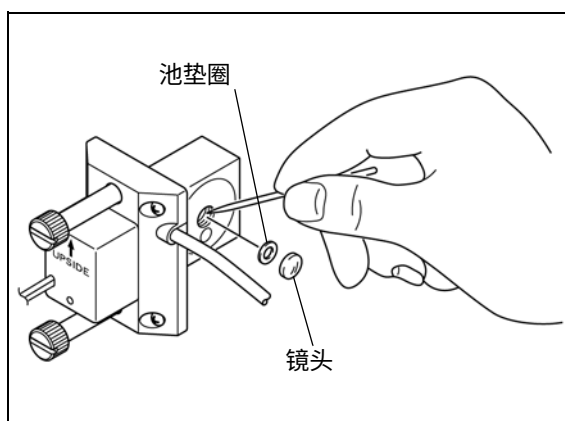


图 8.13

- 6 在异丙醇超声波浴中清洗镜头 5 分钟。如果还不能去除污点，应丢弃此镜头并安装新的。

注意

- 用浸湿异丙醇的干净棉签清洗池罩的内表面。
- 无论何时拆除流通池都应更换池垫圈。
- 在使用前应擦去新垫圈上的灰尘。

- 7 按顺序安装新的池垫圈、镜头和密封圈，并拧紧池窗螺丝。

注意

- 安装镜头，使其凸面向外。否则会损坏镜头。
- 不要反过来安装镜头和池窗。否则会损害检测器的性能。

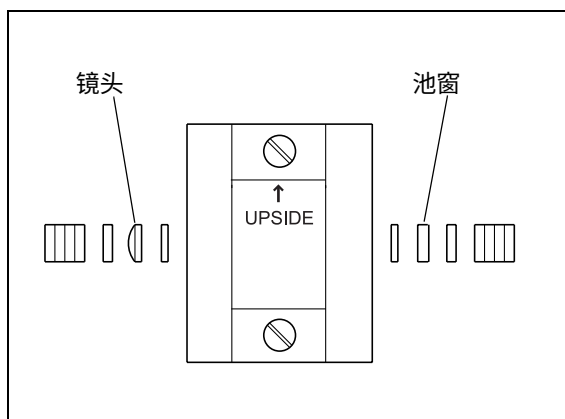


图 8.14

8. 维护

注意

- 装配后的检查
重新在仪器上安装流通池前，传送流动相通过流通池及其进样管，检查有无漏液。

8 确定池的方向，使其箭头指向上。然后将池中的针孔与检测器上的定位针对齐，向定位针滑动池，并将它直接按压在检测器上。

9 分别拧紧两个池固定螺丝。

10 用二通螺丝将二通 1.6-0.8C 固定到检测器上。

11 将流通池接口插入检测器。

12 将第 2 步取下的 PEEK 螺栓拧入到池进口的二通 1.6-0.8C 中。

13 重新盖上前面板。

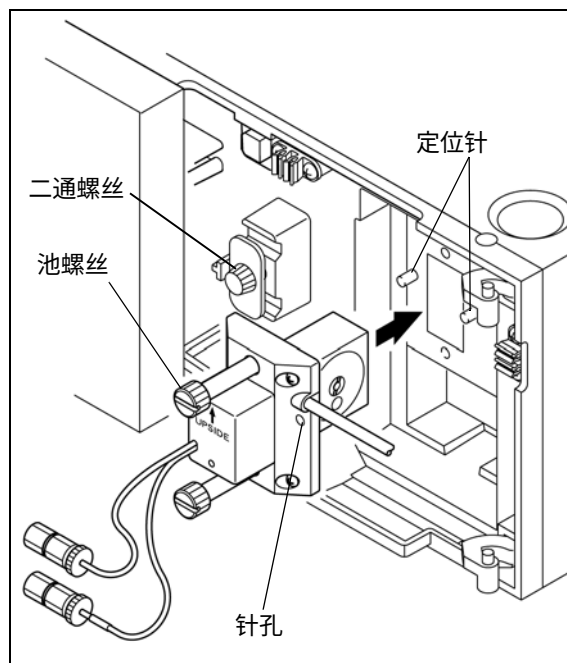


图 8.15

8.4 灯的更换

SPD-20A 有 D2 灯，SPD-20AV 有 D2 灯和钨灯。这些灯需要定期更换。

当此检测器中的 D2 灯和 W 灯达到寿命时，强度将下降并且基线噪音将增加。用以下列出的寿命等级作为指导，更换新灯。

灯寿命等级

D2（氙）灯：大约 2,000 小时

W（钨）灯：大约 2,000 小时 *

* 关于 W 灯的保证寿命

根据制造商的说明，W 灯的寿命等级是以众多灯的平均寿命周期定义的。鉴于此，对于单个灯，它可能在达到 2,000 小时寿命等级前就烧坏。

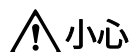
W 灯的保证寿命为 1,200 小时。如果在灯达到 1,200 个使用小时前烧坏，可以免费更换。

D2 灯的保证寿命相同于寿命等级 2,000 小时。



警告

更换灯前，应关闭检测器电源开关并拔下插头。否则可能会导致火灾、电击或发生故障。而且，也不要再在灯罩暴露时打开电源。您可能会受到紫外线的伤害。



小心

- 更换灯前，应关闭电源并给予足够的时间使灯完全冷却。
灼热的灯会导致起火。
- 更换灯时，请小心不要在反射镜表面、D2 灯、过滤器表面或钨灯上留下任何灰尘和污点。如果这些表面变脏，将无法获得准确的分析。
- 更换灯时，请小心不要直接用手触摸玻璃部件。
拿放灯时请用棉纱包裹。
- 如果灯脏了，请用浸有酒精的镜头纸擦拭。
- 请小心不要打碎灯。
- 不要摇晃灯。

必需的部件

部件	类型	部件号
D2（氙）灯	易损部件	228-34016-02
W（钨）灯（仅适用于 SPD-20AV）	易损部件	670-14602

8.4.1 取下顶盖和散热片组件

- 1 卸下两个顶盖安装螺丝，并取下顶盖。
- 2 松开灯箱中固定散热片组件的四个螺丝，并取下散热片组件。
现在可以看到灯罩内的 D2 灯了（也可以看到 SPD-20AV 中的钨灯）。

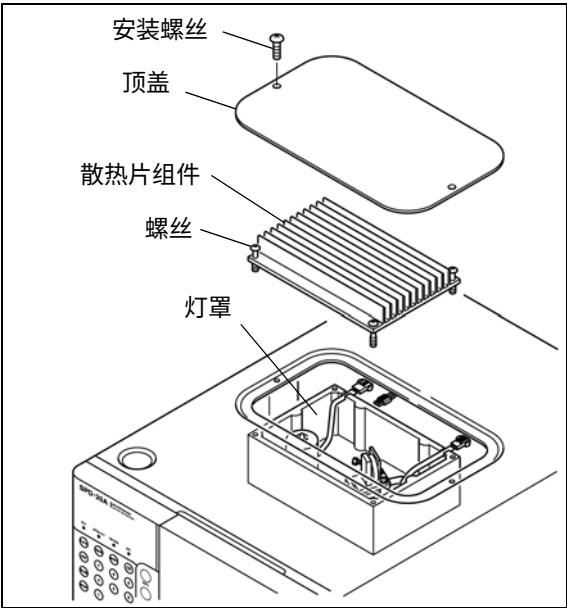


图 8.16

注意

不能取下散热片组件的四个安装螺丝。

● 灯安装布局图

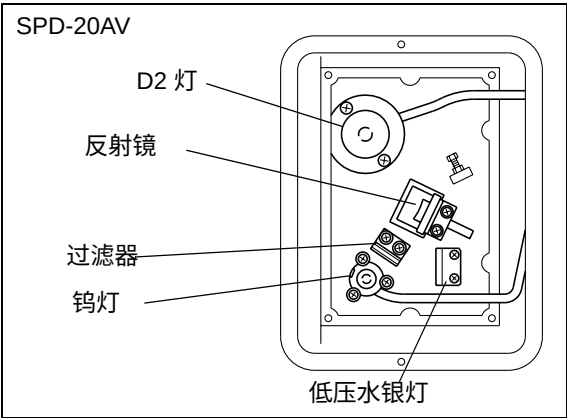


图 8.17

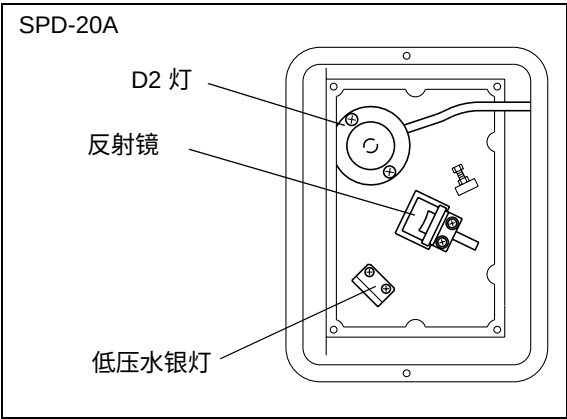


图 8.18

8.4.2 氙灯的更换

1 断开 D2 灯电缆上的 3 针接口。

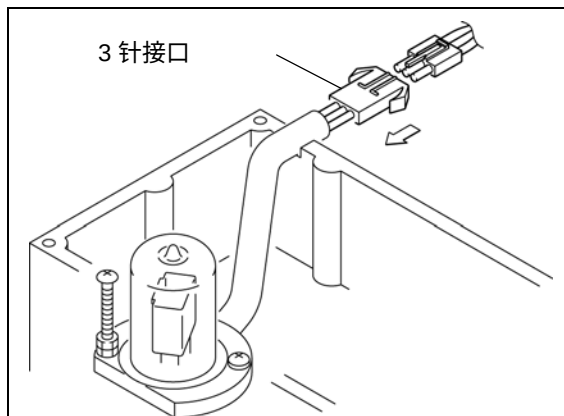


图 8.19

2 取下 D2 灯螺丝（一长一短），并取下 D2 灯。

注意

- 长螺丝上的螺母已经设定到特定位置。不要松开或移动它。
- 避免将螺丝掉落在检测器底版上，那样会很难取出。但是，一旦掉落请务必取出。

⚠ 小心

- 请小心不要打碎 D2 灯的玻璃。
- 如果难于取下 D2 灯，应缓慢均匀地拧上其中两个螺丝以将 D2 灯从灯罩上取下。

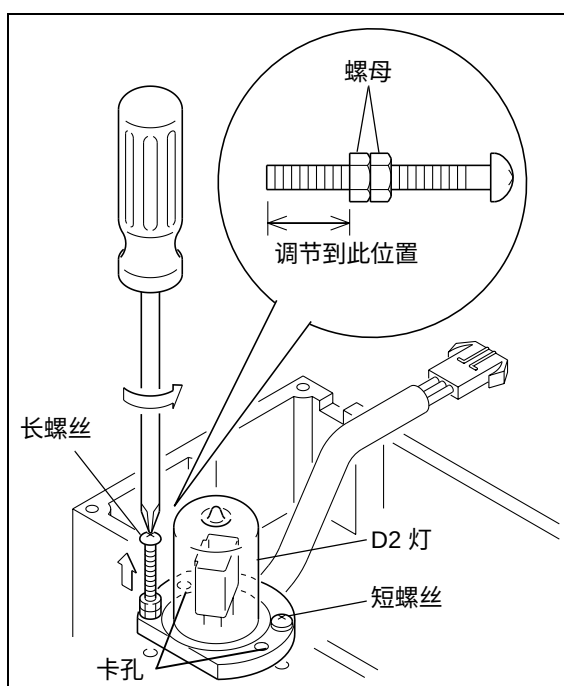


图 8.20

3 在位置上放入新的 D2 灯，并用螺丝固定。

注意

在定位灯时，请用纱布握住以保持表面干净。如果灯变脏，将无法获得准确的分析。
当玻璃表面较脏时不能获取准确的读数。
用浸有酒精的布擦去玻璃表面上的指印。

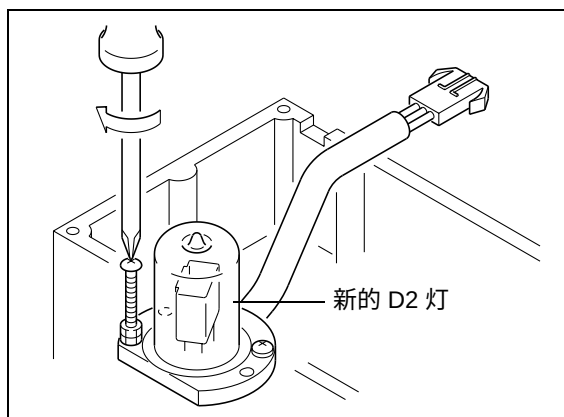


图 8.21

4 重新连接 3 针接口。

**小心**

确保电缆卡入灯罩上的缺口，并且 3 针接口在灯罩外。如果电缆没有在缺口中，可能会折断，引起短路或灯故障。（同样适用于 W 灯。）

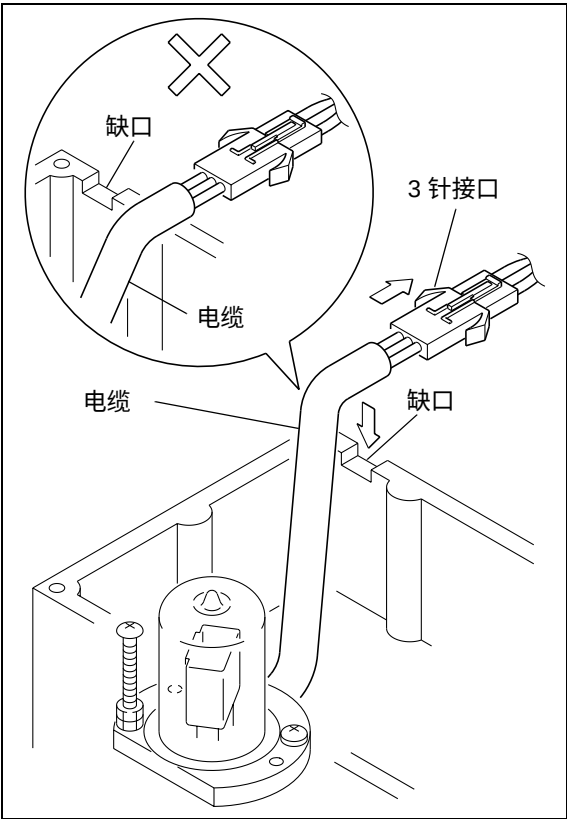


图 8.22

5 分别更换灯罩和检测器的散热片组件和顶盖，拧紧螺丝。

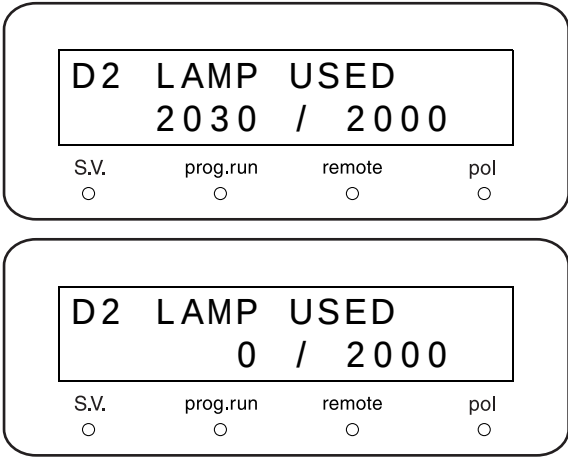
重新设定灯操作时间

- 1 插上检测器的插头，打开电源开关。显示初始屏幕。
- 2 显示 [D2 LAMP USED] VP 功能（在维护支持组中）。
 "5.1.3 VP 功能屏幕" P. 5-7
 "[D2 LAMP USED]" P. 5-49
- 3 按 **0**，然后按 **enter**。
计时器复位，[D2 LAMP USED] 的值更改为 [0]。

注意

用完的氙 (D2) 灯应按照工业废品的形式处理。
 "处理氙 (D2) 灯和钨 (W) 灯的注意事项" P.XV

显示 [D2 LAMP USED]



8.4.3 钨灯的更换（仅适用于 SPD-20AV）

- 1** 断开 W 灯电缆末端的 2 针接口。

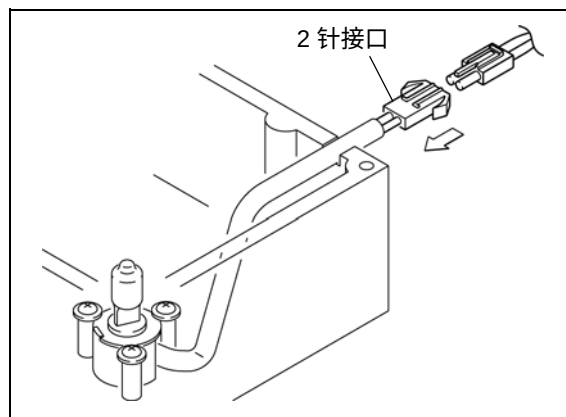


图 8.23

- 2** 松开三个灯螺丝，取下 W 灯。

注意

钨灯以垫圈（每个螺丝一个）固定。要取下灯只需松开螺丝。不要从灯罩上取下螺丝和垫圈。

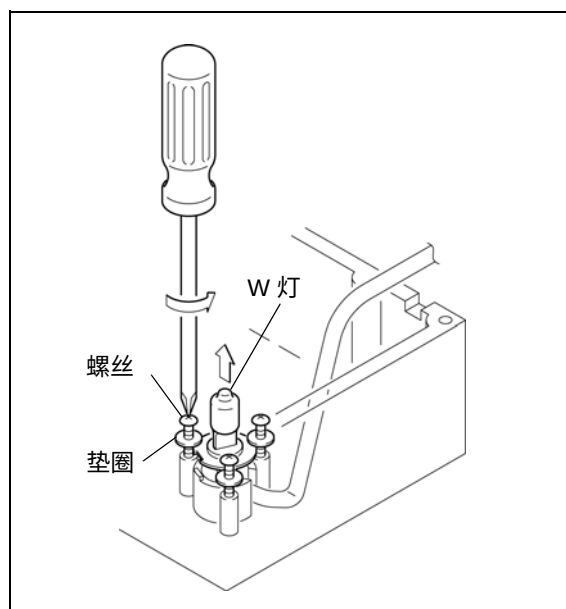


图 8.24

- 3** 将新灯放在灯座的位置上，灯座上的突出部分对准灯凸缘上的缺口。

注意

在定位灯时，请用纱布握住以保持表面干净。
当玻璃表面较脏时不能获取准确的读数。
用浸有酒精的布擦去玻璃表面上的指印。

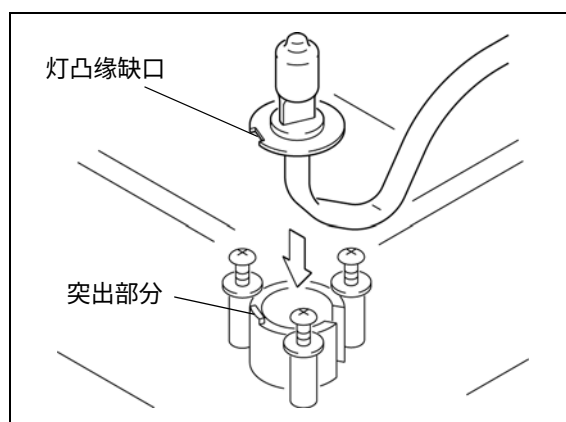


图 8.25

- 4** 分别拧紧三个灯螺丝。

5 重新连接 2 针接口。

 **小心**

确保电缆卡入灯罩上的缺口，并且 2 针接口在灯罩外。如果电缆没有在缺口中，可能会折断，引起短路或灯故障。（同样适用于 D2 灯。）

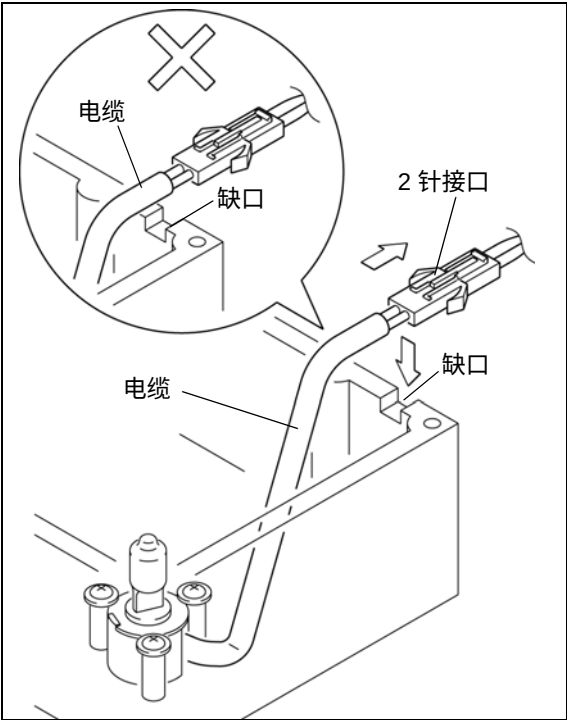


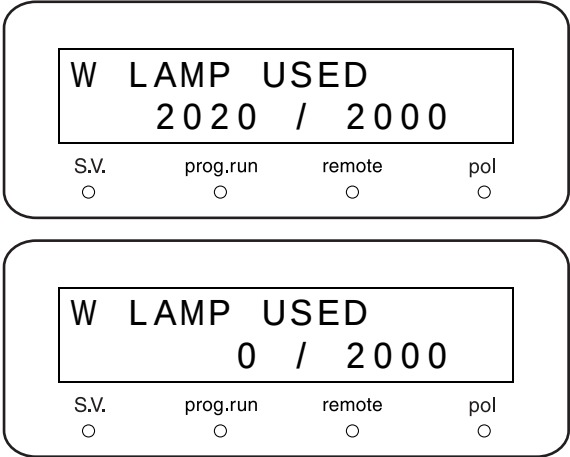
图 8.26

6 分别更换灯罩和检测器的散热片组件和顶盖，拧紧螺丝。

重新设定灯操作时间

- 1 插上检测器的插头，打开电源开关。
显示初始屏幕。
- 2 显示 [W LAMP USED] VP 功能（在维护支持组中）。
 "[W LAMP USED]" P. 5-49
- 3 按 **0**，然后按 **enter**。
计时器复位，[W LAMP USED] 的值更改为 [0]。
- 4 按 **CE** 两次。
显示初始屏幕。

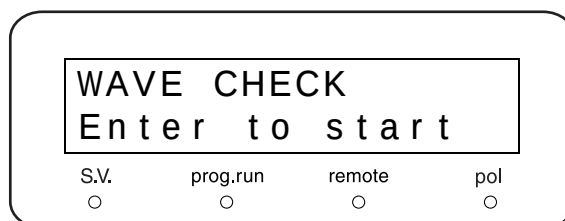
显示 [W LAMP USED]



■ 设定亮度

1 重复按 **func** 直到显示 [CONTROL]。

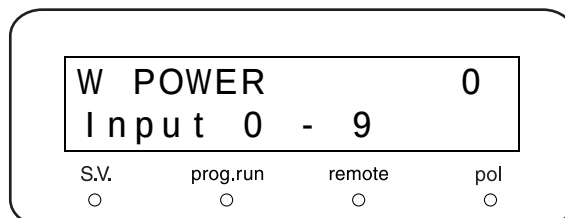
2 按 **enter**。
显示 [WAVE CHECK]。



3 重复按 **func** 直到显示 [W POWER]。

显示 [W POWER]

4 如果 [W POWER] 的值大于 0，按 **0**，然后按 **enter** 以将该值设定为 0。



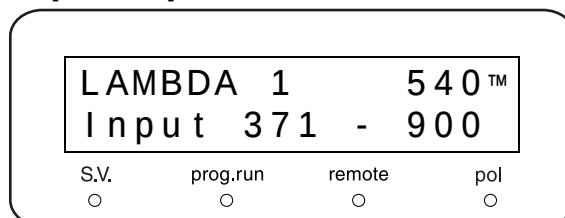
5 按 **CE**。
显示 [CONTROL]。

6 按 **back**。
显示 [PARAMETER]。

7 按 **enter**。
显示 [LAMBDA 1]。

显示 [LAMBDA]

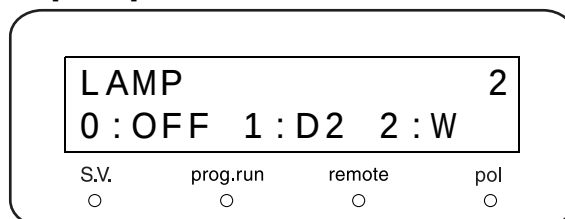
8 按 **5**、**4**、**0** 和 **enter**。
这将设定波长为 540nm。
 "4.1 单波长模式设定" P. 4-2
以前 [LAMP] 设定为 [2]。



9 按 **CE**。
显示 [PARAMETER]。

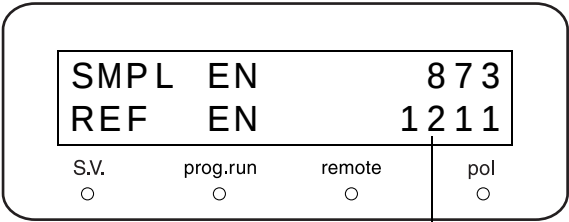
显示 [LAMP]

10 重复按 **func** 直到显示 [MONITOR]。



- 11
- 按 **enter**。
- 显示 [REF EN]。
- 如果 [REF EN] 的值大于 [1000]，则灯的更换已完成。
 - 如果 [REF EN] 的值小于 [1000]，继续到下面的第 12 步。

显示 [REF EN]



如果此值超过 [1000] 那么灯的更换已完成

- 12
- 返回到 [W POWER] 显示。增加 [W POWER] 的值到 [1]。增加此值会引起 540nm 处的 [REF EN] 读数成比例增加。然后返回到 [REF EN] 显示。如果 [REF EN] 的值大于 [1000]，则灯的更换已完成。否则，继续每次增加 1 个单位的 [W POWER] 直到出现上述结果。

注意

[W POWER] 的最大值是 [9]。

"[W POWER]" P. 5-39

注意

用完的钨 (W) 灯应按照工业废品的形式处理。

"处理氙 (D2) 灯和钨 (W) 灯的注意事项" P.XV

8.5 保险丝的更换

警告

- 在更换保险丝前请关闭仪器的电源并拔下插头。
 - 对于更换件，仅应使用正确型号和额定值的保险丝。
- 违反上述注意事项会引起火灾、电击或短路。

保险丝的正确额定值是：

- 100V AC / 120V AC 仪器的必需部件

部件	类型	部件号
250V 4AT (5 × 20)	可更换部件	072-02004-22

- 230V AC / 240V AC 仪器的必需部件

部件	类型	部件号
250V 3.15AT (5 × 20)	可更换部件	072-02004-21

1 用平头螺丝刀撬下固定座盖。

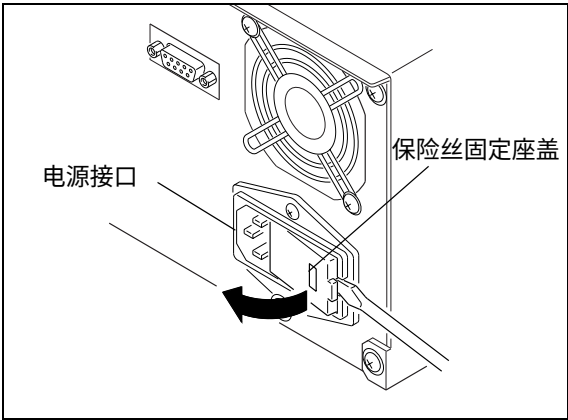


图 8.27

2 取下两个保险丝固定座。

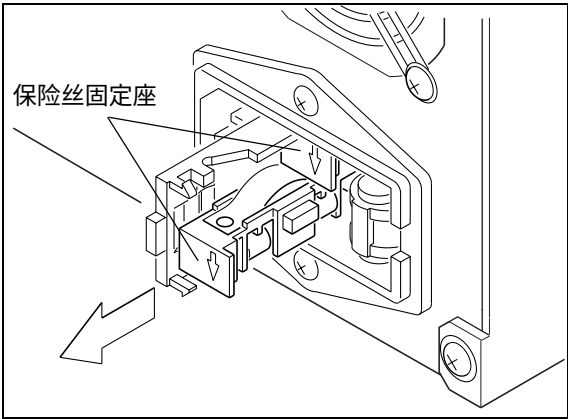


图 8.28

3 将熔断的保险丝从它的固定座中取下。

4 将新的保险丝按入固定座中。

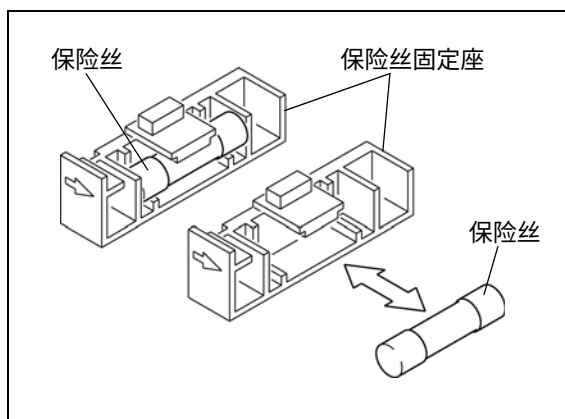


图 8.29

5 定位保险丝固定座，使箭头指向底部，并将它放入检测器。

6 重新放回保险丝固定座盖，使其卡入位置中。

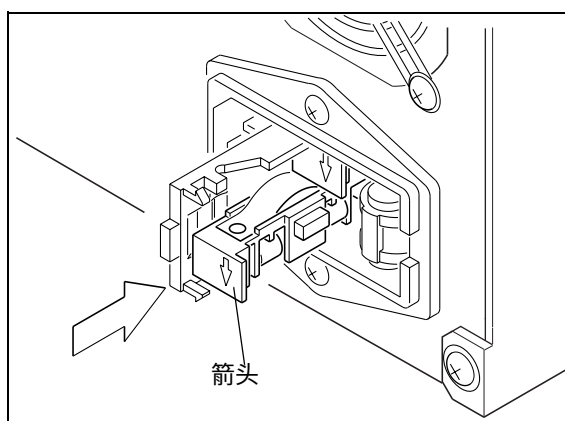


图 8.30



小心

当保险丝盒盖打开后，即露出电源电压选择器（旋转开关）。不要触摸此选择器，否则仪器可能会损坏。



"9.1.3 电源连接" P. 9-6

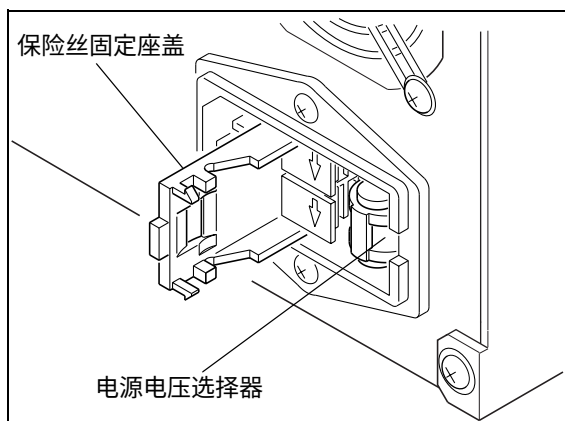


图 8.31

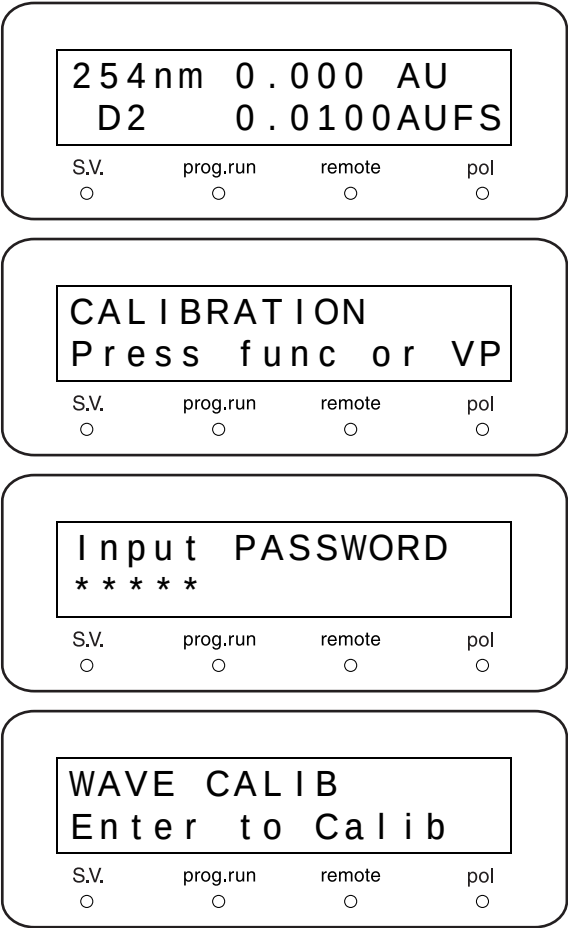
8.6 波长准确度校正

测量由水银灯和氙灯产生的发射谱线光谱中的峰波长，并对波长进行校正以将波长变动最小化。

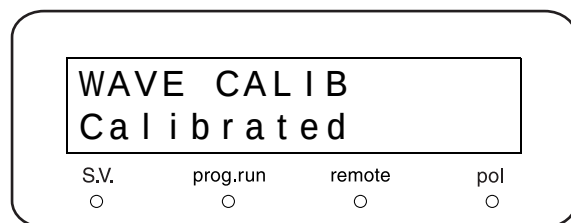
必需的部件

部件	类型	部件号
蒸馏水、甲醇或乙腈	-	-
注射器	标准附件	046-00001
注射器适配器	标准附件	228-15672-91

- 1 用泵传送水、甲醇或乙腈通过流通池，或用注射器和注射器适配器将三种液体之一注入流通池。
请参考 "8.2.2 清洗流通池 " 以获取注射器和注射器适配器正确使用方法。
- 2 确保流通池中 没有气泡，然后再将流通池装入检测器中。
- 3 重复按 **CE** 直到显示初始屏幕。
- 4 重复按 **VP** 直到显示 [CALIBRATION]。
- 5 按 **func**。
出现密码输入屏幕。
- 6 输入密码。
缺省的密码是 [00000]。
- 7 重复按 **func** 直到显示 [WAVE CALIB]。
- 8 按 **enter**。
波长准确度校正自动运行。



9 校正结束后屏幕上出现 [Calibrated]。



10 确认校正已经成功完成。
 "7.5.5 波长准确度检查 " P. 7-10

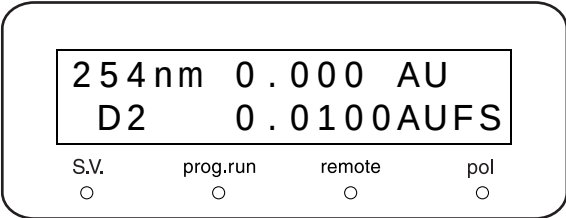
8.7 吸光度准确度校正

校正吸光度准确度，以便最小化屏幕上显示的吸光度值（当存在测试的吸光度校正过滤器时）与过滤器的吸光度值之间的差异。

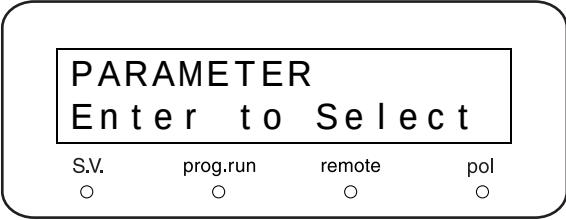
必需的部件

部件	类型	部件号
过滤器固定座	工具	228-35011-91
吸光度校正过滤器 (包括合格证明页)	工具	228-40251

1 重复按 **CE** 直到显示初始屏幕。设定仪器为单波长模式。

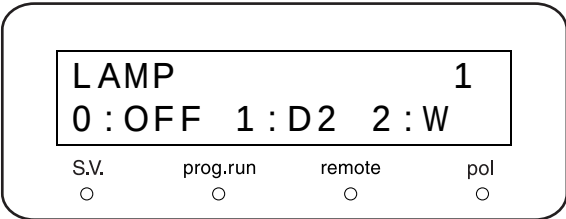


2 按 **func**。
出现 [PARAMETER]。



3 重复按 **func** 直到显示 [LAMP]。

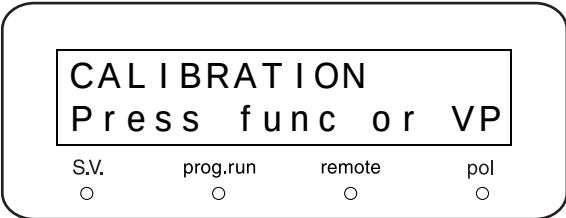
4 按 **1**。
这将打开氙灯。



5 重复按 **CE** 直到显示初始屏幕。

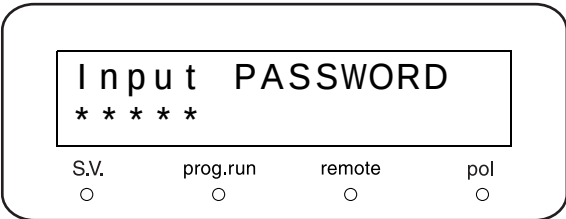
6 重复按 **VP** 直到显示 [CALIBRATION]。

7 按 **func**。



8 出现密码输入屏幕。

9 输入密码。
缺省的密码是 [00000]。



10 重复按 **func** 直到显示 [ABS CALIB]。

11 [ABS CALIB Set FIL HOLDER] 和 [ABS CALIB Enter to Calib] 将交替显示。取下标准流通池，将过滤器固定座安装到检测器上，并用盖盖住过滤器固定座。

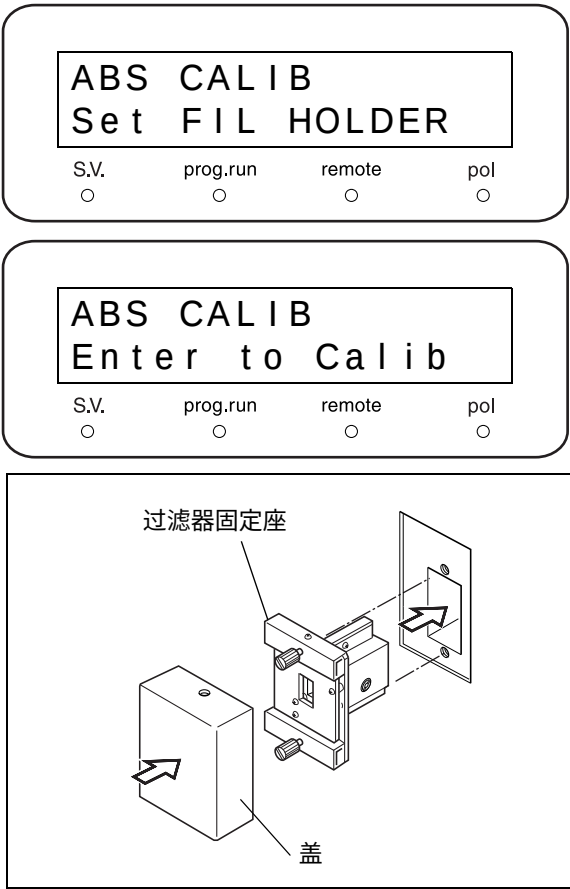
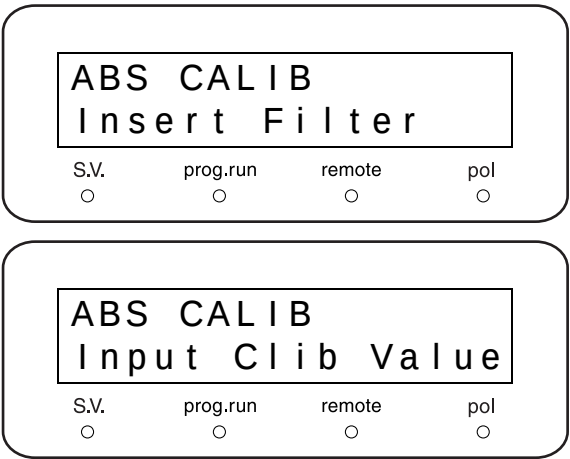


图 8.32

12 按 **enter**。

13 大约 10 秒后，[ABS CALIB Insert Filter] 和 [ABS CALIB Input Clib Value] 将交替显示。插入吸光度校正过滤器并用盖盖住。



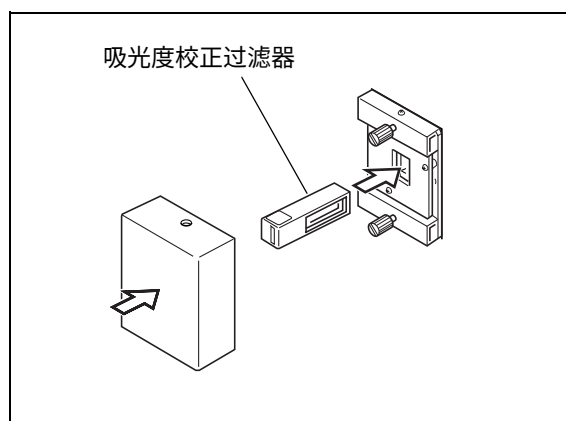


图 8.33

14 输入 245nm 处的 6nm 带宽吸光度值 [0.***], 该值印在吸光度过滤器附带的合格证明上, 按 **enter**。

15 2 分钟后 [Calibrating] 标识更改为 [Calibrated], 校正完成。

16 遵循以下步骤确认校正已经成功完成。

17 从过滤器固定座上取下吸光度校正过滤器, 并装上过滤器固定座盖。

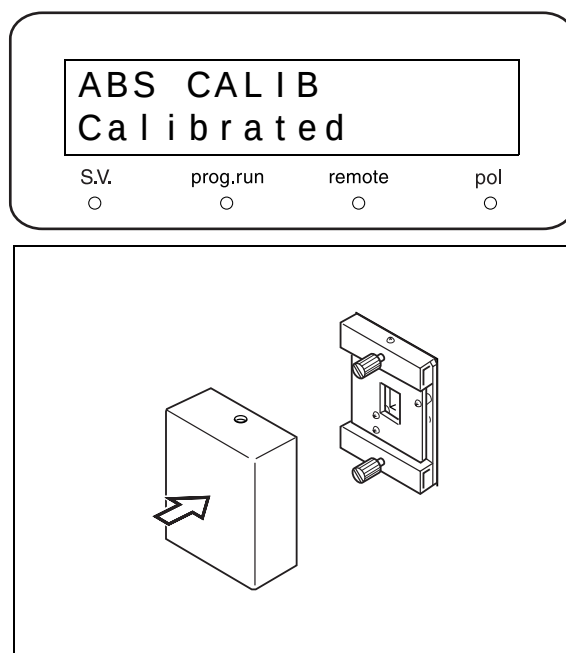
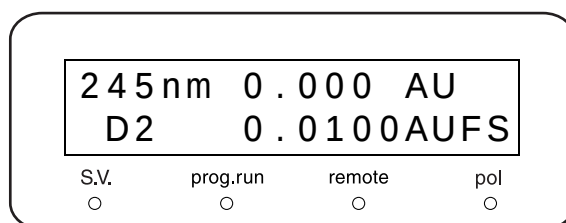


图 8.34

18 设定波长为 245nm。

 "4.1.1 设定波长 [LAMBDA 1]" P. 4-2



19 按 **CE** 两次返回初始屏幕。

20 按 **zero**。

21 确保显示屏上显示的吸光度是 [0]。

22 插入吸光度校正过滤器，然后装上盖子。

23 记录初始屏幕上显示的吸光度值。

24 确认显示的吸光度值和 245nm 处 6nm 带宽的吸光度值间的差异，印制在吸光度校正过滤器的合格证明上。

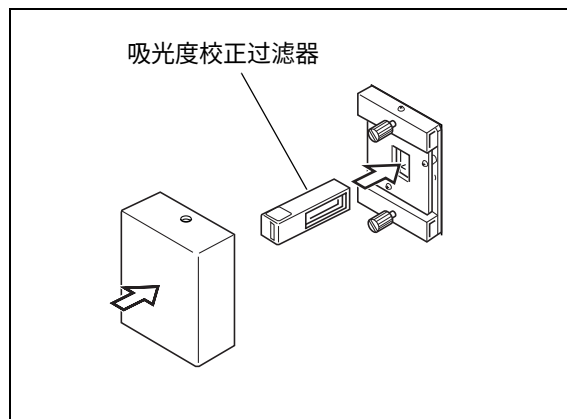


图 8.35

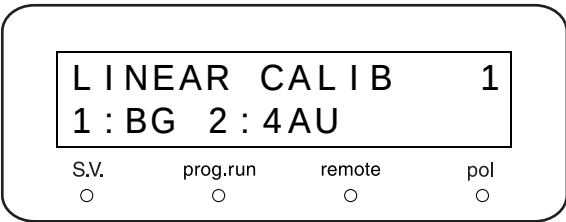
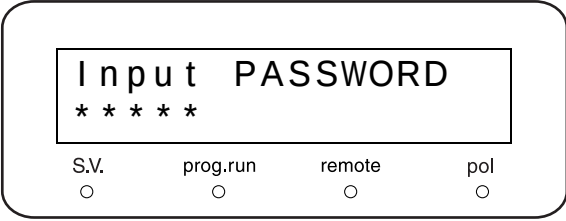
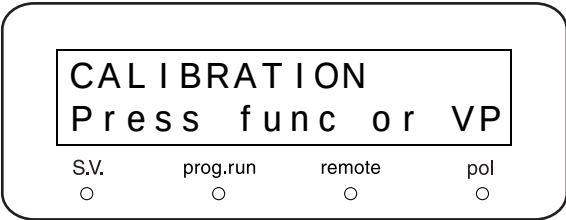
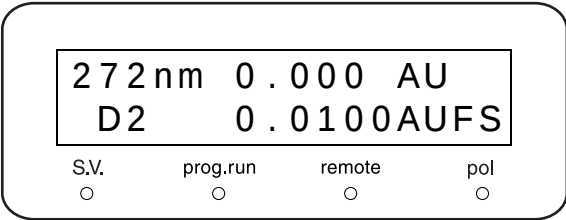
8.8 吸光度线性度校正

当充满具有极高吸光度溶液的流通池，测量传送通过流通池的光强度并更正吸光度线性度。

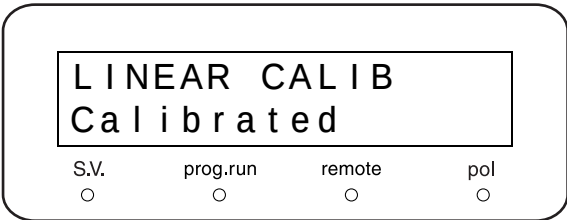
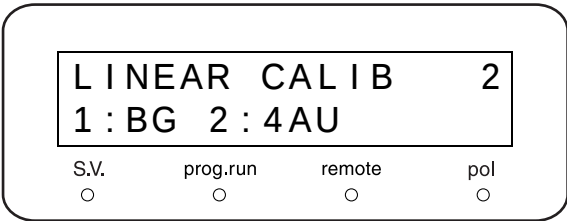
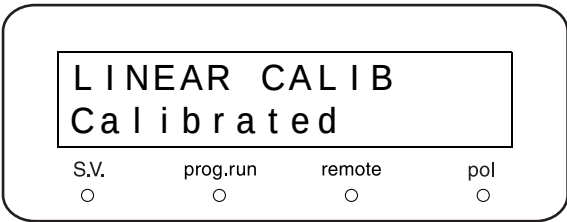
必需的部件

部件	类型	部件号
LC 用甲醇	-	-
咖啡因 + 甲醇溶液 浓度：90mg/L	-	-
注射器	标准附件	046-00001
注射器适配器	标准附件	228-15672-91

- 1 设定检测器为单波长模式，波长为 272nm，[AUX RANGE] 为 4 (4AU/FS)，[RESPONSE] 为 10 (2 sec.)，并且 [LAMP] 为 1（氙灯）。
 "4.1 单波长模式设定" P. 4-2
- 2 用泵传送甲醇通过流通池。
- 3 确保基线已稳定，并按 **zero**。
- 4 重复按 **CE** 直到显示初始屏幕。
- 5 重复按 **VP** 直到显示 [CALIBRATION]。
- 6 按 **func**。
出现密码输入屏幕。
- 7 输入密码。
缺省的密码是 [00000]。
- 8 重复按 **func** 直到显示 [LINEAR CALIB]。
- 9 按 **1**，然后按 **enter**。



- 10 显示 [Calibrated] 后，按 **func** 或 **back** 以更改显示。
- 11 重复按 **func** 或 **back** 直到显示 [LINEAR CALIB]。
- 12 注入咖啡因 + 甲醇溶液（浓度：90mg/L）到流通池中，使用工具为注射器和注射器适配器。
- 13 按 **2**，然后按 **enter**。
- 14 屏幕上出现 [Calibrated] 后，关闭电源开关并再次打开。
检测器重新启动并且补偿开始生效。
- 15 传送甲醇通过流通池，完全清洗掉咖啡因 + 甲醇溶液。
- 16 确认校正已经成功完成。
 "7.5.7 线性范围" P. 7-16



8.9 外部清洁

如果仪器盖或前面板变脏，请用干的软布或薄纸轻拭。
对于顽固的污渍，请按照下列步骤清洁。

- 1 用布蘸取稀释的中性清洁剂并拧干多余水份。擦拭仪器外表的污渍处。
- 2 用布蘸水并拧干多余水份。擦去所有残留的清洁剂。再使用干布擦去仪器外表的所有水份。

注意

请不要让溢出的水残留在仪器表面，也不要使用酒精或稀释剂类的溶剂清洁表面。这可能导致生锈或褪色。

本页空白。

9

技术信息

目录

9.1	安装	9-2
9.2	规格	9-33
9.3	维护部件	9-35
9.4	HPLC 系统介绍	9-37
9.5	流动相特性	9-40

9.1 安装

9.1.1 安装地点

■ 合适的地点和准备工作

为确保安全操作，请将仪器安装在合适的地点，并应满足以下条件。

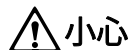
警告

- 通风良好
HPLC 系统使用的溶剂通常是易燃、有毒的物质。
因此，安装仪器的房间必须通风良好。
- 仪器附近没有火源
HPLC 使用的溶剂通常是易燃的物质。因此，严禁在安装仪器的附近使用明火。而且，请勿在同一房间内安装其他任何能发射或可能发射出火花和设备。
- 长期配备灭火器
应长期配备灭火器以防止发生火灾。
- 仪器附近应配备防护设备
如果溶剂流入眼睛或溅到皮肤上，必须立刻冲洗。
配备的设备，如眼睛冲洗和安全淋浴应离仪器越近越好。

小心

- 避免灰尘或腐蚀性气体
为确保仪器有较长的使用寿命并保持其性能水平，应避免将仪器安装在有大量灰尘或腐蚀性气体的地方。
- 远离产生强磁场的设备
为确保正确运行，请勿将仪器安装在有强磁场的地点。
如果电源线有较高的电流噪音，请安装电源保护器。
- 请将仪器安装在符合以下条件的地点以保持其良好性能：
 - 室温在 4 至 35°C 之间，且全天温度波动较小。
 - 供暖设备或空调的气流不会直吹仪器。
 - 阳光不会直射仪器。
 - 没有振动。
 - 湿度保持在 20 - 85% 之间。
 - 没有冷凝或雾气的地点。

■ 所需的安装空间

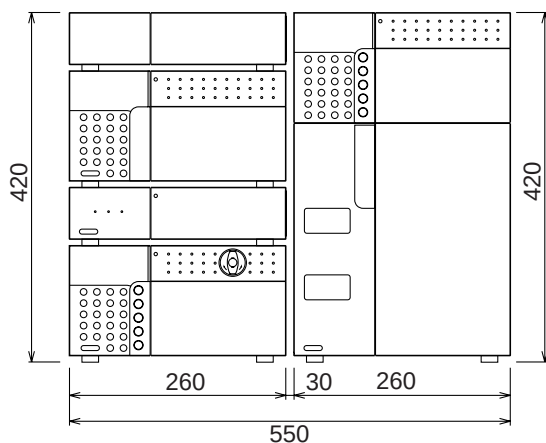


小心

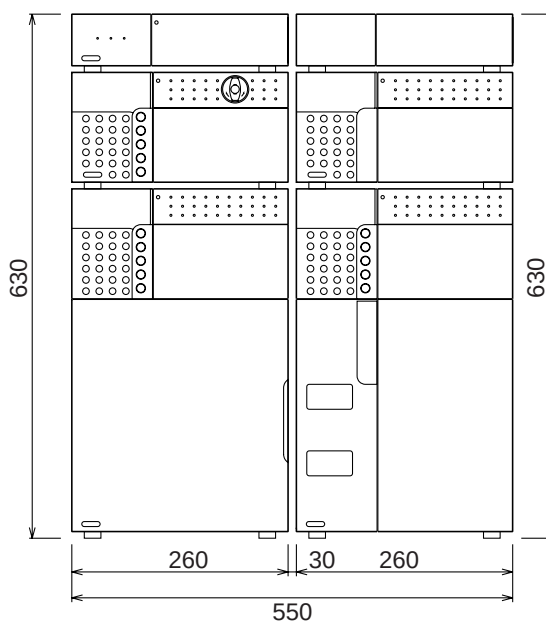
- 本仪器的重量为 13kg。安装过程中，要考虑与其他 LC 组件结合使用的总重量。
用于安装本仪器的实验台应是牢固的，足以支撑 LC 系统的总重量。实验台应是水平的、稳固的，深度至少 600mm。
如果不遵守这些规定，仪器可能会翻倒或掉下实验台。
- 仪器的后部与墙之间至少应保持 100mm 的距离。
这样可以保证有足够的空气流动，从而提供冷却效果并防止仪器过热、降低其性能。

典型的系统配置和所需的安装空间如下图所示。

● 系统 1（配有手动进样器）



● 系统 2（配有自动进样器）



(单位：mm)

图 9.1

9. 技术信息

9.1.2 安装

■ 取下装运用螺丝

为了避免运输过程中的振动，仪器通过装运用螺丝固定。
在安装前取下这些螺丝。

注意

如果未取下装运用螺丝就使用仪器，系统会因为振动而发出噪音。

- 1 拧松并取下装运用螺丝（以及垫圈）。
 "2.3 右盖和底板" P. 2-4

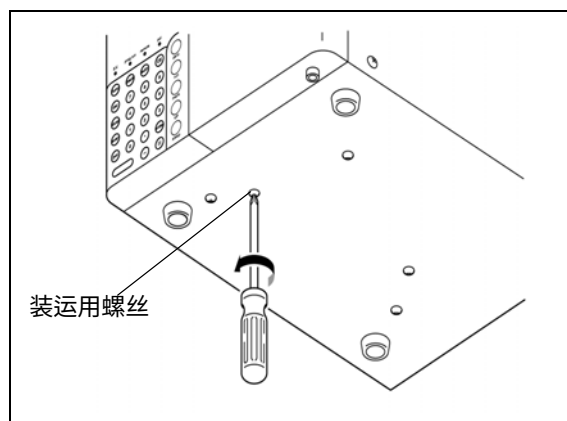


图 9.2

■ 安装

本仪器设计可用于与其他岛津 HPLC 组件一起堆叠。

 "9.4 HPLC 系统介绍" P. 9-37

注意

要获得最灵敏和精确的检测，将检测器放置于色谱柱柱温箱的上部。标准的放置是位于色谱柱柱温箱之上。

⚠ 小心

LC-20A 系列组件彼此堆叠时，组件之间的间隙仅有 5 mm。
请小心，避免在组件之间压伤您的手指。



图 9.3

■ 堆叠支架

推荐另外购买堆叠支架。这类支架会降低仪器因地震或类似情况而跌落实验台的可能性。可使用多层堆叠支架。

可在仪器左右两边放置堆叠支架以将仪器固定。
有关详细信息，请与岛津办事处联系。

堆叠支架的放置方法如下图 "图 9.4" 所示。

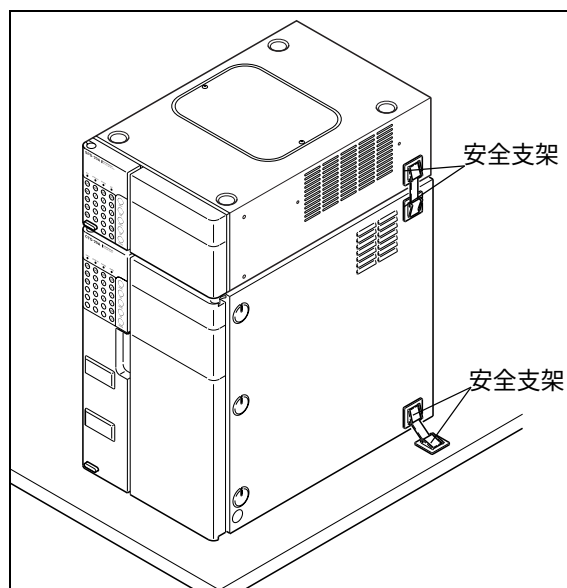


图 9.4

9.1.3 电源连接

下表显示了电压、功耗和频率。

部件号		电源电压 (标注在仪器上)	功耗	频率
SPD-20A	SPD-20AV			
228-45003-31	228-45004-31	AC100V (100V~)	160VA	50/60Hz
228-45003-32	228-45004-32	AC120V (120V~)		
228-45003-28 228-45003-38	228-45004-28 228-45004-38	AC220V-230V/AC240V (220V-230V/240V~)		

**警告**

电源电压标注在仪器后部的保险丝固定座盒盖上。请确保将仪器与标注的电源电压相连接。使用任何其他电压会引起火灾、电击或发生故障。

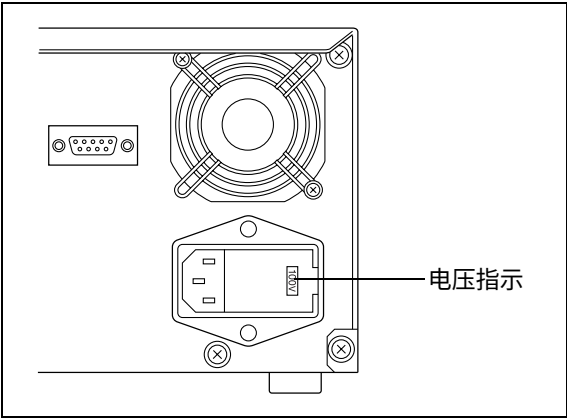


图 9.5

电源电压	保险丝固定座上的电压指示
100V±10%	100V _{ac}
120V±10%	120V _{ac}
220V±10% 230V±10%	230V _{ac}
240V±10%	240V _{ac}

确保用于连接的电源插座有足够的承受瓦数。如果承受瓦数不足，则会发生断电或电压下降，其结果不仅影响本仪器，而且会影响连接到同一电源的其他仪器。

■ 有关 200V 系统的注意事项

对于产品编号 228-45003-28/38 和 228-45004-28/38，根据使用的电压更改电源接头的内部电压设定是很有必要的。如果电源是 220V 至 230V，则不需要更改出厂设定 (230V)，但是对于 240V 的电源，请按以下步骤更改电压设定。

- 1 关闭电源开关。
- 2 从电源线接口断开电源线。
- 3 使用平头螺丝起子打开保险丝固定座。

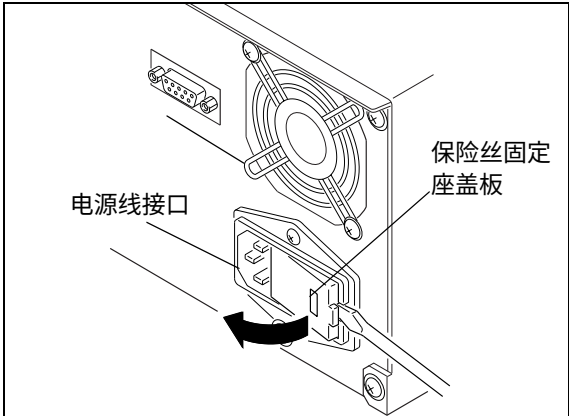
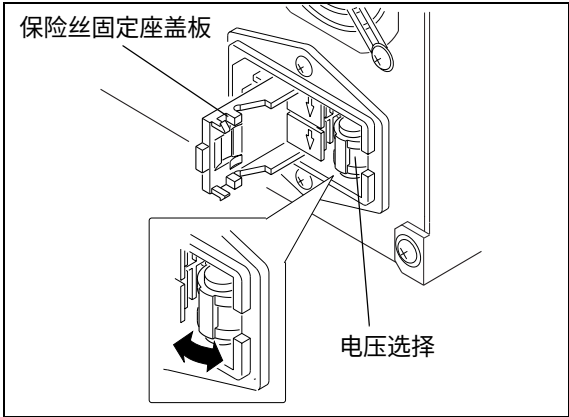


图 9.6

- 4 从保险丝固定座拆下显示保险丝固定座的旋转开关后，将开关调至以下显示的值中之一更改设定。

电源电压	电压选择设定
100V±10%	100V _~ Ⓐ.Ⓒ
120V±10%	120V _~ Ⓐ.Ⓒ
220V±10% 230V±10%	230V _~ Ⓐ.Ⓒ
240V±10%	240V _~ Ⓐ.Ⓒ



- 5 更换保险丝固定座盒盖直到就位并发出嗒哒声。

■ 连接电源插座

⚠ 警告

请小心拿放电源线，并遵守下面的注意事项以避免电源线损坏、起火、电击或仪器故障。

- 请勿将重物放置在电源线上。
- 让电源线远离热源。
- 请勿改换电源线。
- 请勿过度弯曲或拉伸电源线。
- 要拔去仪器的电源插头，请拔插头而不是拉电源线。

如果电源线损坏，请立即更换。

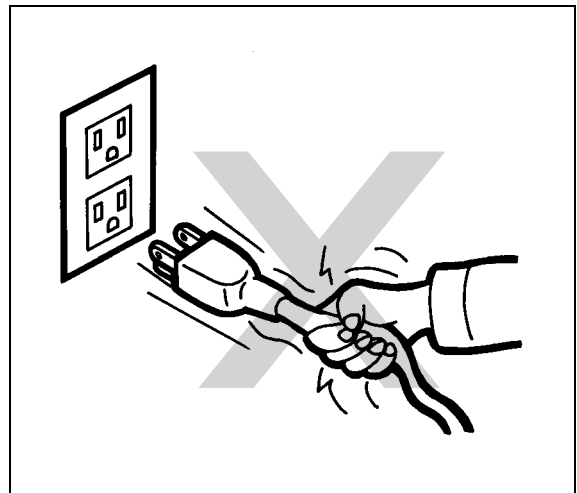


图 9.8

⚠ 小心

在将仪器插入电源前，请务必将电源开关置于关闭状态。

- 1 将电源线接头插入仪器后部的电源线接口。
- 2 将电源线插头插入电源插座。

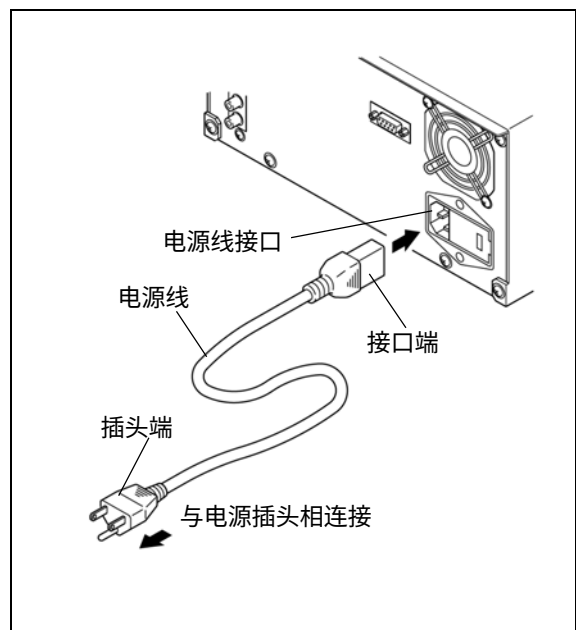


图 9.9

■ 接地

⚠ 警告

作为附件提供的三线电源线包含地线。

请务必将此线接地以防止电击并保证仪器的稳定运行。

9.1.4 安装管路之前

安装时，多种类型的管和接口连接组成了仪器的管路。在连接管路之前必须切割管路并安装接口。本节描述了这些准备工作的说明和注意事项。

■ 管路和接口的类型

用于连接管路的管和接口由以下不锈钢 (SUS) 或树脂制成。

不锈钢 (SUS)

- 不锈钢管，钢管 1.6 O.D. × 0.3 I.D.
- 螺栓 1.6 MN
- 密封圈 1.6F

树脂

- FEP 管，PTFE 管，ETFE 管，PEEK 管和 PE 管等
- 螺栓 PEEK
- PEEK 密封圈
- PTFE 密封圈

■ 切割管

将附带的管切割为适于安装的长度。

切割 SUS 管

- 1 将附带的锉刀（用来切割 SUS 管，部件号 670-18928-0）与管路垂直放置，然后绕着管切割。

注意

切割管路时使其切割表面是直角。

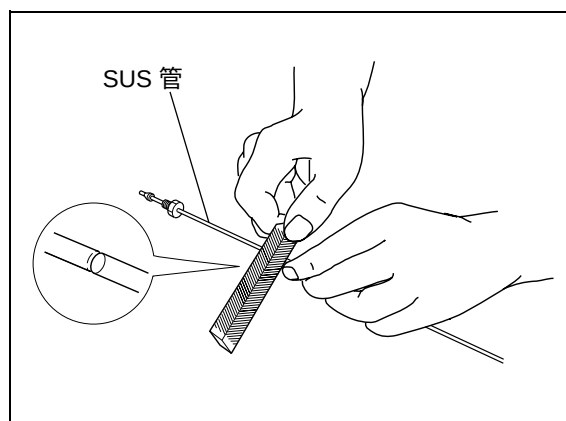


图 9.10

- 2 与切割线保持同等距离握住管的两边，上下并来回弯曲直至折断。

- 3 用锉刀将切割的表面锉平直。

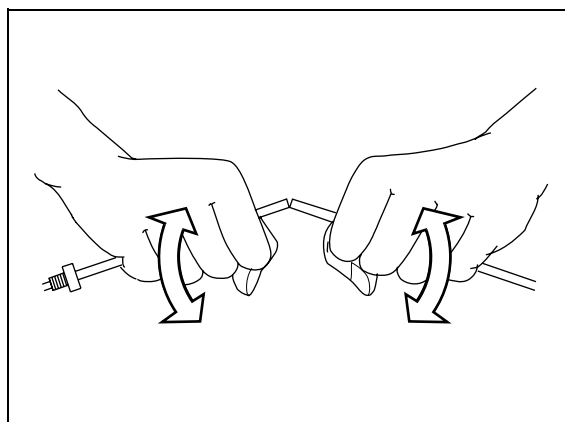


图 9.11

⚠ 小心

- 切割的表面应该是直角。否则，会产生死体积并斩宽色谱峰。
- 请确保管的内径不变形。否则管会被堵塞。

切割树脂管

用切割刀呈直角切割树脂管。

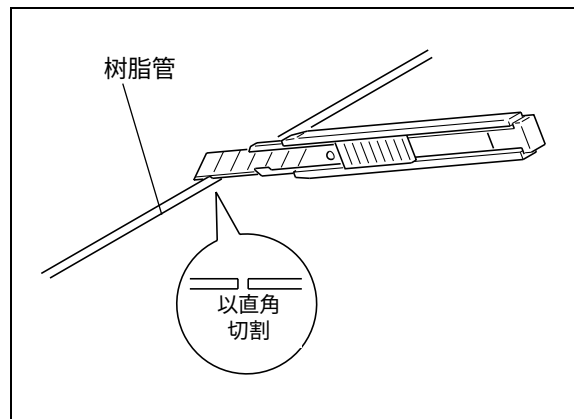


图 9.12

■ 连接管

1 安装管路的螺栓和密封圈。

⚠ 小心

在 SUS 管上安装不锈钢螺栓和密封圈，树脂管上安装树脂螺栓和密封圈。
如果将树脂螺栓安装到 SUS 管上，则会损坏螺栓并可能漏液。

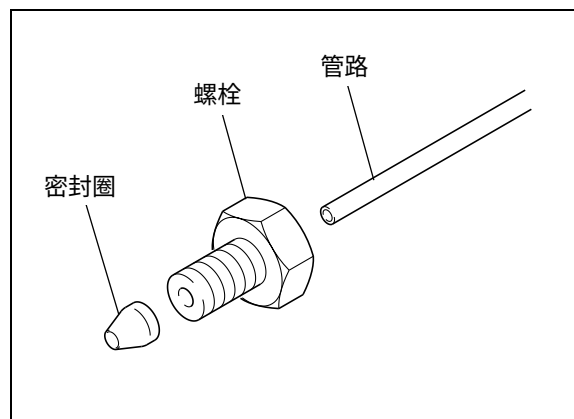


图 9.13

2 在管路的一端套上密封圈，插入正确的开口中。然后拧紧螺栓。 密封圈便固定在管路上。

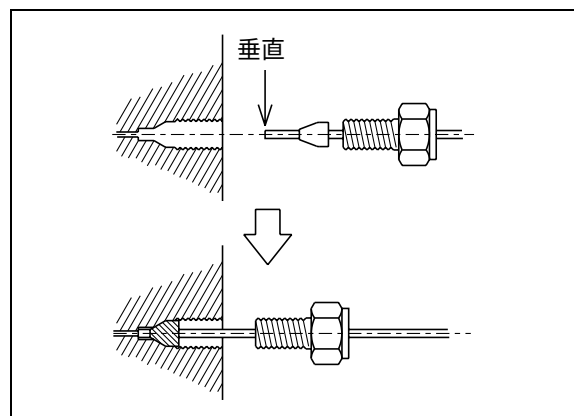


图 9.14

⚠ 小心

- 将管路完全插入开口，直至接触到开口底端。
否则，会产生死体积并可能斩宽色谱峰。
- 请勿过度拧紧螺栓。
否则会损坏螺纹。

注意

- 对于 SUS 螺栓：
用开口扳手拧紧或松开螺栓。
如果螺栓与不牢固的连接件或其他部件相连接，请使用另外的扳手固定连接件。
- 对于树脂螺栓：
用手拧紧或松开螺栓。

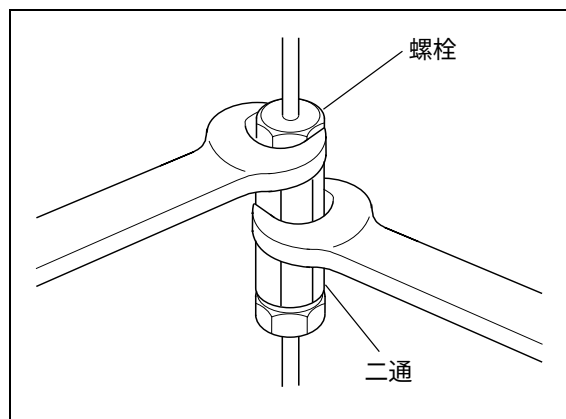


图 9.15

- 3 轻轻地松开并转动螺栓以确认密封圈已固定在管路上。

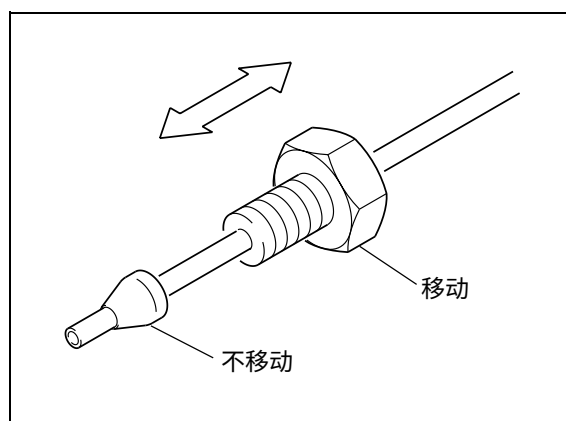


图 9.16

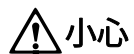
■ 堵头

仪器的进样口和出样口均配有堵头（套管、堵头、盖子以及类似物品）以防止运输过程中的灰尘。当仪器未连接其他 LC 系统组件时，应将堵头放回原位。否则，灰尘和脏物会堵塞仪器。如果很长时间不使用仪器，请保留这些堵头。

注意

- 对于堵头：
用附带的扳手取下或拧上堵头上的螺丝。
- 对于树脂堵头：
用手取下和放回堵头。

9.1.5 管路

**小心**

- 连接管路之前，请关闭所有系统组件的电源并且拔下插头。
- 对于管路连接，请使用 "1.3 组成部件" 中列出的适当部件。
- 请务必按说明所述连接管路。

否则会造成伤害或导致设备故障。

必要的管路有：

- **池进口** 将流动相从色谱柱出样口送至仪器的管。
- **池出口** 分析后排出流动相的管。
- **漏液管** 如果任何系统设备发生漏液，将漏液导入堆栈中最低的仪器中，然后从此处排出系统。

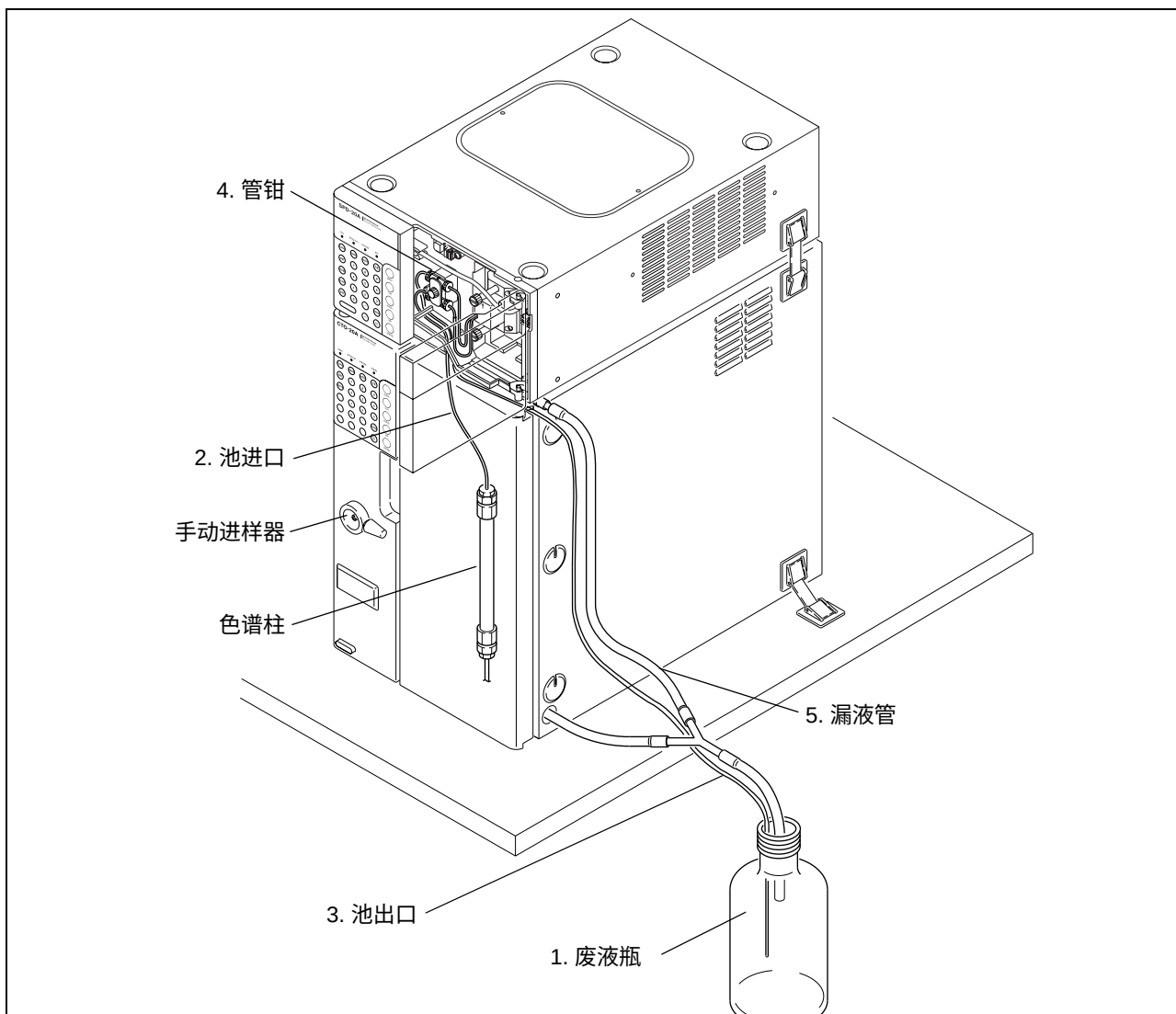


图 9.17

■ 废液瓶的准备

连接管之前，准备玻璃或金属废液瓶接收分析后排出的流动相。

⚠ 警告

请勿使用破裂的或损坏的瓶子。这样的瓶子会炸裂。

⚠ 小心

低介电常数流动相（例如己烷）有特定的注意事项。其绝缘属性可以导致废液瓶中静电聚集。使用这样的流动相时，应使用金属废液瓶和接地的容器。

⚠ 小心

废液瓶必须放置在低于仪器的位置（例如地面上）。如果放置的位置高于仪器，则液体无法排出，并会从连接口泄漏。

■ 池进口

- 1 打开前面板。

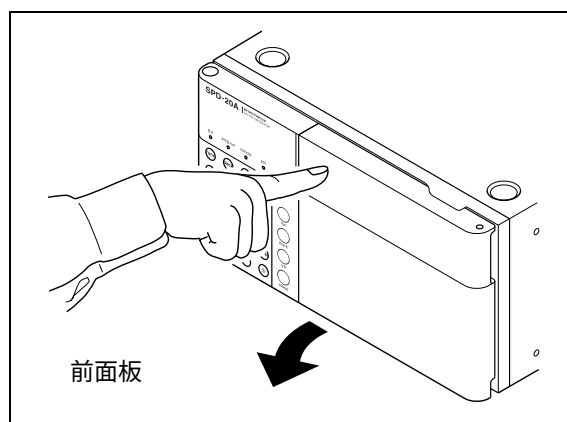


图 9.18

- 2 切割 PEEK 管 (50 cm) 至合适的长度以连接色谱柱出样口和池进口。

注意

安全起见并防止意外发生，如 PEEK 管损坏，使用前用 FEP 管覆盖在 PEEK 管外。

切割 FEP 管比 PEEK 管短 35 至 40mm，并将其覆盖在 PEEK 管上。也将 PEEK 管两端放在外面，以便将螺栓连接至两端。

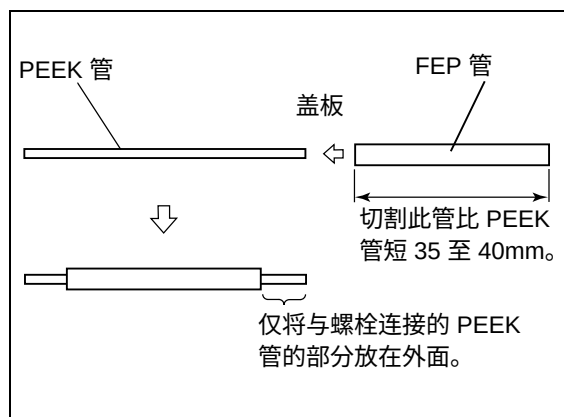


图 9.19

3 将螺栓 PEEK 安装在 PEEK 管的两端。

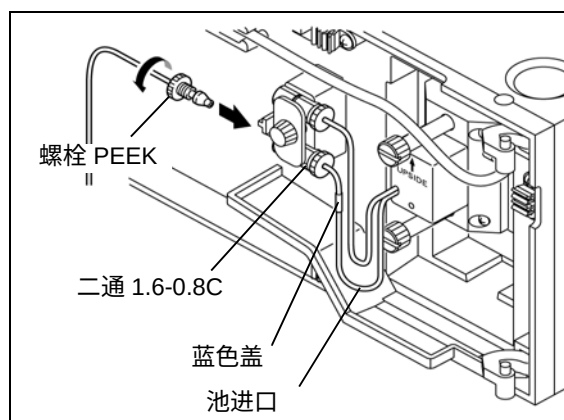


图 9.20

4 从色谱柱出样口取下堵头。

5 将 PEEK 管上的螺栓 PEEK 插入色谱柱出样口和与池进口（蓝色标记）连接的二通 1.6-0.8C。

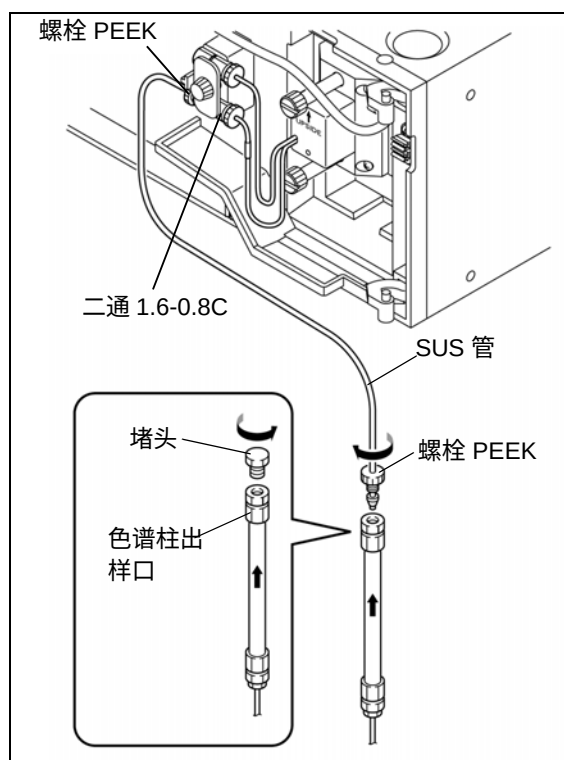


图 9.21

■ 有关管操作的警告

⚠ 警告

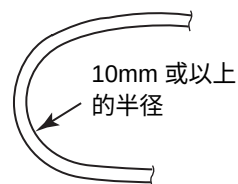
(1) 不能使用的溶剂

不要使用以下任意溶剂，因为这些溶剂会软化 PEEK 树脂。

高浓度的硫酸、高浓度的硝酸、二氯乙酸、丙酮*、四氢呋喃 (THF)、二氯甲、氯仿和二甲亚砆 (DMSO)

*梯度或类似性能检查时，可以暂时使用 0.5% 或以下浓度丙酮的低浓度水溶液而不会产生任何问题。

(2) 使用小的弯曲半径弯曲 PEEK 管，会减弱弯曲部分的强度。如果必须弯曲 PEEK 管，弯曲半径在 10mm 或以上。并且，尽可能自然地放置管，不要强行弯曲或牢固在某处。



(3) 表面有损坏的 PEEK 管也会降低管的强度。切割管时请勿损坏管的表面。

■ 池出口

1 将螺栓 PEEK 连接至管的任意一端（附带的，2m）。

2 将管的螺栓 PEEK 拧入二通 1.6-0.8C。

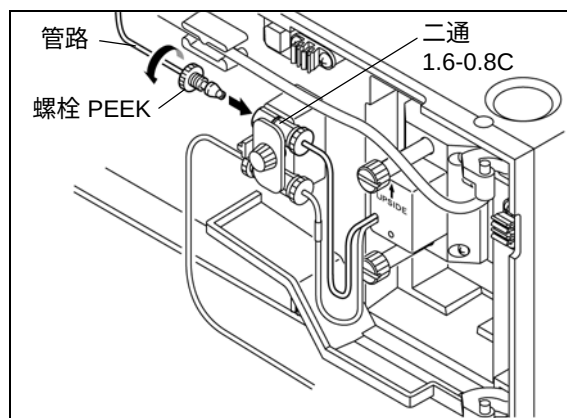


图 9.22

3 将管的另一端插入废液瓶中。

注意

- 为确保液体流动顺畅，请将排液管末端向下直插入瓶中。
- 请勿缩短池出口一侧的管。其功能之一是将背压传输至流通池出样口中，这样可以防止气泡产生。切割管短于 2m 会影响此功能。

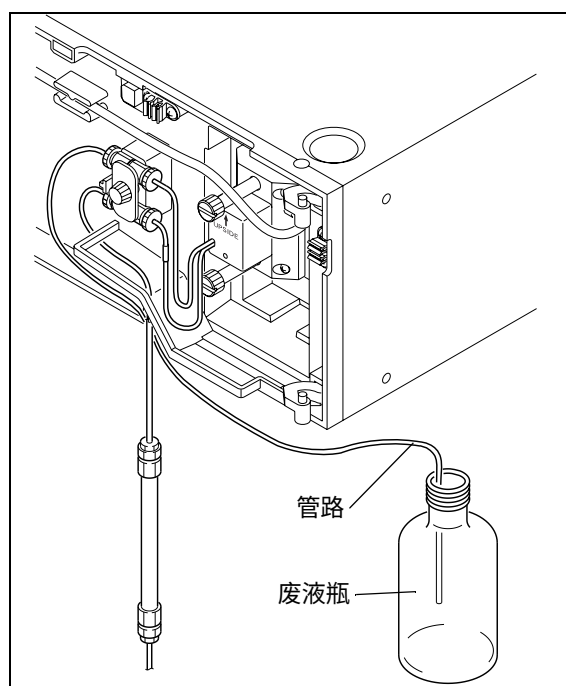


图 9.23

■ 支撑管

1 将管压入管钳中。

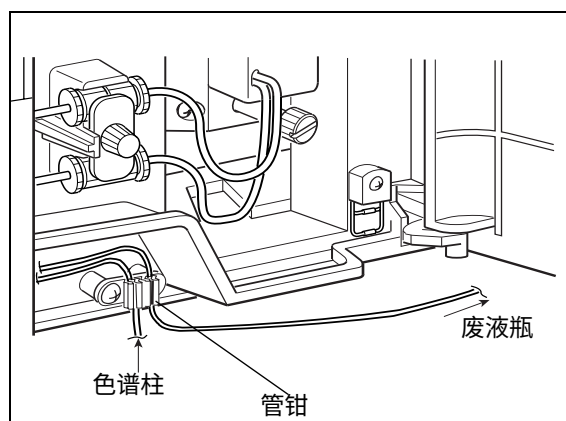


图 9.24

2 关闭前面板。

注意

将管穿过前面板的底部。

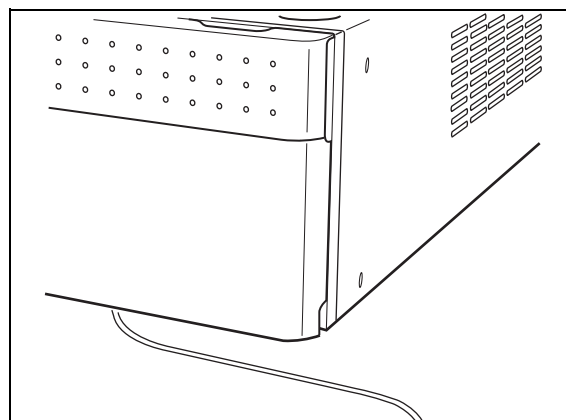


图 9.25

■ 连接漏液排液管

根据仪器的设计，当内部漏液时（除色谱柱柱温箱以外），漏液向下流到仪器的最底层并排入废液瓶中。

下面给出了连接漏液排液管的步骤。

（分离废液瓶和 L 接头、在右图中显示的所有仪器的部件。L 接头与泵一起提供。）

注意

- 连接时，将硅胶管切割成每一段都不会松垂的长度。
- 调整硅胶管，使它的边缘不会接触到废液瓶中的液面；否则排液会难以流入。

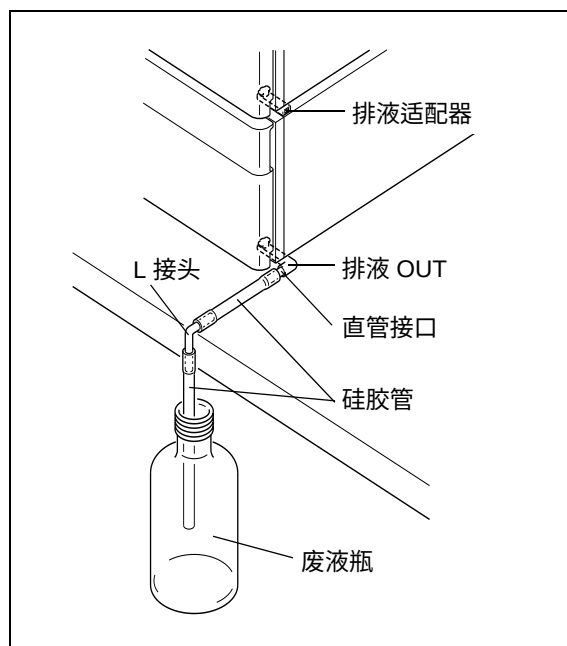


图 9.26

- 仪器的顶部有更换灯的开口。因此，不要将其放置在底层，要将其放置于尽可能高的位置。

仪器底部

1 将“排液 OUT, STD”从仪器的前部插入漏液排液出口。

2 将“排液 OUT, STD”逆时针旋转 45° 以固定。

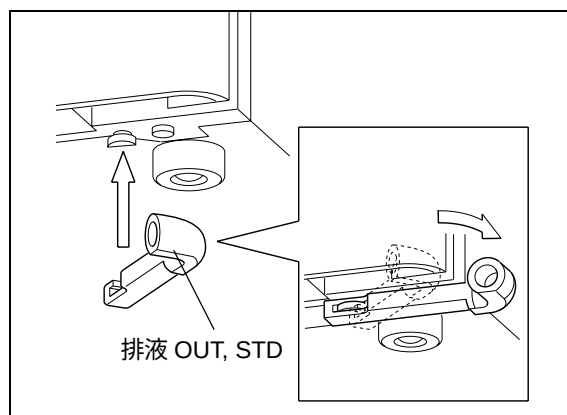


图 9.27

3 用直管接口将硅胶管的一端连接到“排液 OUT, STD”。

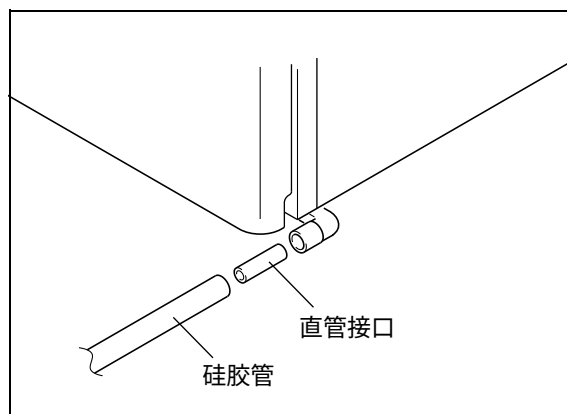


图 9.28

- 4 在实验台的边缘切割硅胶管并连接一个 L 接头。如右图所示，使 L 接头的头部向下并连接另一根硅胶管。

- 5 将硅胶管的另一端插入废液瓶中。

注意

为确保液体流动顺畅，请将硅胶管末端向下插入瓶中。

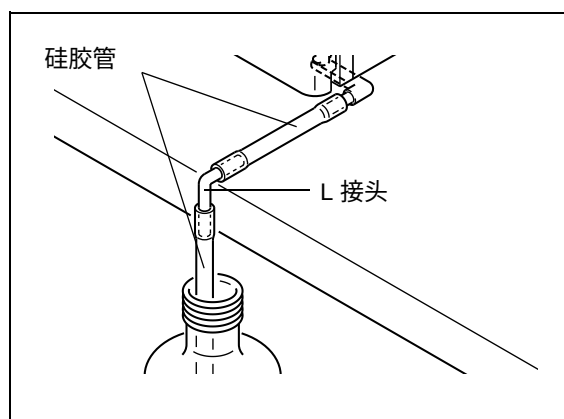


图 9.29

从底部的第二台仪器

注意

色谱柱柱温箱的漏液单独排出（请参见色谱柱柱温箱的说明书）。如果色谱柱柱温箱顶部有任何组件，请采取与下页“[在色谱柱柱温箱顶部安装](#)”相同的步骤。

- 1 将排液适配器插入图中所示的位置，并将其滑动到仪器的底部。

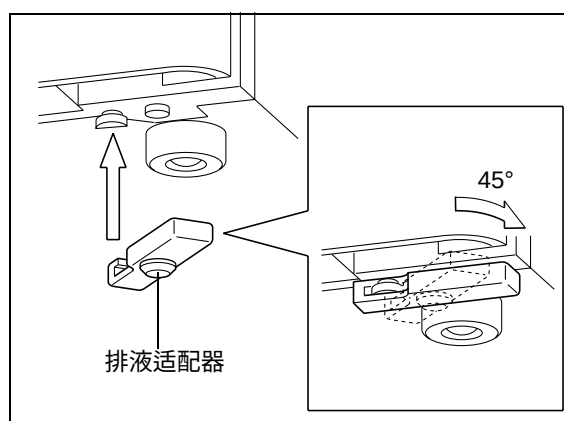


图 9.30

- 2 排液适配器将排液出口连接到底部单元的漏液孔。

- 3 向顶层单元的排液出口附近倒一些水，并确认水流入废液瓶中。

连接部件的交叉部分

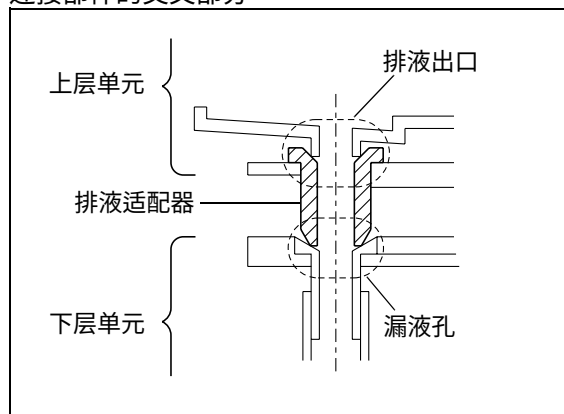


图 9.31

在色谱柱柱温箱顶部安装

注意

当底部单元没有漏液孔时（“图 9.31”），请采取与下列描述相同的步骤。

1 将“排液 OUT, CTO”从仪器的前部插入漏液排液出口。

2 将“排液 OUT, CTO”逆时针旋转 45° 以固定。

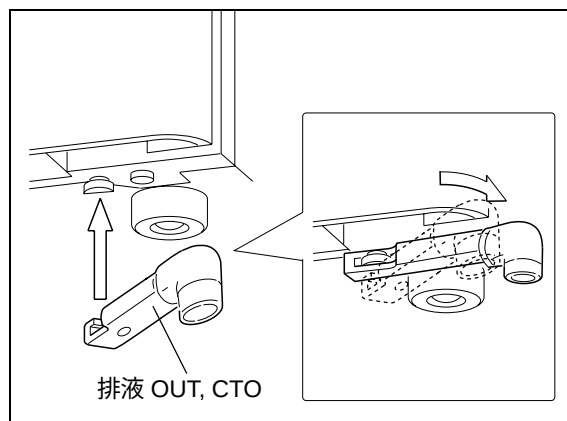


图 9.32

3 用直管接口将硅胶管的一端连接到“排液 OUT, CTO”。

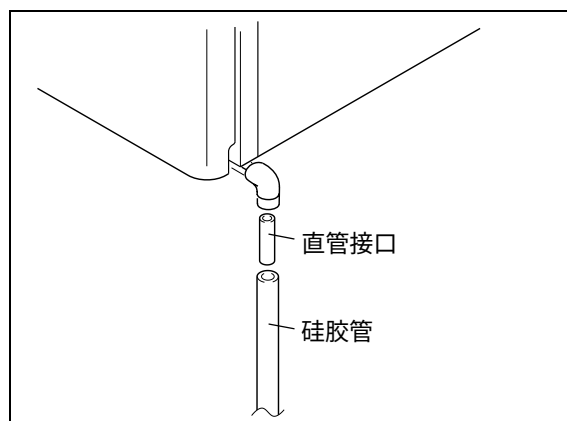


图 9.33

4 如“图 9.17”所示，将硅胶管的另一端插入废液瓶中。

注意

- 为确保液体流动顺畅，请将硅胶管末端向下插入瓶中。
- 调整硅胶管，使它的边缘不会接触到废液瓶中的液面。当管路的顶端接触到废液瓶中的液体时，排液会难以流入。

■ 安装前面板

- 1** 安装好管路后，采取与取下相反的步骤装上前面板。
- 2** 关上前门。

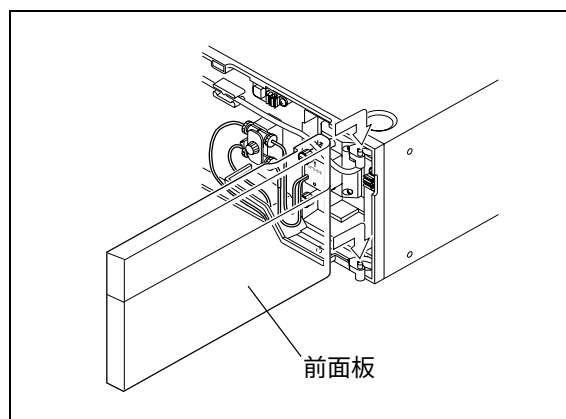


图 9.34

9.1.6 安装手动进样器和色谱柱

请使用下列手动进样器。

选件名称	部件号	特性
手动进样器 型号 7725	228-32210-91	用于一般用途分析的手动进样器。 定量环：20μL
手动进样器 型号 7725i	228-32210-93	与型号 7725 相同，但是有位置传感开关。 可以在样品进样的同时向系统控制器或 Chromatopac 发送信号。
半微量手动进样器 型号 8125	228-23200-91	用于半微量体积范围的手动进样器。 定量环：5μL。 包含位置传感开关。 可以在样品进样的同时向系统控制器或 Chromatopac 发送信号。
非金属手动进样器 型号 9725	228-32650-91	由非金属材料制成的液体连接部件。最高使用温度：60°C
非金属手动进样器 型号 9725i	228-32650-93	与型号 9725 相同，但是有位置传感开关。 可以在样品进样的同时向系统控制器或 Chromatopac 发送信号。

按下图所示安装手动进样器和色谱柱。
有关安装的详细步骤，请参见泵或色谱柱柱温箱的说明书。

- 在色谱柱柱温箱中安装部件时：
- 在泵中安装部件时：

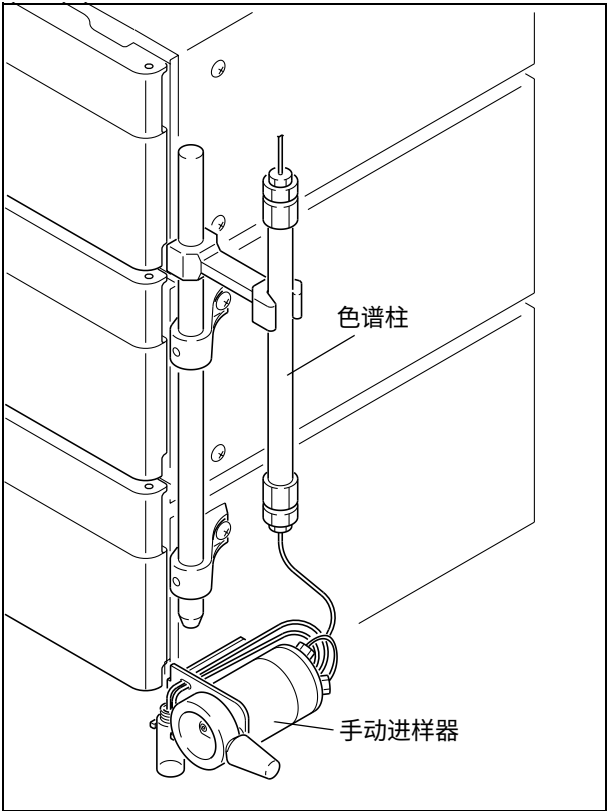


图 9.36

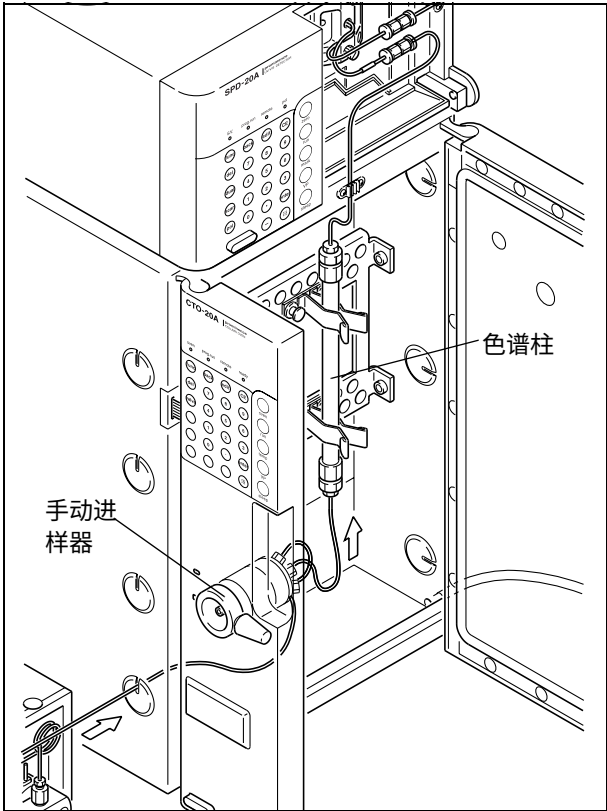


图 9.35

9.1.7 流路的管路连接

下图显示基本系统的管路连接，包括本检测器仪器。在色谱柱柱温箱中安装手动进样器和色谱柱。流路的管路连接应基于此示例，并根据您的系统调整正确的更改。

有关贮液瓶和泵之间的管路的详细信息，请参见泵的说明书。

有关色谱柱和检测器之间的管路的详细信息，请参见  "9.1.5 管路" P. 9-13

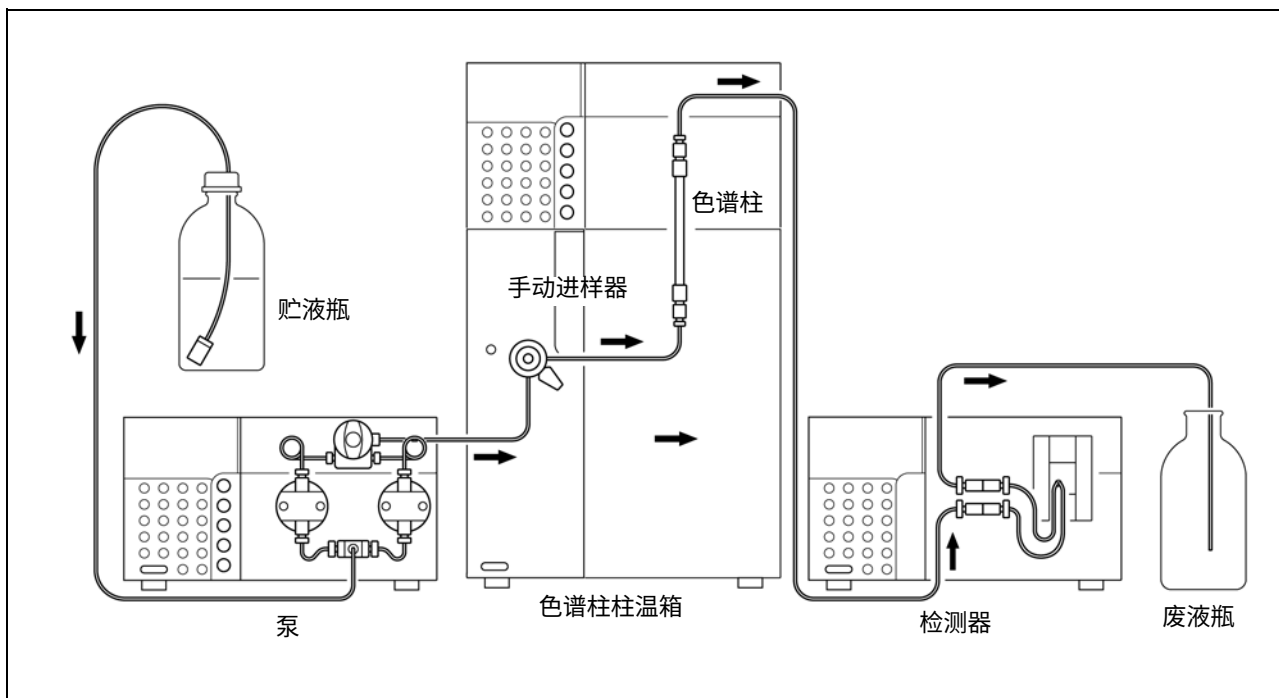


图 9.37

■ 手动进样器管路连接

注意

对于手动进样器的连接口 1 至 6，请使用作为手动进样器的标准附件提供的螺栓（与长套管一起）和密封圈。

- 1 将定量管的螺栓（与长套管一起）拧入手动进样器的出入口 1 和 4。

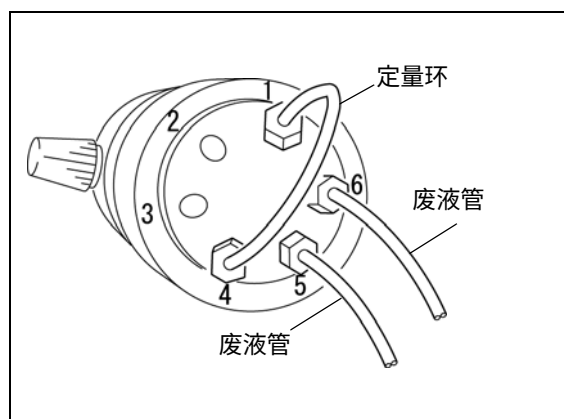


图 9.38

9. 技术信息

- 2 将螺栓（与长套管一起）与密封圈分别安装到两个废液管的每一端。然后将管路和密封圈接到手动进样器的出入口 5 和 6。拧紧螺栓。
- 3 拧松并取下样品瓶盖。
- 4 将废液管的另一端穿过管路的出样口并插入样品瓶。

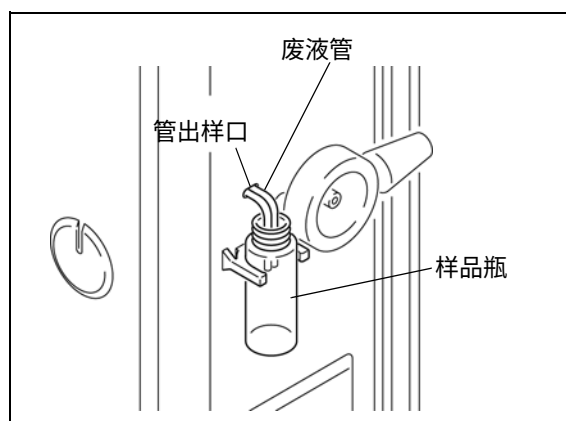


图 9.39

注意

为避免因吸水管作用致使液体流出，请将废液管的两端放置在与针管出入口水平的位置。

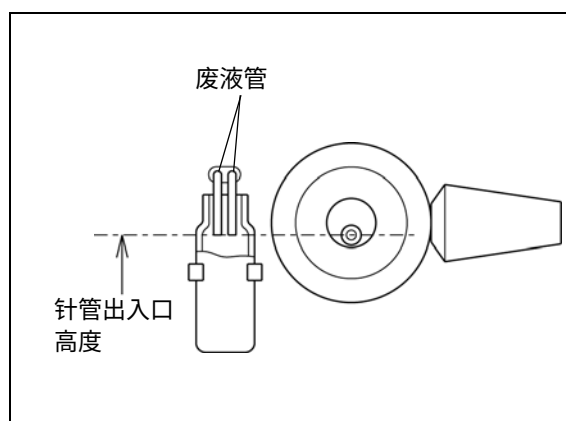


图 9.40

注意

当手动进样器连接到色谱柱柱温箱时，废液管应是直的，并且与左侧门垂直。如果管路向外弯曲，可以靠在仪器的一侧并防止左侧门关闭。

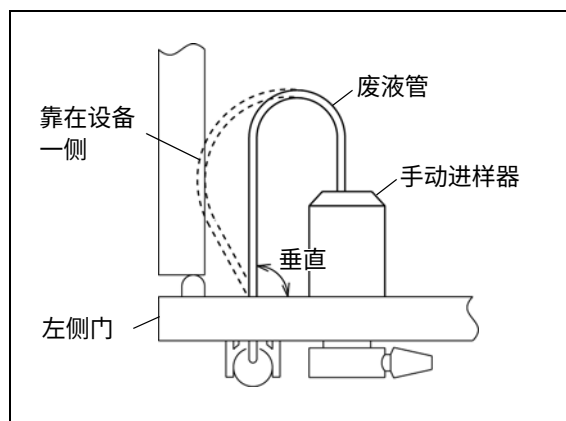


图 9.41

■ 泵和手动进样器之间的管路

- 1 切割 1.6 O.D. × 0.3 I.D. 的 SUS 管（泵的标准附件），其长度足以连接泵出样口和手动进样器的出入口 2。
- 2 将螺栓和密封圈安装在 SUS 管的两端。
 - 泵出样口端：作为泵的标准附件，提供了 1.6MN 螺栓和 1.6F 密封圈。
 - 手动进样器端：螺栓（长套管）和密封圈（作为手动进样器的标准附件提供）。
- 3 将 SUS 管的两端插入泵出样口和手动进样器的出入口 2，并拧紧螺栓。

注意

SUS 管应稍长一些。否则，管路不易弯曲，也会妨碍关闭门。

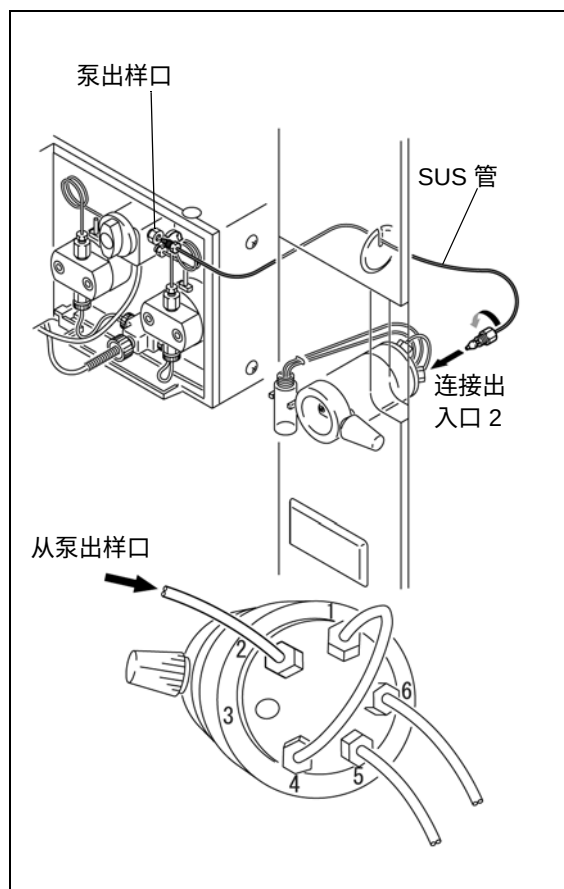


图 9.42

■ 手动进样器和色谱柱之间的管路

- 1 切割 $\phi 1.6 \times \phi 0.3$ SUS 管（与泵一起提供），其长度适合连接手动进样器的出入口 3 和色谱柱进样口。

注意

SUS 管应稍长一些。否则，会在打开左侧门时拉动色谱柱。

- 2 将螺栓和密封圈放入 SUS 管的两端。
 - 手动进样器端：螺栓（长套管）和密封圈（作为手动进样器的标准附件提供）
 - 色谱柱进样口端：螺栓和密封圈（作为色谱柱的标准附件提供）

- 3 拧松并从色谱柱进样口取下堵头。

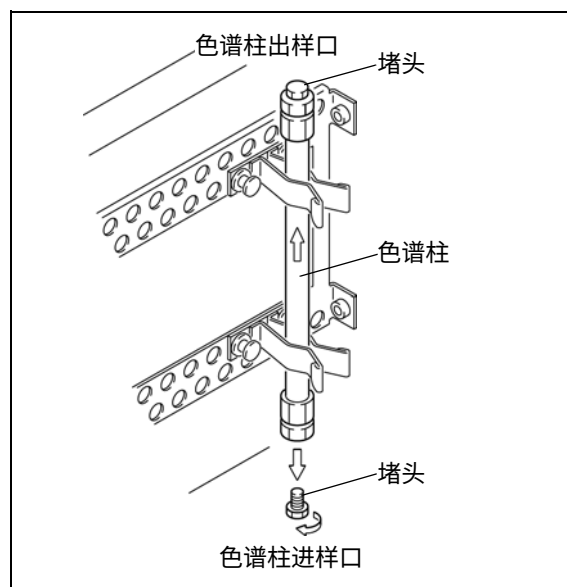


图 9.43

- 4 将 SUS 管拧入手动进样器的出入口 3 和色谱柱进样口一端。

注意

如果 SUS 管不太长，在打开左侧门之前拧下螺栓并将它从色谱柱进样口上取下。

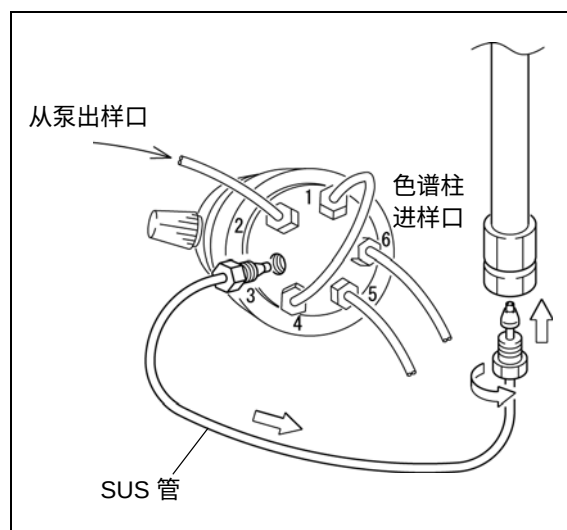


图 9.44

9.1.8 接线

警告

- 在接线之前，请关闭所有组件的电源并拔下电源线。
 - 请勿在接线中使用任何非指定的电缆。
 - 请勿执行任何其他非说明的接线操作。
- 违反上述注意事项会引起火灾、电击或导致仪器发生故障。

接口

- [REMOTE] 接口 用于连接系统控制器。
- [INTEGRATOR] 接口
(Chromatopac 输出接口) 用于连接 Chromatopac
- [RECORDER] 接口
(记录仪输出接口) 用于连接记录仪
- [SV] 接口 用于连接可选的溶剂循环阀
- 外部输入 / 输出端子 ... 用于连接外部设备。有关连接说明，请参见 ["5.9 连接外部输入 / 输出端子"](#) P. 5-65

使用系统所需的上述接口。下面提供了连接说明。

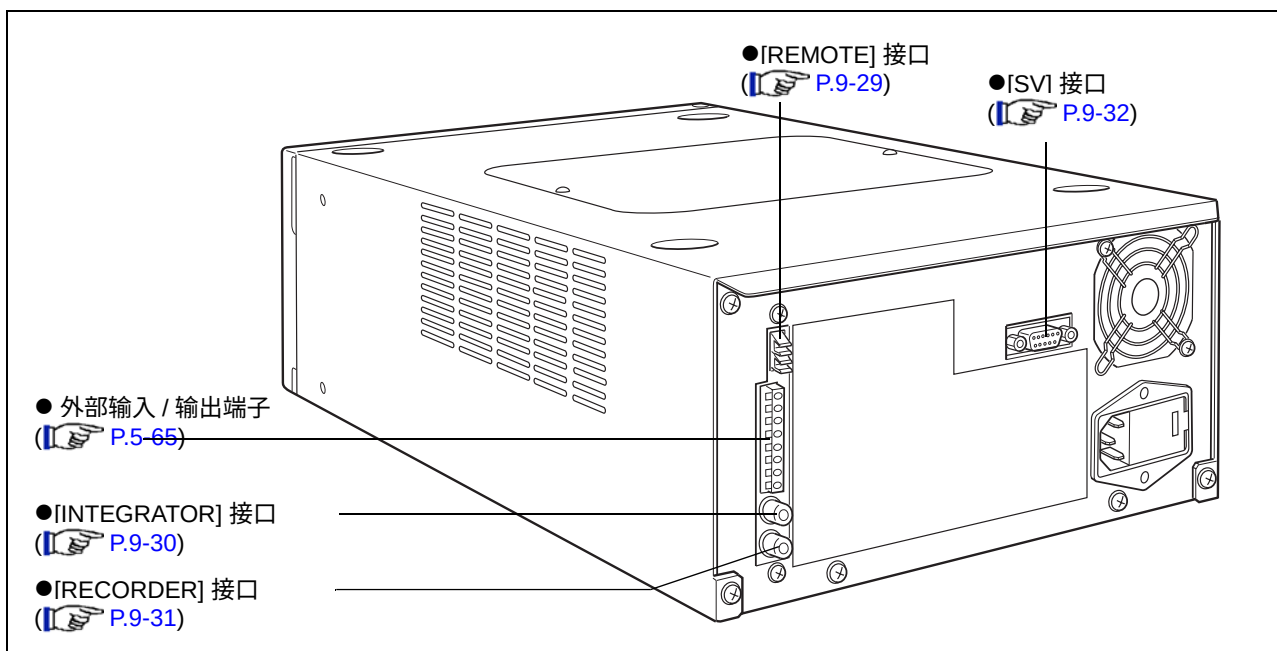


图 9.45

■ 连接光纤线

本仪器附带的光纤线能够双向传输和接收信号，与 [REMOTE] 接口连接。

下面提供了连接光纤线的说明和注意事项。

1 连接前请取下要使用的连接通道的盖子。



[REMOTE] 接口上的盖子可以防止灰尘或脏物进入接口。

如果不使用 [REMOTE] 接口，请保留其盖子以防止灰尘或脏物干扰通信。

取下盖子后，请妥善保管以备以后使用。

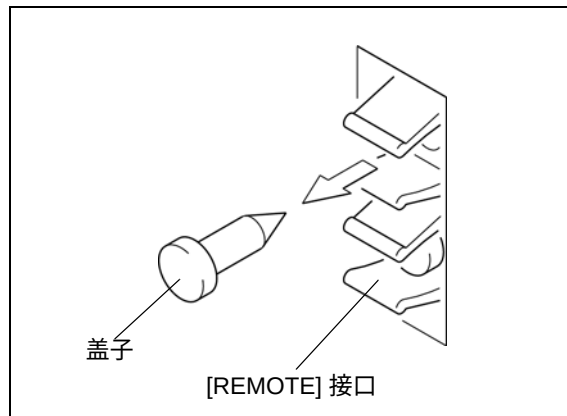
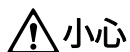


图 9.46

2 将光纤线插头插入 [REMOTE] 接口直到就位并发出嗒哒声。



- 请确保插头上没有灰尘或脏物。

插头上的灰尘或脏物会进入 [REMOTE] 接口。

- 请注意不要将插头插入两个不同的通道。

不遵守这些注意事项会导致故障或出现通信问题。

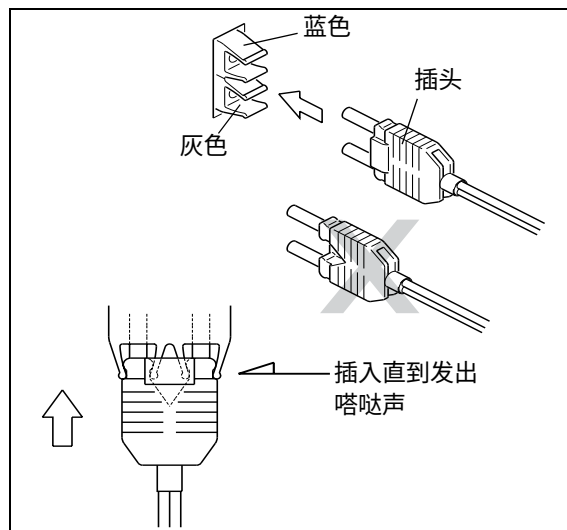


图 9.47



- 请勿将光纤线弯曲的半径小于 35 mm。
- 当插入或拔出插头时，请握紧插头而不是电缆。
- 请勿弯曲电缆与插头连接处。

不遵守上述注意事项会损坏插头或折断电缆。

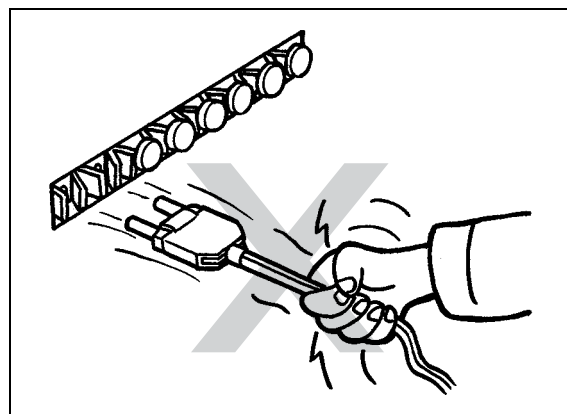


图 9.48

■ 连接系统控制器

1 参见 " 连接光纤线 "，使用光纤线连接检测器 [REMOTE] 接口和系统控制器 [REMOTE] 接口。

注意

系统控制器 [REMOTE] 接口的 3 和 8 之间的通道通常用于此目的。

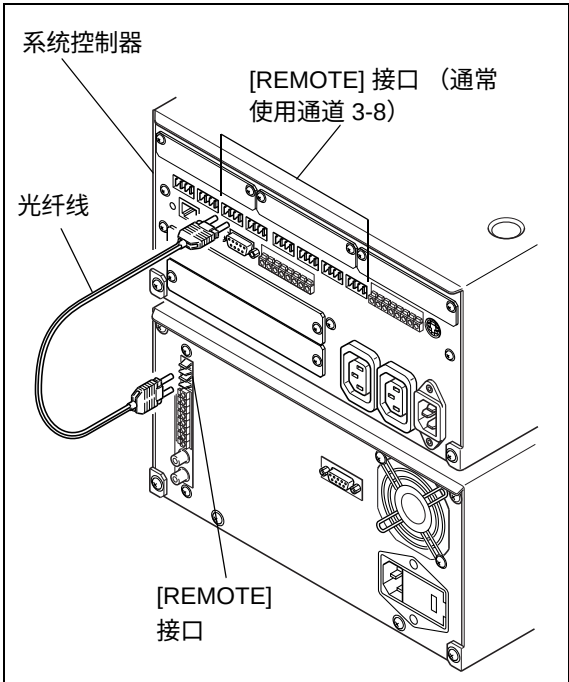


图 9.49

2 将插头插入电源插座，然后打开电源。

3 设定 [LINK ADRS]、[LOCAL] 和 [OP MODE] 参数。

☞ "[LINK ADRS]" P. 5-42

☞ "[LOCAL]" P. 5-41

☞ "[OP MODE]" P. 5-56

- [LINK ADRS] :输入系统控制器 [REMOTE] 通道编号。
- [LOCAL] : 输入 [0] (用于受控制模式)。
- [OP MODE] : 根据要连接的系统控制器设定参数

LINK ADRS 3

Input 1 - 12

S.V. ☐ prog.run ☐ remote ☐ pol ☐

LOCAL 0

0: Remote 1: Local

S.V. ☐ prog.run ☐ remote ☐ pol ☐

OP MODE 0

0: 20A 1: OP 2: 10A

S.V. ☐ prog.run ☐ remote ☐ pol ☐

■ 连接 Chromatopac

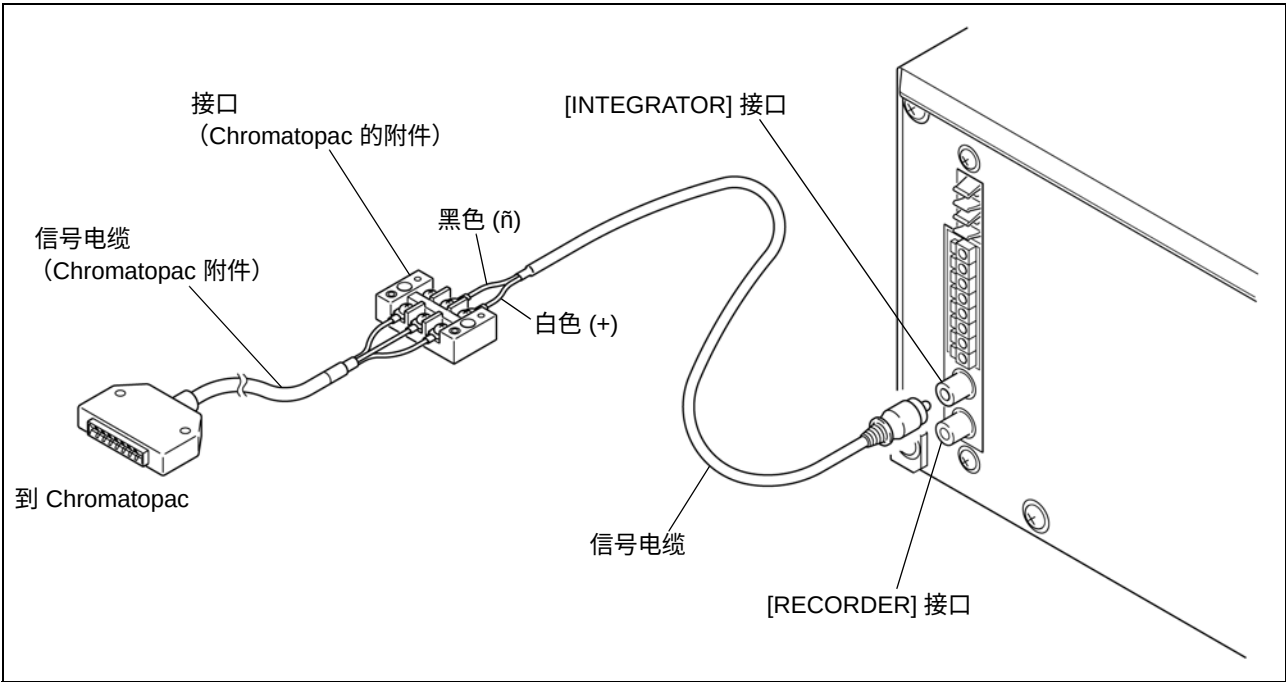


图 9.50

- 1 将附带的信号电缆连接到 [INTEGRATOR] 接口。
然后将仪器与 Chromatopac 连接，如上图所示。

注意

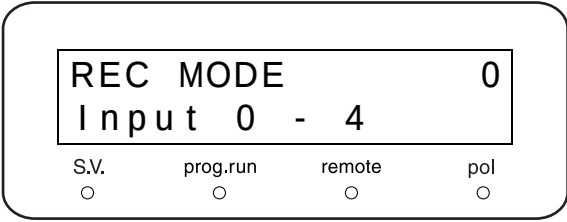
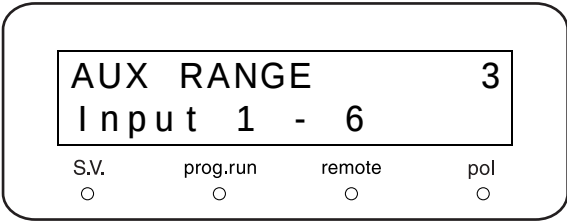
要记录通道 2 的吸光度或双波长模式的比率色谱图，还要将信号电缆连接到 [RECORDER] 接口。

- 2 将插头插入电源插座，然后打开电源。

- 3 设定 [AUX RANGE] 和 [REC MODE] 参数（如果是双波长模式）。

"[AUX RANGE]" P. 5-35

"[REC MODE]" P. 5-35



■ 连接记录仪

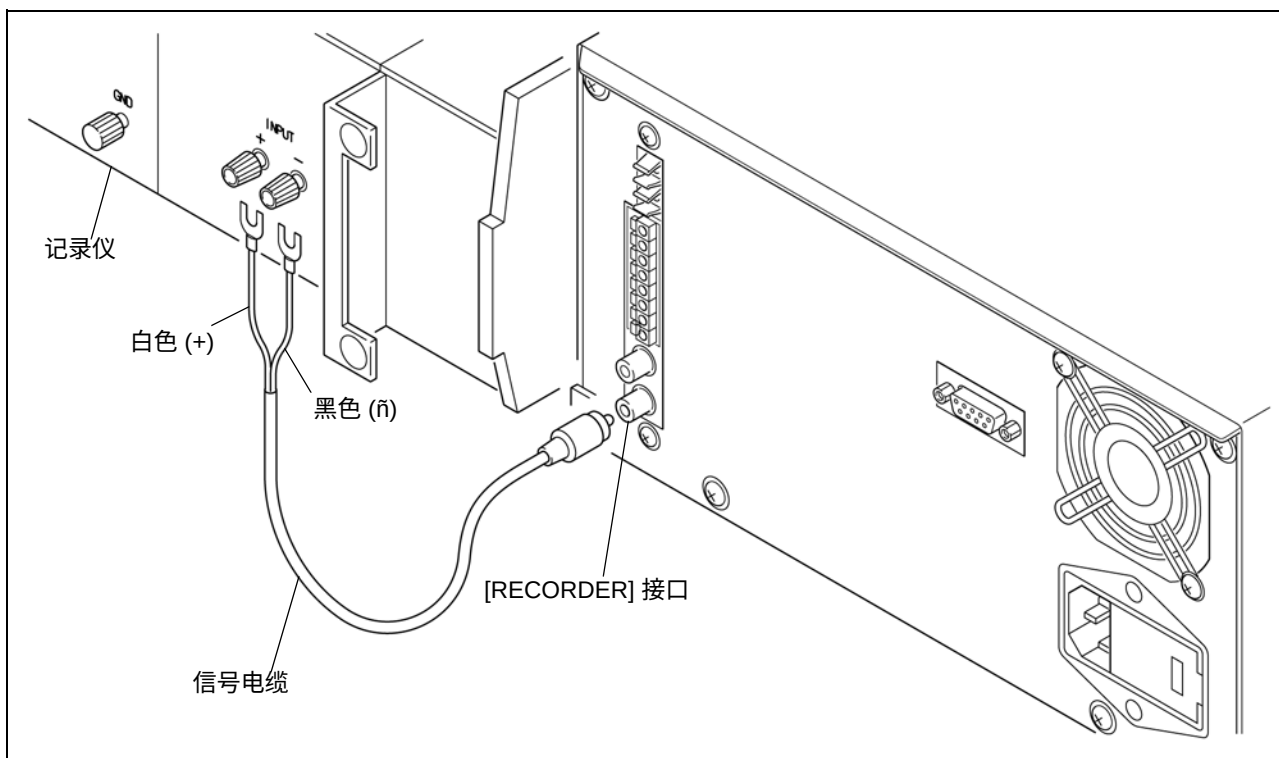
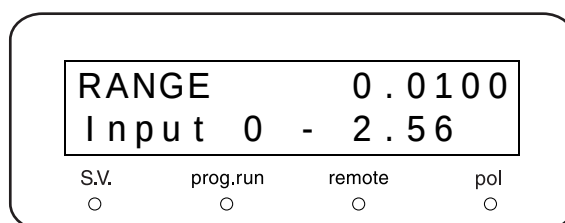


图 9.51

- 1 将附带的信号电缆连接到 [RECORDER] 接口。
- 2 连接信号电缆的另一端到记录仪端子。
- 3 将插头插入电源插座，然后打开电源。
- 4 设定记录仪范围。
 "4.1 单波长模式设定" P. 4-2



■（可选的）溶剂循环阀连接

- 1 将溶剂循环阀插头插入 [SV] 接口。
- 2 拧紧插头螺丝。
- 3 将插头插入电源插座，然后打开电源。

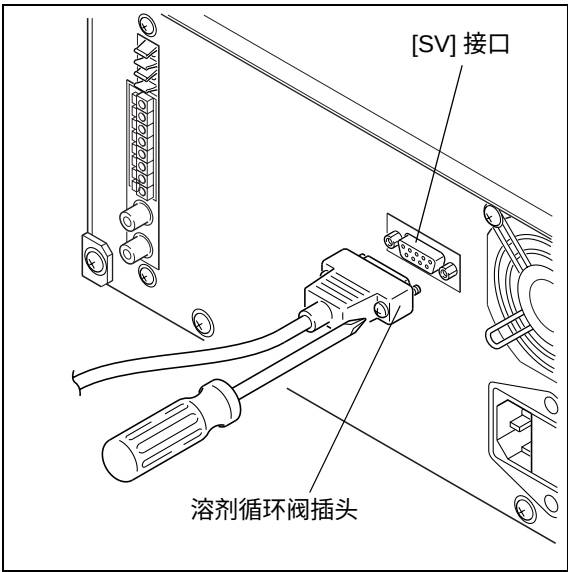
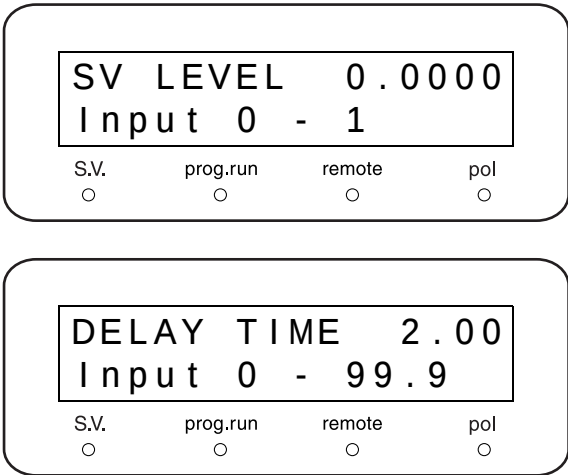


图 9.52

- 4 设定 [SV LEVEL] 和 [DELAY TIME] 参数。
👉 "[SV LEVEL]" P. 5-37
👉 "[DELAY TIME]" P. 5-38



9.2 规格

物品		SPD-20A	SPD-20AV
光源		氙灯、水银灯（用于波长准确度检查）	氙灯、钨灯和水银灯（用于波长准确度检查）
波长范围		190-700nm 371-700nm 范围时，截止过滤器以消除第二级衍射自动激活。	190-900nm 190-370nm（氙灯） 371-900nm（钨灯） 701-900 范围时，截止过滤器以消除第二级衍射自动激活。
光谱带宽		8nm	
波长准确度		±1nm	
波长重现性		±0.1nm (*1)	
漂移		1×10 ⁻⁴ AU/hour - 最快（250nm，室温恒定，池中有空气） 3×10 ⁻⁴ AU/hour - 最快（250nm，室温波动小于 2°C，池中有空气）	1×10 ⁻⁴ AU/hour - 最快（250nm、600nm，室温恒定，池中有空气） 3×10 ⁻⁴ AU/hour - 最快（250nm、600nm，室温波动小于 2°C，池中有空气）
噪音级别		±0.25×10 ⁻⁵ AU - 最高（250nm，池中有空气，等于 2 秒时间常数）(*2)	±0.25×10 ⁻⁵ AU - 最高（250nm、600nm，池中有空气，等于 2 秒时间常数）(*2)
池流路长度		10mm	
池体积		12μL	
池压力容差		12MPa {120kgf/cm ² }	
与液体接触的池材料		SUS316L、PFA（氟碳聚合物）、石英	
池进样口、出样口管直径		SUS316L 管 O.D. 0.8mm × I.D. 0.25mm	
池温度输入范围		9 - 50°C（单位量 1°C）	
双波长模式 (*3)	测量波长	可选的、两个波长在 190-370nm 或 371-700nm 范围	可选的、两个波长在 190-370nm、371-700nm 或 701-900nm 范围
	采样频率	一个波长 1.2 秒	
响应		可选择相对于时间常数的 11 个单位量 0.02、0.05、0.1、0.5、1.0、1.5、2.0、3.0、6.0、8.0 和 10.0 秒	
范围		可以设定在 0.0001 和 2.56 AUFS 之间（单位量为 0.0001 AUFS）	

*1 在单波长模式中打开电源后更改波长时的重现性。

*2 在单波长模式中。

*3 双波长模式中的噪音级别因波长不同而异。执行双波长分析时有必要使用低灵敏度的检测器设定。

9. 技术信息

物品		SPD-20A	SPD-20AV																
归零调节		自动归零功能，基线漂移功能																	
极性切换		可以进行																	
波长扫描功能		流动停止时执行波长扫描。数据存储在三个文件中，其中一个存储背景。背景是从样品扫描中扣除出来的。文件数据不保存（电源关闭时丢失）。																	
	波长单位量	1-5nm，在 5 个单位量中选择，使用 W 灯时选择 2-5nm。																	
	扫描速度	10-50nm/sec，5 个单位量可设定（根据波长单位量）																	
	光谱绘制输出速度	1,3,10nm/sec																	
比率色谱图		输出两个波长的吸光率																	
时间程序		用于检测器或系统控制器																	
	设定项目	波长（包括双波长）、自动归零、范围、标记、响应、波长扫描、事件、极性、灯打开 / 关闭、循环、池温度、停止																	
	步骤数 （检测器程序）	最多 32 步																	
输出	记录仪输出	10mV 记录仪接口																	
	积分仪输出	6 个单位量：0.5、1、2、4、1.25 和 2.5 AU/V 积分输出接口在单波长模式中的输出色谱图或在双波长模式中输出通道 1 色谱图。比率色谱图、光谱和通道 2 色谱图从记录仪输出接口输出。																	
灯计时器		记录最高可达 9999.9 小时																	
尺寸		260(W) × 140(H) × 420(D) mm																	
重量		13 kg																	
操作温度范围		4°C-35°C																	
电源		• SPD-20A<table><tr><th>部件号</th><th>电源电压</th></tr><tr><td>228-45003-31</td><td>100V AC ±10V 160VA 50-60Hz</td></tr><tr><td>228-45003-32</td><td>120V AC ±10V 160VA 50-60Hz</td></tr><tr><td>228-45003-28 228-45003-38</td><td>(220-230V AC) ±20V/240V AC ±20V 160VA 50-60Hz</td></tr></table> • SPD-20AV<table><tr><th>部件号</th><th>电源电压</th></tr><tr><td>228-45004-31</td><td>100V AC ±10V 160VA 50-60Hz</td></tr><tr><td>228-45004-32</td><td>120V AC ±10V 160VA 50-60Hz</td></tr><tr><td>228-45004-28 228-45004-38</td><td>(220-230V AC) ±20V/240V AC ±20V 160VA 50-60Hz</td></tr></table>		部件号	电源电压	228-45003-31	100V AC ±10V 160VA 50-60Hz	228-45003-32	120V AC ±10V 160VA 50-60Hz	228-45003-28 228-45003-38	(220-230V AC) ±20V/240V AC ±20V 160VA 50-60Hz	部件号	电源电压	228-45004-31	100V AC ±10V 160VA 50-60Hz	228-45004-32	120V AC ±10V 160VA 50-60Hz	228-45004-28 228-45004-38	(220-230V AC) ±20V/240V AC ±20V 160VA 50-60Hz
部件号	电源电压																		
228-45003-31	100V AC ±10V 160VA 50-60Hz																		
228-45003-32	120V AC ±10V 160VA 50-60Hz																		
228-45003-28 228-45003-38	(220-230V AC) ±20V/240V AC ±20V 160VA 50-60Hz																		
部件号	电源电压																		
228-45004-31	100V AC ±10V 160VA 50-60Hz																		
228-45004-32	120V AC ±10V 160VA 50-60Hz																		
228-45004-28 228-45004-38	(220-230V AC) ±20V/240V AC ±20V 160VA 50-60Hz																		

9.3 维护部件

9.3.1 易损部件

部件	部件号	备注
氙灯 *	228-34016-02	光源
卤钨灯 *	670-14602	光源 (仅 SPD-20AV)
流通池垫圈 *	228-35097-95	一套 2 件
流通池透镜 *	228-14572	
池窗	228-18058	

9.3.2 更换部件

■ 光学系统

部件	部件号	备注
氙灯 *	228-34016-02	光源
卤钨灯 *	670-14602	光源 (仅 SPD-20AV)
低压水银灯	228-38214-96	用于波长检查 / 校正
过滤器组件 (VIS)	228-42066-91	用于卤钨灯 (仅 SPD-20AV)
透镜 M1 组件 (UV/VIS)	228-23037-95	
透镜 M2 组件 *	228-23014-91	
透镜 M3 组件	228-23041-93	
光栅组件	228-15257-95	
窗口	228-34795	灯罩和分光镜之间的石英窗口
过滤器组件 (UV)	228-42008-91	截止过滤器用于二级衍射光 (SPD-20A)
过滤器组件 (UV/VIS)	228-42008-92	截止过滤器用于二级衍射光 (SPD-20AV)
光电池组件 *	228-23016-91	
PB-1 组件	228-23691-95	
电机组件 *	228-23027-92	光栅驱动电机
光传感器 A 组件	228-25421-94	光栅驱动单元传感器
光传感器 A 组件 *	228-25421-91	反射镜切换单元传感器
电机组件	228-42068-91	反射镜切换电机
传动带 *	670-11222	用于光栅驱动

* 通常用于 SPD-10A/SPD-10AVvp

9. 技术信息

■ 流通池，管部件

部件	部件号	备注
流通池组件	228-37440-94	
池垫圈（2 件）*	228-35097-95	
镜头*	228-14572	
池窗	228-18058	
密封圈*	228-14569	
池窗螺丝*	228-14568	
池窗螺丝组件*	228-40239-91	由 228-14568 和 228-14569 组成
池进口组件	228-45609-91	由池进口、螺栓和密封圈组成
池出口组件	228-45610-91	由池出口、螺栓和密封圈组成
密封圈 0.8F	228-40997-10	用于池进口 / 池出口
螺栓 0.8MN PEEK	228-46363	用于池进口 / 池出口（二通端）
螺栓 0.8MN-M4	228-42605	用于池进口 / 池出口（池罩端）
二通 1.6-0.8C	228-40998-10	用于连接池进口 / 池出口和 1.6mmOD
管钳*	228-39621	用于连接管路
管路*	228-18495-06	用于废液管购买单位：m
螺栓 PEEK*	228-18565	

■ 电子部件

部件	部件号	备注
保险丝，4AT，250A	072-02004-22	用于 100-120V 的保险丝
保险丝，3.15AT，250V	072-02004-21	用于 220-240V 的保险丝
PCB SPD20-MAIN	228-45601-91	EEPROM (M15) 未安装
PCB SPD20-PWR	228-45602-91	
变压器 SPD20	228-42057-91	
风扇组件	228-42098-91	风扇，后面板
风扇组件	228-42098-92	风扇，侧面板
PCB LC20-KEY	228-45600-91	按键面板组件中包含的 PCB
漏液传感器	228-39247-94	
显示器 VFD CU16025ECPB-W9J	228-42043	按键面板组件中包含的显示器
接口 LC2K-CMD1	228-37260-91	前面板上温度控制的连接接口

* 通常用于 SPD-10A/SPD-10AVvp

9.4 HPLC 系统介绍

Prominence LC (LC-20A) 系列组件与岛津高效液相色谱 (HPLC) 系统一起使用，能够提供高准确度和高灵敏度的分析。

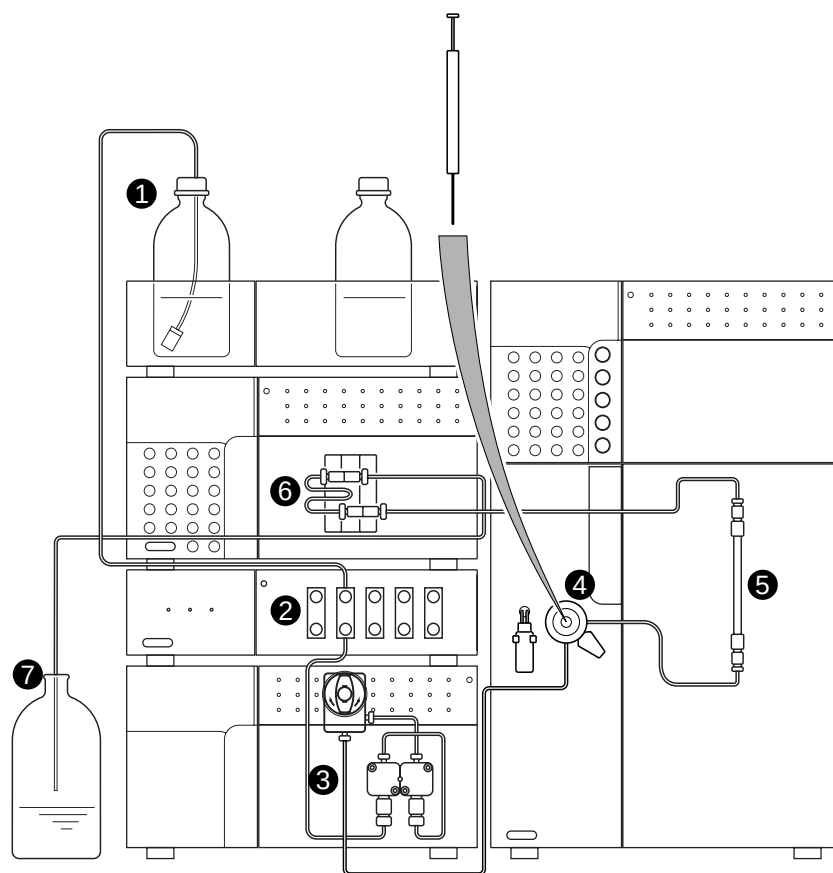
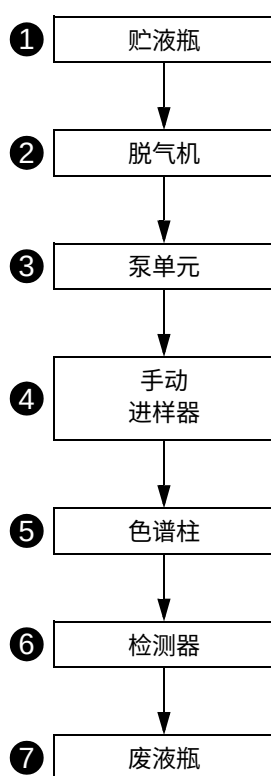
下面提供了系统配置的示例及各种组件的操作说明。

9.4.1 简易（等度）系统的示例

系统的每个组件都由本机控制。这是由少量组件组成的简易系统，用于稳定的分析。

■ 溶剂流程图

■ 组件的功能



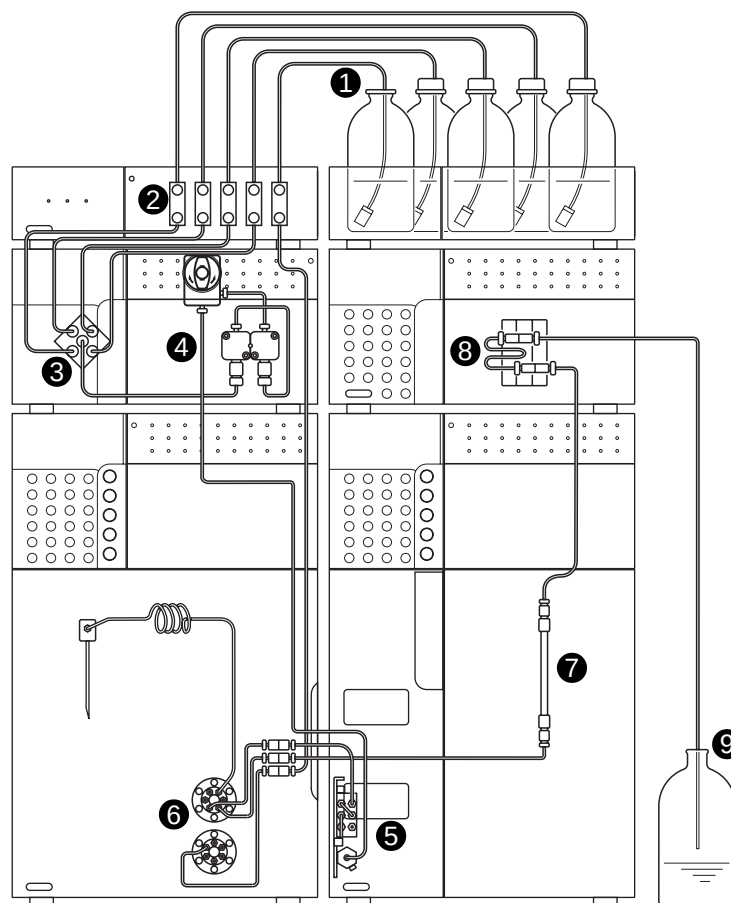
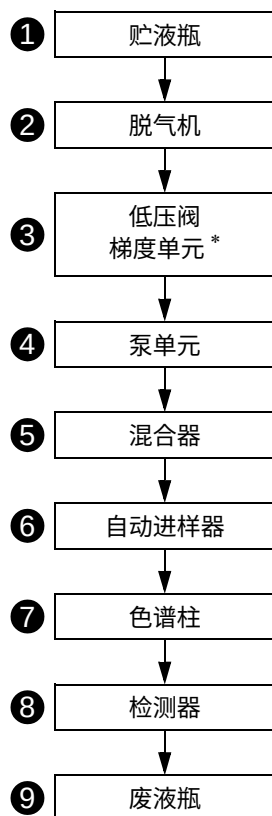
- ①流动相从贮液瓶中排出，由泵通过管路送液。
- ②脱气机除去流动相中溶解的气体，防止由溶解气体产生气泡并上升、漂动，或其他的基线不规则。
- ③泵将流动相经过手动进样器、色谱柱和检测器的顺序，最后送至废液瓶。
- ④样品通过手动进样器用注射器注入系统。
- ⑤在色谱柱中，通过流动相和色谱柱填充（固定相）的相互作用，成分被分离。
- ⑥检测器检测从色谱柱中洗脱的成分，然后将信号数据发送到 Chromatopac 或计算机。
- ⑦流动相从检测器排出到废液瓶中。

9.4.2 自动进样器系统示例 (1)

CBM-20Alite 系统控制器集中式控制所有组件，增强了操作的方便性并且非常适于自动分析。CBM-20Alite 最多可以控制 5 个 LC 组件。因为它安装在泵单元或自动进样器中，系统仅需要较小的空间。

■ 溶剂流程图

■ 组件的功能



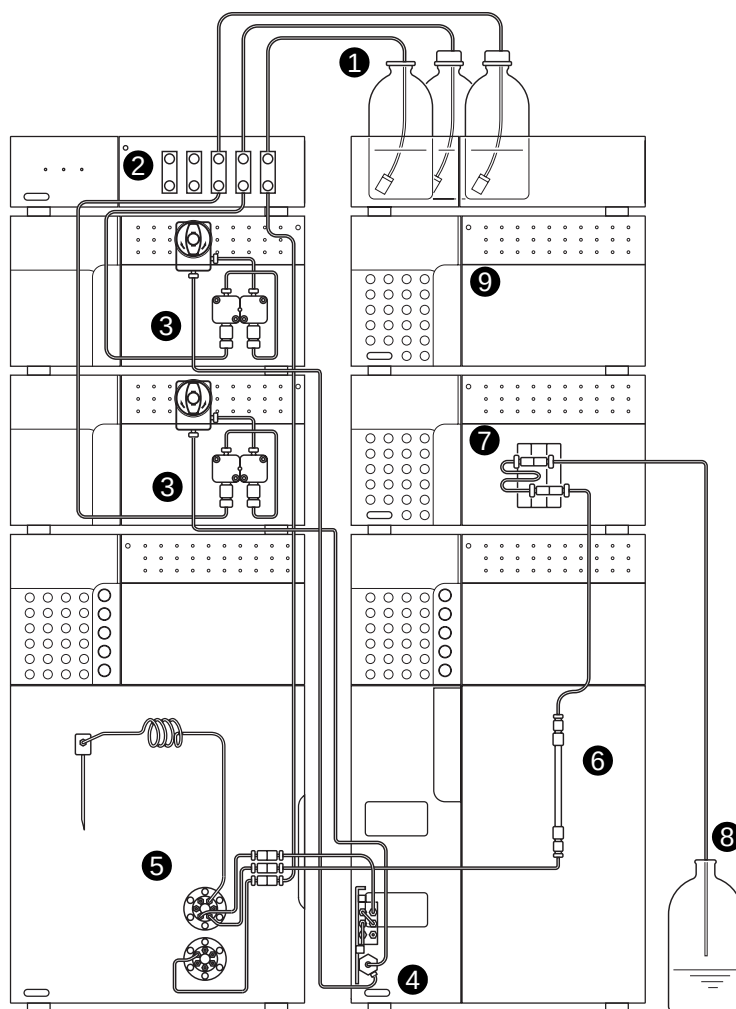
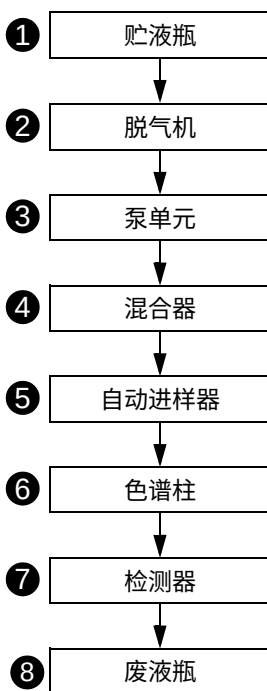
- ① 流动相从贮液瓶中排出，由泵通过管路送液。
- ② 脱气机除去流动相中溶解的气体，防止由溶解气体产生气泡并上升、漂动，或其他的基线不规则。
- ③ 低压梯度单元最多混合 4 种流动相，这些流动相已由脱气机脱气。（* 在低压梯度系统中，这是必需的。）
- ④ 泵将流动相经自动进样器、色谱柱和检测器的顺序，最后送至废液瓶。
- ⑤ 混合器提高了流动相的混合效率。在低压或高压梯度系统中混合器是必需的。
- ⑥ 自动进样器自动将样品注入流路中。通过添加换架器，它可以自动更换自动进样器支架。
- ⑦ 在色谱柱中，通过流动相和色谱柱填充（固定相）的相互作用，成分被分离。
- ⑧ 检测器检测从色谱柱中分离的成分，然后将信号数据发送到 Chromatopac 或计算机。
- ⑨ 流动相从检测器排出到废液瓶中。

9.4.3 自动进样系统示例 (2)

CBM-20A 系统控制器最多可以控制 8 个 LC 组件（另有可以控制 12 个 LC 组件的系统控制器可选）。对于高压梯度系统，使用同一型号的泵。

■ 溶剂流程图

■ 组件的功能



- ① 流动相从贮液瓶中排出，由泵通过管路送液。
- ② 脱气机除去流动相中溶解的气体，防止由溶解气体产生气泡并上升、漂动，或其他的基线不规则。
- ③ 泵将流动相经自动进样器、色谱柱和检测器的顺序，最后送至废液瓶。
- ④ 混合器提高了流动相的混合效率。
- ⑤ 自动进样器自动将样品注入流路中。通过添加换架器，它可以自动更换自动进样器支架。
- ⑥ 在色谱柱中，通过流动相和色谱柱填充（固定相）的相互作用，成分被分离。
- ⑦ 检测器检测从色谱柱中洗脱的成分，然后将信号数据发送到 Chromatopac 或计算机。
- ⑧ 流动相从检测器排出到废液瓶中。
- ⑨ CBM-20A 系统控制器最多可以控制 8 个 LC 组件（另有可以控制 12 个 LC 组件的系统控制器可选），其中最多包括 4 个泵单元。

9.5 流动相特性

	(1) 溶剂 (*) $\eta < .5\text{cP}$, $> 45^\circ\text{C}$ (**) $h < .5\text{cP}$, $< 45^\circ\text{C}$	(2) 源	(3) 紫外线 截止	(4) R.I. _{25°}	沸点 (°C)	粘度 (cP, 25°C)	(5) p'	(6) e°_a	(7) 水溶性 %W 在 20°C 溶剂	(8) 电介质 常数 e^{20}	(9) $p' + 0.25e$
1	FC-78 (*) FC-75 (荧光溶剂) FC-43	(LC 专用)	210nm 210(不透光 低于 210)	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' 和电介质 常数 (强度 比例函数)
2	异辛烷 (*) (2,2,4-3 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	碳 二硫化物	LC	380	1.624	46	0.34	0.3	0.15	0.005	2.64	1.7
10	二氯丙烷 (**)	LC	230	1.375	36	0.30	1.2	0.29		9.82	3.7
11	碳 四氯化物	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	68	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	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	碘代苯						2.8	0.35			
21	苯基醚			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										
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 (代) 苯			1.46	85	0.55	3.1			5.4	4.6
29	二苄醚			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	3.8			4.3	4.6
32	异戊醇			1.405	130	3.5	3.7	0.61	9.2	14.7	7.3
33	亚乙基二氯	LC	228	1.442	83	0.78	3.5	0.44	0.16	10.4	6.3
34	三级丁醇			1.385	82	3.6	4.1	0.7	易混合	12.5	
35	正丁醇	LC	210	1.397	118	2.6	3.9	0.7	20.1	17.5	8.3

	(1) 溶剂 (*) $\eta < 5\text{cP}$, $> 45^\circ\text{C}$ (**) $\eta < 5\text{cP}$, $< 45^\circ\text{C}$	(2) 源	(3) 紫外线 截止	(4) R.I. _{25°}	沸点 (°C)	粘度 (cP, 25°C)	(5) p'	(6) $e^{\circ a}$	(7) 水溶性 %W 在 20°C 溶剂	(8) 电介质 常数 e^{20}	(9) $p' + 0.25e$
36	正丙醇	LC	240	1.385	97	1.9	4.0	0.82	易混合	20.3	
37	四氢呋喃 (*)	LC	212	1.405	66	0.46	4.0	0.57	易混合	7.6	
38	丙胺 (*)			1.385	48	0.35	4.2		易混合	5.3	
39	乙酸乙烯酯 (*)	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	易混合	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	1.64	4.8			17.4	8.7
43	甲基乙基	LC	329	1.376	80	0.38	4.7	0.51	23.4	18.3	9.1
44	环己酮			1.450	156	2.0	4.7			18.3	9.1
45	硝基苯			1.550	211	1.8	4.4			34.8	13.2
46	氰苯			1.536	191	1.2	4.8			25.2	10.9
47	二氧杂环乙烷	LC	215	1.420	101	1.2	4.8		易混合	2.2	
48	四甲基尿素	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	嘧啶			1.507	115	0.88	5.3		易混合	12.4	
51	硝基乙烷		380	1.390	114	0.64	5.2		0.9		
52	丙酮 (*) 苯甲醇	LC	330	1.356 1.538	56 205	0.30 5.5	5.1 5.7	0.71	易混合	13.1	8.8
53	四甲基 胍						6.1	0.6			
54	乙氧基乙醇	LC	210	1.400	125	1.60	5.5		易混合	19.9	
55	三氟乙氧基丙烷	GC					6.6	0.56			
56	丙烯 碳酸盐	LC					6.1				
57	乙醇	LC	210	1.359	78	10.8	4.3		易混合	24.6	
58	氧二丙腈	GC					6.8				
59	苯胺			1.584	184	3.77	6.3			6.9	8.1
60	乙酸			1.370	118	1.1	6.0		易混合	6.2	
61	乙腈 (*)	LC	190	1.341	82	0.34	5.8		易混合	37.5	
62	N, N- 二甲基乙酰胺	LC	268	1.436	166	0.78	6.5	0.88		37.8	
63	二甲基乙二醛	LC	268	1.428	153	0.80	6.4			36.7	
64	二甲基亚砷	LC	268	1.477	189	2.00	7.2	0.62	易混合	4.7	
65	N- 甲基 -2- 吡咯酮	LC	285	1.468	202	1.67	6.7			32	
66	六甲基磷酸酰三胺			1.457	233	3	7.4	0.65		30	
67	甲醇 (*)	LC	205	1.326	65	0.54	5.1		易混合	32.7	
68	硝基甲烷		380	1.380	101	0.61	6.0		2.1		
69	间甲酚			1.540	202	14	7.4			11.8	10.0
70	N- 甲基甲酰胺			1.447	182	1.65	6.0		易混合	182	
71	乙二醇			1.431	182	16.5	6.9		易混合	37.7	
72	甲酰胺			1.447	210	3.3	9.6		易混合	111	
73	水	LC		1.333	100	0.89	10.2			80	

9. 技术信息

- (1) 一个星 (*) 表示溶剂最适用于 LC，具有低沸点 (>45°C) 和低粘度 (*0.5cP) 的特性。
两个星 (**) 表示溶剂具有极低的粘性和沸点。
- (2) [LC] 表示溶剂为专门适用于 LC 的级别，可以从下列公司购买：
Burdick & Jackson, Baker Chemical, Mallinkrodt Chemical, Fischer Scientific, Waters Associate, Manufacturing Chemists Inc.。
[GC] 表示溶剂是用作气相色谱的固相，可以从销售 GC 色谱柱和固相的公司购买。（这些溶剂在液体到液体 LC 中作为固相使用。）
- (3) 波长低于此时溶剂变得不透明。
- (4) 在 25°C 时的示差折光率。
- (5) 溶剂的极性参数。
- (6) 溶剂的强度参数涉及在氧化铝中液体到固体的吸附作用。
- (7) 在液体到固体吸附作用中溶剂在 20°C 时的水溶性 (%W)。
- (8) 20°C 时的值。
- (9) P' (溶剂强度比例) 加上电介质常量的函数构成，在离子色谱中。

来源： A.Krstulovic and P.R.Blown, *Reversed-Phase High-Performance Liquid Chromatography*, Wiley Interscience, 1982.